

TITLE PAGE

4. Über die selektive Adsorption von Kohlenwasser-
stoffen.
The selective adsorption of hydrocarbons.

Frame Nos. 575 - 730.

Über die selektive Adsorption
von Kohlenwasserstoffen

Arbeit

zur Erlangung des Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
der Fakultät für Naturwissenschaften und Ergänzungsgebiete
der Deutschen Technischen Hochschule in Prag

vorgelegt am 14. Dez. 1943 von

Karl Frankler

Diplom-Chemiker
aus Stuttgart

genehmigt am:

1. Berichterstatter: Doc. Dr.-Ing.-habil. Peter Spengler
2. Berichterstatter: o. Prof. Dr. Hans Waldmann

Vorliegende Arbeit wurde am Institut für
Kohleforschung, Laboratorium für Mineral-
ogie und Petro an der Deutschen Technischen
Hochschule in Prag unter Leitung des Herrn
Prof. Dr.-Ing. habil. Günter S p e n d l e r
durchgeführt. - Ihm danke ich an dieser
Stelle für die weitgehende Förderung die-
ser Arbeit durch Wort und Tat.

Herrn Dozent Hr. Spengler in Lenkbarkeit gedient

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Einleitung	1
Bekannte Arbeiten und Literatur	2 - 3
Arbeitsplan	4
Vorarbeiten	5 - 7
Sintragadsorption	
Verfahren	8
Bestimmung der adsorb. Menge	9 - 11
Vorversuche	12 - 13
Vergleich der Adsorptionsmittel	13
Vergleich verschiedener Kohlenwasserstoffe	14 - 21
Einfluss der Korngröße	22 - 24
Einfluss der Temperatur	29 - 31
Stulensorption	
Grundsätzliches	32 - 32
Verfahren	32 - 33
Berechnung der adsorb. Menge	33 - 34
Vergl. Sintrag- und Stulensorption	34 - 35
Stulensorption und Lösungsmittel	35
Trennung	
Vorarbeiten	36 - 37
Der Trennungsvorgang	37 - 39
Entwicklung des Trennungsverfahrens	39 - 41
Konzentration der Lösungen	41 - 43
Trennung versch. Kohlenwasserstoffe	43 - 46
Vergleich der Methoden	46
Ausblick	46 - 47
Zusammenfassung	48 - 50
Literaturnachweise	51
Tabelleenteil	1 - 63
Diagramme	Nr. 1-39

- 1 -

Ein Hauptproblem der Kohlenwasserstoffchemie ist die Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen und die Isolierung reiner Körper, wobei die Trennung der Paraffine und Olefine von besonderem Interesse ist. Reaktionschemische Methoden ergeben meist irreversible Umsetzungen und auch die für Flüssigkeitgemische sonst am besten geeignete fraktionierte Destillation führt nur bei den niederen Gliedern zum Ziel. Mit wachsender Kohlenstoffzahl nehmen die Schwierigkeiten zu, weil die Siedepunkte sich immer mehr einander nähern und die Olefine mehr und mehr paraffinischen Charakter annehmen.

Die Versuche zur Lösung dieses Problems gehen in die verschiedenen Richtungen, wobei wir unter den sich bietenden Möglichkeiten im Rahmen dieser Arbeit die Anwendung der selektiven Adsorption gewählt haben. Mit dieser Methode ist es bekanntlich gelungen, aus zahlreichen, früher untrennbaren Stoffgemischen, die reinen Körper zu isolieren¹⁾. Allerdings handelt es sich dabei fast ausschließlich um höhermolekulare Körper mit oft zahlreichen aktiven Gruppen, während die hier in Frage kommenden Kohlenwasserstoffe keine oder nur wenige solche wirksamen Gruppen aufweisen und somit nur eine geringe Adsorptionsaffinität besitzen, sodass sie in der Reihenfolge der Adsorbierbarkeit am unteren stehen. Es handelt sich also um ein Randgebiet der Adsorption und als Aufgabe daran, die Leistungsfähigkeit der Methode so zu erweitern, dass sie auch noch mit Erfolg auf dieses Gebiet ausgedehnt werden kann.

An Arbeiten in dieser Richtung hat es nicht gefehlt. Eine der wirkungsvollsten der üblichen gewässerten Stulensorption

+ 2 -

nicht zu einer tatsächlichen Trennung z.B. von Benzol-Cyclohexan ausreicht, haben Grimm u. Wolf ²⁾ festgestellt. Da der Erfolg der selektiven Adsorption immer eine Frage des Adsorptionsgefälles ist und dieses natürlich zwischen den als Lösungsmittel geringster Adsorptionseffinität bekannten Benzinen und den hier in Frage kommenden Kohlenwasserstoffen nur ein sehr geringes sein kann, hat Messer ³⁾ anstelle der immer noch zu stark adsorbierten Lösungsmittel Trägergase für den Transport des zu trennenden Stoffgemische durch das Adsorptionsmittel verwendet. Da Gase eine wesentlich geringere Adsorptionseffinität besitzen, konnte das Adsorptionsgefälle dadurch hinreichend erhöht und damit z.B. die Trennung Benzol-Cyclohexan durchgeführt werden. Hartook ⁴⁾ erreicht die Steigerung des Wirkungsgrades mit der selektiven Adsorption, ein Verfahren, das im Grundprinzip die Trennwirkung der Adsorption und der Destillation vereinigt und dadurch eine Erhöhung des Trenneffekts erzielt. Das Gegenstück dazu bildet das von Ferber u. Luthor ⁵⁾ beschriebene Verfahren der stufenweisen selektiven Adsorption gasförmiger Kohlenwasserstoffe bei Anwendung verschiedener tiefer Temperaturen.

Alle diese Verfahren sind aber nur von beschränkter Anwendbarkeit. Die Trägergasmethode setzt die bei höheren Kohlenwasserstoffen unzureichende Verdampfung voraus und muss bei dementsprechend hohen Temperaturen arbeiten, im Widerspruch zu der Tatsache, dass die Adsorption mit steigender Temperatur stark abnimmt. Das Destillationsverfahren ist ebenfalls vorwiegend für niedere Kohlenwasserstoffe geeignet, muss unter hohem Seitenstrom die gesamte Stoffmenge bei einem Dampfdruck von nur wenigen 1/100tel mm über die Dampforn führen und außerdem noch eine während der Adsorption sinkende Trennwirkung hinzunehmen, dadurch verursacht, dass die an weniger aktiven Stellen sitzenden Moleküle des stärker adsorbierten Stoffes gleichzeitig mit den an den höher aktiven Stellen adsorbierten Molekülen des Stoffes geringerer Affinität.

- 3 -

desorbieren. Das letzte Verfahren endlich eignet sich offensichtlich nur zur Trennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe.

Aus der übrigen, recht umfangreichen Literatur über selektive Adsorption, die sich jedoch nur zu einem verschwindenden Teil mit den Kohlenwasserstoffen befaßt, konnte noch manche Anregung gewonnen werden (6), aber im gesamten erhebt sich der Eindruck, dass das Gebiet der selektiven Adsorption trotz seiner verbreiteten Anwendung noch wenig durchforscht ist. Dies bringt insbesondere auch Brockmann ⁷⁾ zum Ausdruck, indem er für die Zukunft die Schaffung theoretischer Grundlagen und die Lösung der Adsorptionsisothermen der zu trennenden Stoffe vorschlägt, um aus deren Vergleich die Wahrscheinlichkeit und die Möglichkeiten einer Trennung zu ermitteln. Jedenfalls waren wir uns darüber im Klaren, dass das Problem nicht etwa durch eine Grosszahl mehr oder weniger empirischer Trennungsversuche, sondern nur durch die Schaffung einer breiten Grundlage gelöst werden kann. Dazu gehören in erster Linie die Messung der Adsorptionsisothermen für die verschiedenen Kohlenwasserstofftypen, die Untersuchung der verschiedenen Adsorptionskraft und Selektivität, die Prüfung des Einflusses des Lösungsmittels, der Temperatur, des Verfahrens usw.

Da unsere Arbeiten unter dem Gesichtspunkt der späteren Trennung höherer Kohlenwasserstoffe und einer evtl. Einführung in die Technik in Angriff genommen wurden, mussten wir ein Arbeiten in der Vorlaufphase von vornherein aussperren lassen, weil eine Verdampfung nur bei solchen Temperaturen, die meist schon zur Zersetzung führen, oder im Vakuum möglich ist. In beiden Fällen ist die Adsorption eine minimale, sodass es im Hinblick auf die an sich schon geringe Adsorptionsaffinität der interessierenden Stoffe unmöglich ist, darauf ein brauchbares Verfahren aufzubauen. Vielmehr kam für uns von Anfang an nur die gelöst-flüssige Phase in Frage und wir waren deshalb beschränkt, dort

weiterzusehen, wo frühere Arbeiten unergiebig geworden sind.

Beim Arbeiten in der flüssigen Phase sind grundsätzlich zwei Arbeitsmethoden möglich:

1) Das Adsorptionsmittel wird mit der Lösung zusammengegeben und umgeschüttelt, wobei sich ein Gleichgewicht zwischen dem adsorbierten Stoff und der Restlösung einstellt (im Nachfolgenden als " Eintragsadsorption " bezeichnet).

2) Das Adsorptionsmittel wird in eine Röhre eingelegt und durch diese Adsorptionssäule die Lösung geschickt, wobei sich im Unterschied zur Eintragsadsorption ein Gleichgewicht zwischen der Ausgangslösung und dem adsorbierten Stoff einstellt (das Verfahren ist als chromatographische Adsorptionsanalyse nach Zewett bekannt und wird im Nachfolgenden der Einfachheit halber als " Kuhlensorption " bezeichnet).

Diese zwei Methoden mussten für uns die arbeitstechnische Grundlage zur Klärung des ganzen Fragenkomplexes bilden, um aus den gesammelten Erfahrungen dann die zur Trennung geeignete Methode entwickeln zu können. Elementarprechend gliedert sich unsere Arbeit in drei Hauptgebiete:

1) Die Eintragsadsorption als Elementarmethode der Adsorption und zweckmäßiges Verfahren zur Klärung der herrschenden Verhältnisse.

2) Die Kuhlensorption und die bei ihrer Anwendung für die Kohlenwasserstofftrennung auftretenden besonderen Verhältnisse.

3) Die Entwicklung des Trennungsverfahrens und die Durchführung der Trennungen.

V o r v e r s u c h e

Vorausgehen mussten Arbeiten über die Wahl des für die Grundlagenversuche geeigneten Stoffpaares, über die Messmethoden, über die Behandlung der Lösungsmittel, der zu adsorbierenden Stoffe und der Adsorptionsmittel.

Bezüglich des Stoffpaares entschieden wir uns für Benzol-Cyclohexan, wofür mehrere Gründe sprechen. Beide besitzen praktisch denselben Siedepunkt und sind durch fraktionierte Destillation nicht zu trennen, da sie bei $77,5^{\circ}\text{C}$ ein konstante liegendes Gemisch bilden. Der Benzolring entspricht unter Zugrundelegung der Verbrennungswärme etwa einmehlfach Doppelbindungen³⁾, eine Hypothese, die, wie unsere späteren Messungen ergeben haben, auch von der Seite der Adsorption gestützt werden kann. Cyclohexan verhält sich dagegen praktisch analog wie ein Paraffin, was im Verlauf unserer Arbeiten mehrmals bestätigt wurde, sodass dieses Stoffpaar mit voller Berechtigung Paraffin-Olefin-Gemischen im Hinblick auf adsorptives Verhalten gleichgesetzt werden kann. Ihre, im Gegensatz zu den Paraffinen und Olefinen, leichte Beschaffungs- bezw. Darstellungsmöglichkeit in reinster Form ermöglichte die Planung umfangreicher Messreihen.

Die Bestimmung der adsorbierten Menge kann grundsätzlich sowohl durch die Messung der Beladung des Adsorptionsmittels, wie durch die Bestimmung der Restkonzentration erfolgen. Das erste Verfahren scheidet für die Arbeiten in flüssiger Phase aus, da es nicht möglich ist, die in den Poren noch enthaltene Lösung ohne Änderung der Beladung zu entfernen. Unter den für die Messung der Restkonzentration bestehenden Möglichkeiten, wie z.B. der destillativen Aufarbeitung, der Dichtebestimmung und der Refraktionsmessung, haben wir das letztere Verfahren gewählt und damit sehr gute Ergebnisse

erzielt. Das Mass für die Berechnung der adsorbierten Menge ist dabei die Refraktionsdifferenz, d.h. die Differenz zwischen der Refraktion der Lösung vor und nach der Adsorption, aus der dann nach einem später besprochenen Rechenverfahren die adsorbierte Menge bestimmt werden kann.

Von besonderer Bedeutung ist die Wahl und Bearbeitung des geeigneten Lösungsmittels. Unter den für die Adsorption sonst verwendeten schlichten Lösungsmitteln kommen von vornherein nur die gesättigten Kohlenwasserstoffe der Benzine in Frage, weil sie die geringste Eigenadsorption besitzen. Grundsätzlich muss von dem Lösungsmittel verlangt werden, dass es, wenn es sich nicht um einen einheitlichen Stoff, sondern wie bei den Benzinen um ein Stoffgemisch handelt, bei der Adsorption keinerlei Veränderungen seiner Zusammensetzung erfährt. Diese würden sich in einer Refraktionsänderung auswirken und da letztere der Ausgangswert für die Berechnung der adsorbierten Menge ist, würden sich vollkommen falsche Werte ergeben. Solche Veränderungen der Refraktion des Lösungsmittels entstehen einen Gehalt an Olefinen und Aromaten, die wegen ihrer Doppelbindungen aus dem Lösungsmittel adsorbiert werden. Aus diesem Grund müssen die als Lösungsmittel in Frage kommenden Petroläther und Benzinfraktionen solange raffiniert werden, bis sich nach Zugabe der den Versuchen entsprechenden Menge Adsorptionmittel bei einer Blindprobe keinerlei Refraktionsänderung mehr zeigt. Die übliche Behandlung mit konz. Schwefelsäure reicht dazu nicht aus, denn sie entfernt wohl die Olefine, nicht aber die fast immer ebenfalls vorhandenen Aromaten. Zu diesem Zweck haben wir uns zuerst der Kettwinkelsäure (1 Liter konz. Schwefelsäure + 300 g Phosphorperoxyd) bedient, wie sie bei Kraftstoffuntersuchungen zur Bestimmung der Aromaten verwendet wird. Es zeigt sich dabei, dass niedrigsiedende Petroläther auf diese Weise soweit raffiniert werden konnten, dass sich bei Zugabe des Adsorptionmittels keine

- 7 -

Refraktionsänderung mehr zeigte. Liegegen war es unmöglich, höhere Benzinfractionen, wie z.B. von 50 - 100°C mit Kettwinkelsäure soweit zu reinigen, dass keine Refraktionsänderung mehr auftrat. Aus diesem Grund wurde die Refraktion mit oleumhaltiger Schwefelsäure und da dies auch nicht zum Ziel führte, mit 60%igen Oleum versucht. Damit wurde der gewünschte Erfolg erzielt und zwar in der Weise, dass 2 Liter Ausgangsbenzin der Fraktion 50-100°C zuerst mit 50 ccm Oleum, dann mit 100 ccm und schließlich mit 200 ccm intensiv je 15 Minuten geschüttelt wurden. Auf diese Weise wurde ein Lösungsmittel gewonnen, das keinerlei Refraktionsänderung mehr zeigte. Den Einfluss eines nicht vollkommen aromaten- und oleinfreien Lösungsmittels erreicht man aus dem Diagramm Nr. 35. Anstatt von 0 auszugehen, beginnt die Kurve höher, weil ja schon das reine Lösungsmittel eine Refraktionsänderung zeigt. Mit abnehmendem Gehalt an Lösungsmittel geht dieser Einfluss zurück und die Kurve nähert sich der normalen Isotherme.

Ähnlich liegt der Fall, wenn als zu adsorbierende Stoffe nicht vollkommen reine Körper, sondern z.B. von der Synthese her noch alkoholhaltige Olefine verwendet werden. Dieser Alkohol wird infolge seiner höheren Adsorptionsaffinität bevorzugt adsorbiert, was zur Folge hat, dass die Kurve der Refraktionsdifferenzen bei 100% nicht in die 0-Linie einmündet, sondern mit einem höheren Wert ausluft. Nach der Umrechnung ergeben sich dann Kurven, wie sie das Diagramm Nr. 35 zeigt.

Die Adsorptionsmittel können mit Ausnahme des Kieselgels in der Form verwendet werden, in der sie angeliefert werden. Beim Kieselgel empfiehlt sich nach der Feinzahlung eine Scharftrocknung im Vakuum bei 300°C, wodurch die Adsorptions- noch gesteigert wird.

Die Eintragadsorption

Verfahren

Zur Durchführung dieser Methode wurden kleine Brilmeyerkolben mit Schliffstopfen von 25 - 50 ccm Inhalt verwendet, die, um ein Hochdrücken der Stopfen zu vermeiden, mit einer, an seitlichen Gleichhöhen eingehängten Spiralfeder verschlossen werden. In diese Kolben wird das Adsorptionsmittel eingefüllt und die Lösung, deren Refraktion vorher gemessen wurde, zugegeben. Dann wird der Stopfen zur Vermeidung von Verdampfungsverlusten sofort aufgesetzt, gründlich umgeschüttelt und das Kolben schliesslich in ein Wasserbad von Zimmertemperatur zur Abführung der Adsorptionswärme gestellt. Die Einstellung einer einheitlichen Temperatur ist wichtig, weil die Adsorption bekanntlich stark temperaturabhängig ist. Dann wird nochmals umgeschüttelt, absetzen gelassen und von der überstehenden Lösung eine Probe zur Refraktionsmessung abpipettiert. Das Hauptaugenmerk ist auf die Vermeidung von Verdampfungsverlusten zu richten, welche die Konzentration stark beeinflussen und falsche Werte ergeben. Niedrigsiedende Petroläther, die beim Zusammengeben mit dem Adsorptionsmittel infolge der entstehenden Adsorptionswärme zu sieden beginnen, müssen deshalb vorher gekühlt werden.

Berechnung der adsorbierten Menge

Die Grundlage zur Berechnung der adsorbierten Stoffmenge bildet, wie schon erwähnt, die gemessene Refraktionsdifferenz, wobei es allerdings ziemlich umfangreicher Berechnungen bedarf, ehe man zu den gesuchten Werten gelangt. Den besten Aufschluss über die mathematischen Zusammenhänge gibt das Diagramm Nr. 1, auf dem die Refraktionswerte der Lösungen vor und nach der Adsorption aufgetragen sind. Wenn die Refraktion der Lösungen sich als Produkt aus den Lösungsteilen errechnen liesse, würden die einzelnen Werte auf der

gestrichelten Refraktionsgeraden zwischen dem Wert des reinen Lösungsmittels und des zu adsorbierenden Stoffes liegen. In Wirklichkeit weichen aber die gefundenen Werte von den errechneten meist etwas ab und es ergeben sich beim Benzol z.B. mehr oder weniger durchhängende Kurven, wobei die Faustregel aufgestellt werden kann, dass diese Kurven umso mehr durchhängen, je mehr sich die Refraktion des Lösungsmittels der des Benzols nähert. So hat z.B. die Refraktionskurve der Benzol-Entanlösung nur eine sehr schwache Krümmung, während die Benzol-Cetanlösungen eine sehr stark gekrümmte Kurve zeigen. Verbindet man die nach der Adsorption gemessenen Refraktionswerte, so erhält man die untere Kurve, die zuerst sehr stark von der Nischkurve abbiegt, um bei etwa 30% die größte Refraktionsdifferenz zu erreichen und dann wieder abnehmend dem Benzolwert zuzustreben. Trägt man die nach der Adsorption gefundenen Werte auf der ursprünglichen Nischkurve ein, dann erhält man die neuen Konzentrationen. Zu diesen Punkte gelangt man auch, wenn man durch den unter den ursprünglichen Refraktionswert aufgetragenen neuen Wert ein Lot zur Ordinate legt. Man kann also graphisch die neue Konzentration ablesen und in der Differenz zur ursprünglichen Konzentration die Prozent Konzentrationsabnahme angeben. Da aber eine solche graphische Ablesung zu ungenau wäre, muss versucht werden, den genauen Wert zu errechnen. Wenn die Nischkurve eine Gerade sein würde, dann wäre dies sehr einfach, denn dann hätte man nur die Refraktionsdifferenz zwischen Benzol und Lösungsmittel durch 100 zu dividieren, um die % Konzentrationsabnahme entsprechende Refraktionsdifferenz zu erhalten. So ist aber in jedem Konzentrationsbereich infolge der Kurvenkrümmung für % verschieden und muss deshalb aus der Differenz zwischen den einzelnen Werten der verschiedenen Konzentrationen errechnet werden, indem man die schwache Krümmung der Kurve zwischen 10 und 10 Prozent als Gerade annimmt. Die Genauigkeit dieser Rechenweise ist im Vergleich zur Messgenauigkeit vollkommen genügend. Ungenauigkeiten, die die Refraktionsdifferenz

- 10 -

dadurch entstehen, dass die Konzentration der Lösung nicht immer dem angegebenen Wert genau entspricht, müssen dadurch ausgeglichen werden, dass man zuerst die Nöckkurve der Lösungen aufstellt, um aus ihrem Verlauf dann die exakten Werte abzulesen. Aus der Tatsache, dass die Refraktionsdifferenz mit wachsender Konzentration später wieder stark abnimmt und zum Schluss den Wert Null erreicht, während die Adsorption tatsächlich ihren Höchstwert erreicht hat, ersieht man, dass die Konzentrationsabnahme noch kein Mass für die adsorbierte Menge ist, denn, um ein Beispiel zu gebrauchen, bei der Zugabe von Benzol allein findet überhaupt keine Refraktionsabnahme statt und trotzdem ist die Maximalmenge adsorbiert. Die Refraktionsdifferenz ist vielmehr direkt von dem Anteil des Lösungsmittels abhängig und ist bei gleicher Adsorption umso geringer, je geringer der Lösungsmittelanteil ist. Bei Konzentrationen um 1% und niedriger ist die β -Konzentrationsabnahme gleich der Zahl der cem, weil der Lösungsmittelanteil 100 gleichgesetzt werden kann. Um bei höheren Konzentrationen die Zahl der cem aus der β -Konzentrationsabnahme zu berechnen, ist es notwendig, die letztere mit einem Faktor zu multiplizieren, der sich ergibt, indem man 100 durch den Anteil des restlichen Lösungsmittels dividiert. Als Beispiel möge folgende Annahme dienen:

Aus 100 cem einer aus 65 cem Benzol und 35 cem Lösungsmittel bestehenden Lösung werden durch Adsorption 15 cem Benzol entfernt, sodass also 50 cem Benzol und 35 cem Lösungsmittel verbleiben. Ungerechnet in % ist die neue Konzentration 58,8% Benzol und 41,2% Lösungsmittel. Die 15 cem adsorbiertes Benzol treten demnach in einer Konzentrationsabnahme des Benzols um 6,2 % in Erscheinung. Dividiert man die Zahl der adsorbierten cem, also 15, durch die Zahl 6,2 der Konzentrationsabnahme, so erhält man den Faktor 2,43. In diesem gelangt man auch, indem man 100 : 41,2 (% restliches Lösungsmittel) dividiert. Der dieser Faktor

- 11 -

in den hohen Konzentrationen sehr stark ansteigt, indem er z.B. bei 50% festlichen Lösungsmittel $100 : 50 = 2$, bei 20% $100 : 20 = 5$ und bei 10% $100 : 10 = 10$ beträgt, nimmt die Messgenauigkeit in selber Masse ab, d.h. Messfehler bei 50%igen Lösungen verdoppeln sich, bei 20% steigen sie auf das Fünffache und bei 10% nehmen sie den zehnfachen Wert an. Um zu der allein interessierenden Zahl der adsorbierten com zu gelangen, ist es deshalb notwendig, zuerst die für den betreffenden Konzentrationsbereich gültige Refraktionsdifferenz für 1% zu berechnen und damit aus der gemessenen Refraktionsdifferenz die %-Konzentrationsabnahme. Dann wird die Restkonzentration errechnet und daraus der Faktor, mit dem man die %-Konzentrationsabnahme multipliziert, um zur Zahl der adsorbierten com zu gelangen.

Hier ist noch zu erwähnen, dass diese com-Zahl keinen Absolutwert darstellt, sondern einen Mindestwert, denn es ist ebenfalls, wenn auch nur in gewissem Umfang, Lösungsmittel adsorbiert worden. Dieses lösen gemittelt vermindert das durch die Benzoladsorption zwischen der Ausgangslösung und der Restlösung entstehende Konzentrationsgefälle, weil es in der Restlösung fehlt und dadurch eine höhere Benzolrestkonzentration vortäuscht. Das Ergebnis ist eine etwas geringere Benzoladsorption, als sie der Tatsache entspricht, sodass der Absolutwert des adsorbierten Benzol etwas höher liegt. Dieser Differenzbetrag steht aber in einer strengen Beziehung zu der adsorbierten Lösungsmittelmenge, indem er mit ihr zusammen wieder die Ausgangslösung ergibt. Da diese bei der Titration sowie aus dem Porosvolumen entfernt werden muss, kommt der sich bei unseren Messungen ergebende Betrag der selektiv adsorbierten com näher als der Absolutwert.

Vorversuche

Als erste Aufgabe und zugleich als Grundlage für die weiteren

Versuchsreihe wurde die Messung der Intragadsorption von Benzol und Petrolätherlösung an Kieselgel durchgeführt (Messreihe 1-5) Um den günstigsten Wirkungsgrad zu erzielen, wurden solange gleiche Mengen Kieselgel zu der in Halbhöhren befindlichen Lösung gegeben und jeweils die Refraktionsänderung gemessen, als sich noch eine Probe über den abgelesenen Absorptionsschnitt entnehmen liess. Zu 50 cm Lösung wurden so insgesamt 5 x 5 = 25 g Kieselgel gegeben. Im Interesse guter Messergebnisse wurden die Konzentrationsbereiche ziemlich eng gewählt und zwar am Anfang von 1 zu 1 Vol%, dann von 5 zu 5 %.

Die zuerst benutzte Kurvengleichung des Molgewichts für die Einstellung der Ablesungen wurde wieder aufgegeben, nachdem sich gezeigt hatte, dass die Resultate dadurch viel unübersichtlicher werden, denn bei der Adsorption handelt es sich um Vorgänge, die in erster Linie durch Struktur und Oberfläche der adsorbierten Moleküle und durch ihre aktiven Gruppen bedingt sind. Dadurch wird die durch das Molgewicht zugrunde gelegte Beziehung vollkommen verwischt.

Trägt man die nach der Adsorption erhaltenen Refraktionswerte auf einen Diagramm (Fig. 1) auf, dann erhält man die erwähnte Kurve. Eine zweckmäßigere und genauere Darstellung bekommt man, wenn man direkt die Refraktionsdifferenzen über den Konzentrationen aufträgt (Fig. 2). Diese Kurven erreichen bei ungefähr 50% Benzolkonzentration ihren Nulldpunkt und streben dann wieder dem Nullpunkt zu, den sie bei 100% Krätzen, denn mit abnehmender Lösungsmittelkonzentration nimmt die Refraktionsdifferenz wie schon erwähnt ab und beim Zugabe des reinen Sorbats ist sie gleich Null. Nach dem beschriebenen Verfahren umgerechnet, erhält man aus diesen Werten die eigentliche Adsorptionisotherme (Fig. 3). Die Isothermen beginnen als Tangente zur Nulllinie und biegen dann ab, um bei einer Konzentration von etwa 50% in die Gerade rechts einzubünden. In den niedrigen Konzentrationen wird also fast das gesamte Benzol adsorbiert und mit wachsender Konzentration steuert die Adsorption dem Nulldpunkt zu, den sie bei ungefähr 50% Konzentration erreicht. Dies zeigt

sehr anschaulich das Diagramm Nr. 4, auf dem über der Konzentration die % adsorbiertes Benzol aufgetragen sind. Vergleicht man andererseits die adsorbierten Mengen Benzol bei steigenden Mengen Adsorptionsmittel, so erhält man den Einfluss der Restkonzentration (Dgr.5). In den niederen Konzentrationen werden die durch neu hinzugekommenes Adsorptionsmittel adsorbierten Einzelbeträge immer kleiner, weil die verbleibende Restkonzentration zu gering ist. Es wird z.B. aus der 15igen Lösung durch 25 g Kieselgel nur doppelt soviel adsorbiert, wie durch 9 g. Mit wachsender Konzentration werden aber die Einzelbeträge mehr und mehr übereinstimmend, da das Gleichgewicht infolge der verbleibenden hohen Restkonzentration durch die einzelnen Adsorptionen kaum noch gestört wird. Es ergibt sich also daraus, dass bei niederen Konzentrationen der durch Zugabe weiteren Adsorptionsmittels erzielte Wirkungsgrad nur unwesentlich besser wird und dass es bei Zugabe von noch so viel Adsorptionsmittel unmöglich ist, das Benzol restlos zu adsorbieren, weil immer ein Gleichgewicht zwischen Adsorptionsmittel und Lösung bestehen bleibt.

Vergleich der Adsorptionsmittel

Die vorrangigste Aufgabe war man zuerst die Prüfung der verschiedenen Adsorptionsmittel auf Adsorptionskraft und Wirkung. Um eine Vergleichsgrundlage zu haben, wurde das Verhältnis von 25 g Adsorptionsmittel zu 50 ccm Lösung, d.h. 1 g auf 2 ccm beibehalten, mit Ausnahme der Aktivkohle, die so voluminös ist, dass zu 50 ccm nur 10 gegeben werden können. Um die Vergleichsmöglichkeit herzustellen, wurden die Werte, unter Berücksichtigung des vorerwähnten Einflusses der Restkonzentration, auf das Verhältnis 1 g auf 2 ccm umgerechnet (Dgr.6). Geprüft wurden die in Frage kommenden Adsorptionsmittel mit Ausnahme der von vornherein ausscheidenden, ausgesprochen schwachen Adsorptionsmittel (Reihe 6-15). Es zeigte sich, dass das Kieselgel mit 3 ccm aus 100 ccm Lösung an 50 g Gel an der Spitze

steht, dann folgt die Aktivkohle mit ca. 7,2 ccm und in weitem Abstand das Aluminiumoxyd nach Brockmann mit ca. 1,2 ccm und die Bleicherde (Merck) mit etwa 0,7 ccm (Dgr.7). Die anderen Adsorptionmittel wie z.B. Einkoxyd, Magnesiumoxyd, Kieselsäure, Kalziumkarbonat, Kryolith sowie Portlandzement ergaben überhaupt keine messbare Veränderung der Refraktion und damit der Konzentration. Es zeigt sich also, dass nur die stärksten Adsorptionmittel merkliche Mengen Benzol adsorbieren, während die anderen, für hochmolekulare Stoffe oft gut geeigneten Adsorptionmittel, vollkommen auscheiden. Selbst das als hochwirksam bekannte Aluminiumoxyd nach Brockmann und Bleicherde treten in den Hintergrund gegenüber dem weit überlegenen Kieselgel und der Aktivkohle. Wie die späteren Messreihen gezeigt haben, sind sich bei Berücksichtigung der unvermeidlichen Qualitätschwankungen beide ungefähr gleichwertig.

Vergleich der verschiedenen Kohlenwasserstoffe.

Um später Aussagen über Wahrscheinlichkeit und Möglichkeiten von Trennungen machen zu können, erschien es zunächst notwendig, sowohl mit den verschiedenen Haupttypen der Kohlenwasserstoffe wie auch mit ihren Homologen Messreihen durchzuführen. Nach den vorangegangenen Messungen mit Benzol wurden deshalb zuerst Messreihen mit

Benzol, Toluol, Xylol

durchgeführt, um auf diese Weise den Einfluss der CH_3 -Gruppe bei gleicher Zahl der Doppelbindungen festzustellen. Grundsätzlich wurde das Benzol bei allen Messreihen trotz bekannter Isotherme immer wieder mitgezogen, um dadurch einen Richtwert zu haben und Fehlerresultate durch Schwankungen in der Adsorptionskraft der Sorbentien auszuschalten. Die Adsorption der Benzolhomologen an Kieselgel anodrig (Messreihe 16-18, Dgr.8) ergab für alle 3 Stoffe dasselbe Ergebnis, d.h. es wurde stets die gleiche Menge ccm adsorbiert. Die auftretenden Streuungen sind regellos und lassen keine Deutung über ein verschiedenes Verhalten zu. Ganz

andere die Aktivkohle (Messreihe 19-21, Sgr. 9). Hier ist eine eindeutige Steigerung von Benzol über das Toluol zum Xylol zu beobachten und zwar beim Toluol um ungefähr 25% und beim Xylol um etwa 50% gegenüber dem Benzol. Obwohl also Kieselgel offensichtlich nicht auf gesättigte Seitenketten anspricht, ist dies bei der Aktivkohle in hohem Maße der Fall. Die Benzolvergleichs Isotherme liegt hier infolge der Verwendung einer neuen Kieselgallieferung scheinbarer Adsorptionskraft unter der mit Aktivkohle erzielten. Diese Messreihen mit Aluminiumoxyd und Bleicherde (Nr. 22-27) ergaben analog dem Kieselgel keine Selektivität. Da die mit diesen beiden Adsorptionsmitteln erzielten Resultate gegenüber dem Kieselgel und der Aktivkohle vollkommen in den Hintergrund treten und die spezifischen Eigenschaften, wie laufende Kontrollversuche ergeben haben, denselben Gesetzmäßigkeiten wie das Kieselgel entsprechen, wurde die Fortführung dieser Isothermen teilweise fallen gelassen.

Um den Einfluss einer ungesättigten Seitenkette festzustellen, wurde noch eine Messreihe mit

Styrol

angegliedert. Trotz größter Sorgfalt waren jedoch, wahrscheinlich infolge von Polymerisationserscheinungen, keine konstanten Werte zu erzielen, sodass sie hier auch nicht aufgenommen wurden. Trotzdem liess sich eindeutig feststellen, dass sowohl bei der Adsorption an Kieselgel wie an Aktivkohle gegenüber den zuvor gemessenen Benzolhomologen eine wesentliche Steigerung der Adsorption zu verzeichnen war.

Da in der Literatur öfters die Ansicht vertreten wird, dass mit wachsender Vernetzung des Kieselgels die Selektivität sinkt, wurden die Benzol-, Toluol- und Xylol-Isothermen ausser an engporigen auch an mittelporigen und weitporigen Kieselgel gemessen (Messreihe 28-31, Sgr. 10 u. 11). Das Ergebnis war dasselbe; es war sowohl in getrockneten wie in ungetrocknetem Zustand bei diesen Benzolhomologen keiner-

bei Selektivität festzustellen.

Die nächsten Messreihen (Nr. 52-59) befassten sich mit dem Einflusse der Zahl der Doppelbindungen durch Messung der Isothermen für

Benzol, Toluol, Tetralin und Naphthalin.

Das Diagramm Nr. 13 zeigt die Ergebnisse bei Verwendung von Kieselgel anporig, die dahin zusammengefasst werden können, dass Toluol überhaupt nicht adsorbiert wird und dass Tetralin nur unwesentlich mehr als Benzol. Infolge der geringen Benzollöslichkeit des Naphthalins konnte die Isotherme nur in ihrem Anfang gemessen werden, was aber zu der Feststellung genügt, dass die gegenüber dem Benzol und Tetralin höhere Werte ausweist. Demgegenüber sind die Aktivkohle-Isothermen (Nr. 15) wesentlich differenzierter. An Toluol wird in einem, wenn auch geringen Masse adsorbiert und gegenüber dem Benzol bringt das Tetralin und Naphthalin noch jeweils eine wesentliche Steigerung. Die Gegenüberstellung der auf gleiche Mengen umgerechneten Aktivkohlewerte mit den Messungen an Kieselgel (Nr. 14) legen die Meinung nahe, dass Kieselgel praktisch nur auf Doppelbindungen anspricht und nicht auf Kohlenstoffatome, während die Aktivkohle sowohl auf Doppelbindungen wie auch auf Kohlenstoffatome reagiert.

Um diese Zusammenhänge nochmals unbehindert von der schlechten Löslichkeit des Naphthalins und bei gleichzeitiger Berücksichtigung der Seitenkette beobachten zu können, würden die Isothermen für

Methylcyclohexan, Toluol u. Methyl-naphthalin

gemessen (Messreihe 66-65, Nr. 15). An Kieselgel ist beim Methyl-naphthalin gegenüber dem Toluol eine, wenn auch verhältnismässig geringe Steigerung um ca. 15% zu beobachten, während an Aktivkohle derselbe Sprung 50% beträgt, dadurch zu erklären, dass sich auch hier die Wirkung der zunehmenden

- 17 -

Zahl der Doppelbindungen und des größeren Moleküle addiert. Dagegen wird das Methylcyclohexen überhaupt nicht selektiv adsorbiert, was ohne weiteres verständlich ist, da hier die für die Adsorption an Kieselgel notwendige Doppelbindung fehlt und auch der Unterschied der Molekülgröße gegenüber dem Lösungsmittel zu gering ist, um mit der Aktivkohle eine selektive Adsorption zu erzielen.

In diesen Zusammenhang gehören auch die Messreihen 66-77, Nr. 16

Cyclohexan, Cyclohexen u. Benzol.

Cyclohexan wird, wie zu erwarten, weder vom Kieselgel noch von der Aktivkohle aus dem Lösungsmittel adsorbiert. Das Verhältnis der adsorbierten Mengen Cyclohexan zu Benzol ist nicht dem Verhältnis von 1 : 3 Doppelbindungen entsprechend, sondern am Kieselgel etwa 2 : 3 und an Aktivkohle etwa 1 : 2. Es wird also auch durch die Ergebnisse der Adsorption die Hypothese gestützt, dass die 3 Doppelbindungen des Benzols etwa eininhalb olefinischen Doppelbindungen gleichzusetzen sind.

Für die nun noch fehlenden Messungen der Paraffinreihe wurden die Isothermen des

Paraffin, Octan und Dodekan

aufgestellt (Messreihe 78-83, Nr. 17). Während man nach den bisherigen Beobachtungen annehmen würde, dass diese hohen Paraffine an Kieselgel nicht adsorbiert werden, tritt noch der seltsame Fall ein, dass die Refraktion nach der Adsorption sogar noch etwas gestiegen ist und somit die Konzentration des hohen Kohlenwasserstoffs zugenommen hat, was mit anderen Worten heissen würde, dass die niederen Paraffine des Lösungsmittels vor den hohen, darin gelösten Paraffin, adsorbiert werden. Der hohe Kohlenwasserstoff wird hier offensichtlich zum Lösungsmittel, was aus der vollkommenen Umkehrung der Isothermenkurve aus der Tatsache ersichtlich ist, dass sie nicht bei Null, sondern bei einem Maximalwert anfängt und bei 100% in die C-Linie einmündet. Die Parallele

zu dieser Erscheinung bilden die interessanten Ergebnisse bei der Prüfung der Lösungsmittel, über die später berichtet wird. Im Gegensatz dazu ist die Adsorption an Aktivkohle sehr hoch und es bestätigt sich wieder die Beobachtung, dass die Aktivkohle auf die Molekülgröße anspricht. Der Unterschied von 2 C-Atomen zwischen dem Ötadekan und Cetan ist zu gering, als dass er deutlich in Erscheinung treten könnte. Beide werden ungefähr gleich stark adsorbiert und die Isotherme deckt sich ziemlich mit der des Benzols. Dagegen ist zum Kocokan hin ein deutlicher Abstieg zu beobachten.

Man interessiert vor allem noch die Gegenüberstellung der Isothermen eines höheren Paraffins und des entsprechenden Olefins, wofür

Cetan und Octen

verwendet wurden (Messreihe 84-85). Wie das Diagramm Nr. 18 zeigt, ist bei diesen grossen Molekülen die Aktivkohle in ihrem Wirkungsgrad weit überlegen, denn sie adsorbiert mehr als das Doppelte des Kieselgels. Nicht nur das Cyclohexan als Olefin kleinerer Molekülgrösse zum Vergleich heranziehen, dann kann man feststellen, dass beim Kieselgel bei gleicher Zahl der Doppelbindungen und wachsendem Molekül die Adsorption abzunehmen scheint, während bei der Aktivkohle sich beide Effekte addieren und zu einem weit günstigeren Wert führen.

Stellt man die besprochenen Isothermen einander auf einem Diagramm gegenüber, dann ergibt sich beim Kieselgel (Fig. 19) die Tatsache, dass die Stoffe ohne Doppelbindung nicht selektiv adsorbiert werden. Von den Stoffen mit Doppelbindungen hat das langkettige Cetan die geringste Adsorptionsaffinität. Dies ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass der offensichtlich für die verschiedenen Typen konstante Wert der Adsorptionsaffinität der Doppelbindung herabgesetzt wird, und zwar, wie die Versuche mit den n-Paraffinen gezeigt

haben, durch den entgegengesetzten Einfluss der langen Kette. Dann folgt Cyclohexen, entsprechend seinen kleineren Molekül stärker adsorbiert, und zum Benzol und seinen Homologen in dem Verhältnis 2 : 3 stehend. Mit der Benzoliso-thermen fallen auch die für das Toluol und Xylol zusammen und auch zum Tetralin ist der Unterschied so gering, dass er praktisch gleich Null gesetzt werden kann. Es bestätigt sich also immer wieder, dass beim Kieselgel nur die Doppelbindungen für das Mass der Adsorption entscheidend sind und dass Seitenketten und anhängende gesättigte Ringe eher von entgegengesetzten Einfluss sind. Ikonstante reichend ist die Adsorption beim Naphthalin und Methyl-naphthalin infolge der vermehrten Doppelbindungen grösser, allerdings nur um einen verhältnismässig geringen Betrag. Dies mag damit zusammenhängen, dass der steigende Effekt der hinzugekommenen Doppelbindungen durch den hemmenden Einfluss des grösseren Moleküls wieder zum Teil aufgehoben wird.

Demgegenüber zeigt die Gegenüberstellung der Aktivkohle gerechneten Isothermen (Sgr. 20) eine viel feinere Differenzierung, indem erstens auch die gesättigten Kohlenwasserstoffe eintrifft werden und insgesamt ein viel höherer Anstieg zu verzeichnen ist. Während z.B. beim Benzol die Aktivkohle noch ungefähr denselben Wirkungseffekt wie das Kieselgel besitzt, wächst er bis zum Methyl-naphthalin auf ungefähr den doppelten Wert des Kieselgels an. In einzelnen ergibt sich, dass nur das Cyclohexan und Methylcyclohexan nicht messbar adsorbiert werden, was, wie schon angedeutet, darauf zurückzuführen sein dürfte, dass ihre Molekülgrösse in Bereich der als Lösungsmittel verwendeten Benzinkohlenwasserstoffe liegt, sodass ein Adsorptionsgefälle fehlt. Dieses zeigt sich erst beim Tetralin. Vergleicht man diesen gesättigten Kohlenwasserstoff mit dem n-Tetralin Kodelkan, so fällt die im Hinblick auf das geringe Mehr an zwei C-Atomen auf das Doppelte gesteigerte Adsorption auf. Mehrschwerflich spielt hier die

Molekülform eine Rolle, indem vielleicht diese Kettenmoleküle nur mit einem Ende an Adsorptionsmittel sitzen und so eine größere Anzahl Platz haben, als bei den gedrungenen Ringkohlenwasserstoffen. Weiter zeigt sich, dass mit wachsender Kohlenstoffzahl die Bedeutung der elementaren Doppelbindung gegenüber dem Einfluss der Molekülgröße vollkommen in den Hintergrund tritt, denn Octan und Decan werden praktisch gleich stark adsorbiert. Bei den Benzolhomologen Toluol und Xylol zeigt sich wieder die schon besprochene Steigerung der Adsorption durch das wachsende Molekül, wobei sich auch das Tetralin einreicht, indem es mit seinen 4 zusätzlichen Kohlenstoffatomen über dem Xylol steht. Die weitere Zunahme der Doppelbindungen beim Methylnaphthalin bringt wieder die erwartete Steigerung der Adsorption.

Zieht man diese Ergebnisse zu einer Beurteilung der Trennungsmöglichkeiten heran, was trotz gegenteiliger Ansicht in der Literatur wie unsere späteren Trennungsvorversuche gezeigt haben, mit voller Berechtigung getan werden kann, so ergeben sich in Grossen folgende Gesichtspunkte: Das Kieselgel dürfte sich bevorzugt zur Trennung von gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen eignen, denn es bietet das denkbar grösste Adsorptionsvermögen, indem die gesättigten überhaupt nicht selektiv adsorbiert werden. Für die Fälle dagegen, wo es darauf ankommt, einen durch Seitenketten und andere gesättigte Gruppen oder durch die Molekülgröße bedingten Trennungseffekt zu erzielen, wird die Aktivkohle das geeignete Adsorptionsmittel sein. Weiterhin dürfte die Aktivkohle die Trennung von höheren und niederen Paraffinen ermöglichen. Nicht einzuwenden wird sie sich nach dem Bisherigen zur Trennung von höheren Olefinen und Paraffinen, denn beide werden ungefähr gleich stark adsorbiert. Aktivkohle und Kieselgel ergänzen sich also in ihren selektiven Eigenschaften.

Auf den einzelnen Fall angewandt, ergeben sich aus diesen

Gesetzmäßigkeiten folgende Möglichkeiten:
 Die Trennung von Benzol und Cyclohexan muss möglich sein und zwar sowohl mit Kieselgel wie auch mit Aktivkohle, denn von beiden wird das Benzol ungefähr gleich stark adsorbiert, und das Cyclohexan überhaupt nicht. Die Trennung Cyclohexan-Cyclohexan wird zweckmäßiger an Kieselgel erfolgen, da hier das grössere Gefälle besteht. Andererseits dürfte sich aus demselben Grund für die Trennung Benzol-Cyclohexan die Aktivkohle besser eignen. Eine Trennungsmöglichkeit der Benzolhomologen bietet nur die Aktivkohle. Auch Naphthalin-Kohlenwasserstoffe werden von Benzol und seinen Homologen am besten durch Aktivkohle zu trennen sein. Für die Trennung von Octan und Octen wie überhaupt der höheren n-Paraffine und ihrer Olefine kommt nur das Kieselgel in Frage. Für die Trennung der Paraffinkohlenwasserstoffe untereinander bietet dagegen nur die Aktivkohle die nötigen Voraussetzungen.

Der Einfluss der Korngröße

Die Adsorption ist bekanntlich eine Oberflächenreaktion, wobei die Adsorptionskraft eines Stoffes in direktem Zusammenhang mit der Größe seiner Oberfläche steht. Deshalb kam bei dem Bestreben, höchstwirksame Adsorptionsmittel zu finden, der Prüfung des Einflusses der Korngröße des Adsorptionsmittels eine besondere Bedeutung zu. Dies galt vor allem für das Kieselgel, das in ziemlich grobkörniger Form angeliefert und vor dem Gebrauch gemahlen werden muss. Für diesen Zweck wurde eine Kugelmühle verwendet und das Mahlgut 24 Stunden bis zur Erreichung eines ausserordentlich hohen Feinheitsgrades gemahlen. Um eine stets möglichst gleichbleibende Qualität zu erzielen, wurden diese Bedingungen, wie z.B. gleiche Mahlauer bei gleicher Drehzahl und Kugelsahl konstant eingehalten. Statt dessen wurde jetzt

ein grosser Mezent nur unvollständig gemahlen und mittels eines DIN-Siebsetzes in 8 verschiedene Korngrössen geteilt und zwar:

- | | |
|-----|------------------------|
| 1.) | grösser als 16 Maschen |
| 2.) | 16 - 25 Maschen |
| 3.) | 25 - 144 " |
| 4.) | 144 - 900 " |
| 5.) | 900 - 1600 " |
| 6.) | 1600 - 2500 " |
| 7.) | 2500 - 4900 " |
| 8.) | kleiner als 4900 " |

Um gleichzeitig den Einfluss des normalen Feuchtigkeitsgehaltes feststellen zu können, wurden mit diesen 8 verschiedenen Korngrössen sowohl in ungetrocknetem wie in getrocknetem Zustand Messreihen durchgeführt (Nr. 86-101). Als Sorbat diente wieder Benzol in Petroläther. Das einigermassen überraschende Ergebnis war, dass die Korngrösse des Kieselgels überhaupt keinen Einfluss auf die adsorbierte Menge hat, denn bei allen 8 Korngrössen war die Adsorption im Endeffekt gleich. Der einzige Unterschied bestand darin, dass die feinkörnigen Mahlungen praktisch sofort den endgültigen Wert zeigten, während es bei den groben Körnungen eine gewisse Zeit dauerte, bis sich nach anfänglich niedrigeren Werten das Gleichgewicht und damit der höchste Wert eingestellt hatte. Die Erklärung für dieses Ergebnis ist darin zu suchen, dass die, obwohl sehr bedeutende, durch Mahlung erreichte Oberflächenvergrösserung überhaupt keine Rolle spielt im Vergleich zu der aus ein Vielfaches grösseren inneren Oberfläche des Kieselgels. Dies kann man sich sehr gut veranschaulichen, wenn man sich vergegenwärtigt, dass selbst feinstpulvrige Adsorptionsmittel, wie z.B. Magnesiumoxyd und Zinkoxyd, denen diese innere Oberfläche fehlt, im Vergleich zu Kieselgel und Aktivkohle überhaupt keine nennenswerte Adsorptionskraft besitzen. Die verschiedene Zeitdauer bis zur Einstellung des Gleichgewichts dürfte darauf zurückzuführen sein, dass zuerst die aus angrenzende in das Gaskorn eindringt, wo dann

das Benzol durch Adsorption aus der Lösung entfernt wird, sodass man in den Poren sich eine Lösung niedrigerer Konzentration befindet. Die Wiederherstellung der Benzolkonzentration der Umgebung findet nunmehr durch Diffusion statt, ein Vorgang, der natürlich umso länger dauert, je größer das Gelkorn ist. Während also die endgültige Einstellung des Gleichgewichts bei dem feinkörnigen Kieselgel eine Augenblicksreaktion ist, beansprucht sie mit zunehmender Korngröße mehr Zeit, jedoch, wie die Versuche gezeigt haben, auch bei der größten angedachten Körnung, nicht mehr als 15 Minuten. Interessant an diesen Messreihen ist deshalb in erster Linie der Zusammenhang zwischen der Einstellzeit des Gleichgewichts und der Korngröße. Zu diesem Zweck wurden von dem Ansatz 3 Messungen durchgeführt und zwar nach etwa 5 Minuten, nach 10 Minuten und nach 15 Minuten. Bei den Messungen nach 15 Minuten ergab sich die erwähnte Übereinstimmung der Adsorption, nach 10 Minuten war diese noch nicht vollständig und bei den Messungen nach 5 Minuten liess sich dieser Zusammenhang der Einstellzeit und der Korngröße graphisch anschaulich erfassen. Die Darstellung erfolgte in einem dreidimensionalen Diagramm (Bgr. 21 u. 22) dessen dritte, die räumliche Achse, die Korngröße anzeigt, während auf der Abszisse wie üblich die dem adsorbierten Vorkat in Abhängigkeit von der Konzentration aufgetragen werden. Das Diagramm zeigt, dass die 4 feinsten Körnungen bereits nach 5 Minuten des Höchstwert erreicht haben, während die 4 grösseren Sorten in verschiedenen Stadien der Gleichgewichtseinstellung erfasst wurden. Dieses Bild ergibt sich sowohl bei der Messreihe mit getrocknetem Kieselgel (Bgr. 21) wie mit ungetrocknetem (Bgr. 22). Das Diagramm Nr. 23 zeigt die Gegenüberstellung der nach 5 Minuten gemessenen Isothermen der feinsten Sorte sowohl des getrockneten wie auch des ungetrockneten Gels. Die Tatsache, dass der Sprung zwischen der groben und feinen Körnung beim trockenen Gel grösser ist

als beim ungetrockneten, dürfte sich dadurch erklären, dass das weniger aufnahmefähige, ungetrocknete Gel, auch schneller sein Gleichgewicht erreicht. Das Ergebnis dieser Versuchsreihen, angewandt auf unsere Arbeiten, ist der Nachweis, dass die Korngröße des Kieselgels auch bei kurzer Einstellzeit von einem bestimmten Feinheitegrad ab, der bei unserer Mahlmethode weit unterschritten wird, keine Rolle mehr spielt. Die bisherige Mahlweise kann deshalb beibehalten werden.

Der Einfluss des Lösungsmittels

Das Mass des an einem Adsorptionsmittel aus flüssiger Phase adsorbierten Stoffes kann als ein Differenzbetrag angesehen werden, der sich einerseits aus der Adsorptionsaffinität des betreffenden Stoffes und andererseits aus der Eigenadsorption des Lösungsmittels ergibt. Diese, im besten mit Adsorptionsgefälle bezeichnete Erscheinung ist die Grundlage der selektiven Adsorption und die Steigerung dieses Gefälles eine Hauptaufgabe unserer Untersuchungen. Von der Seite des zu adsorbierenden Stoffes ist dies unmöglich, weil seine Adsorptionsaffinität ein feststehender Wert ist. Anders beim Lösungsmittel, das nach dem Gesichtspunkt geringster Eigenadsorption ausgewählt werden kann. Von der Traubsehen Regel ausgehend, dass mit wachsender Molekülgröße auch die Adsorptionsneigung wächst, waren wir zuerst der allgemeinen Ansicht, dass je niedriger die Kohlenstoffzahl der als Lösungsmittel verwendeten Kohlenwasserstoffe, desto geringer auch seine Eigenadsorption und damit umso grösser das Adsorptionsgefälle zu dem adsorbierten Stoff ist. Deshalb verwendeten wir für die ersten Messserien trotz der durch den niedrigen Siedepunkt auftretenden Schwierigkeiten möglichst flüchtige Petrolätherfraktionen zwischen 30 und 60°C. Um nun den tatsächlichen Einfluss der Molekülgröße des Lösungsmittels festzustellen, führten wir Vergleichsmessungen durch (Messreihe 102-113), indem wir

neben Petroläther noch eine Reihe anderer Kohlenwasserstoffgemische und auch reiner Kohlenwasserstoffe als Lösungsmittel verwendeten. In einzelnen waren es Pentan (für Thermoatur), Cyclohexan, Normalhexan, Heptan, Iso-Öktan (2,2,4 - Trimethylpentan) und Octan, somit wir also von Pentan mit dem Siedepunkt ca. 30°C bis zum Octan mit 257°C Siedetemperatur einen denkbar weiten Rahmen geegnet hatten. Als Sorbat wählten wir wieder Benzol und als Adsorptionsmittel Kieselsigel und Aktivkohle. Mit Aluminiumoxyd und Bleicherde ließen sich diese Messungen nicht durchführen, weil die auftretenden feinen Unterschiede vollkommen in den Schwankungen der Messungen verschwinden. Um jegliche Fehlerquellen durch wechselnde Beschaffenheit der Adsorptionsmittel, verursacht durch das Öffnen der Vorverschlöschen, auszuschalten, wurden die einzelnen Versuchsergebnisse nicht hintereinander durchgeführt, sondern nebeneinander.

Das Ergebnis ist in den Diagrammen Nr. 24 und 25 deutlich dargestellt und war für uns ausserordentlich überraschend, denn es zeigte sich, dass am Kieselsigel die Adsorption mit zunehmender Kohlenstoffzahl des Lösungsmittels nicht wie erwartet abnahm, sondern zunahm. Und zwar handelt es sich dabei um sehr wesentliche Beiträge, denn wie das Diagramm zeigt, ist die Adsorption aus Octan mehr als einsechshalb mal so gross, wie aus dem Pentan. Dabei zeigt sich bei den C_6 -Kohlenwasserstoffen ein klarer, querschnittlicher Zusammenhang zwischen Kohlenstoffzahl und adsorbierter Menge, indem sich bei allen Messungen deutlich der Anstieg von Pentan über das Heptan zum Octan feststellen lässt, wobei sich auch das Normalhexan richtig einordnet. Aus der Tatsache, dass das Cyclohexan eine Sonderstellung einnimmt, indem es unter dem Octan steht, dürfte zu schliessen sein, dass wahrscheinlich beim Cyclohexan infolge seiner Ringstruktur ein höherer Siedepunktzustand vorliegt, der sich in einer höheren Adsorption auswirkt. Auch die verhältnissmässig hohe Refraktions-

des Cyclohexan deutet darauf hin, Ähnlich, nur nicht so deutlich, ist es beim Iso-Öktan, das sich dicht vor dem Heptan einreicht. Hier kann man eine Parallele in dem Vergleich der Siedepunkte aufstellen, die mit 98°C beim Heptan und 99°C beim Iso-Öktan beide ebenfalls praktisch gleich sind.

Genau umgekehrt liegen die Verhältnisse bei der Aktivkohle. Hier nimmt, wie das Diagramm Nr. 25 zeigt, die Adsorption aus den n-Paraffinen mit wachsender Kohlenstoffzahl ab und zwar sehr stark, sodass sie beim Octan nicht viel mehr als die Hälfte der Adsorption aus dem Pentan beträgt. Das Normalbenzin ordnet sich dementsprechend wieder vor dem Heptan ein. Das Cyclohexan nimmt wieder dieselbe Sonderstellung ein, indem es auch diesmal vor dem Pentan steht. Die Hypothese der Beeinflussung durch einen höheren Spannungszustand des Cyclohexan lässt sich allerdings hier nicht anwenden, denn dann müsste das Cyclohexan ja ebenfalls wieder eine größere Eigenadsorption haben, was jedoch nicht der Fall ist. Eine Erklärung wäre vielleicht darin zu suchen, dass man der Aktivkohle eine besondere Wirkung zur Adsorption von Kettenkohlenwasserstoffen zuschreibt, eine Annahme, die sich auch durch die früheren Versuchsresultate stützen lässt, wo sich gezeigt hat, dass Endozon von Aktivkohle doppelt so stark adsorbiert wird, als das mit ihm vergleichbare Dekalin. Das Iso-Öktan jedoch nimmt eine ganz abseitige Sonderstellung ein, indem es die geringste Eigenadsorption an Aktivkohle zeigt und sich damit als bisher bestgeeignetes Lösungsmittel für die Adsorption an Aktivkohle erweist.

Während also die bei der Adsorption an Aktivkohle gemachten Beobachtungen der Ansicht recht geben, dass die Eigenadsorption der Lösungsmittel mit steigender Kohlenstoffzahl wächst, stimmt für die bei der Adsorption an Kieselgel festgestellten Zusammenhänge zunächst jede Erklärung. Da wir uns nicht vorstellen konnten, dass hier die geltenden Gesetze

Mächtigkeiten in das Gegenteil umgekehrt werden können, suchten wir die Ursache zuerst in irgendwelchen Systemfehlern. Wir glaubten auch, in der folgenden Überlegung eine Erklärung gefunden zu haben: Bei der Adsorption an feingporigen Adsorptionsmitteln kommt, wie in der Literatur verschiedentlich berichtet wird, gewöhnlich der Fall vor, dass die zu adsorbierenden Moleküle zu gross sind, um in das enge Porensystem zu gelangen, sodass die Adsorption trotz hoher Adsorptionsaffinität des Sorbats und hoher Adsorptionskraft des Adsorptionsmittels wider Erwarten gering ist. Wenn man auch die hier verwendeten Kohlenwasserstoffe noch nicht zu den grossen Molekülen zählbar, so ist im Hinblick auf das verwendete, ausserst engporige Kieselsol, dieser Fall doch denkbar, wenn mehr, als dadurch die ganzen unerklärlichen Erscheinungen ihre Lösung finden würden. Den Fall annehmen, dass die verwendeten Kohlenwasserstoffmoleküle tatsächlich zu gross sind, um in das Innere des gesamten Porensystems zu gelangen und dort adsorbiert zu werden, dann kann man sich ohne weiteres vorstellen, dass man an ihrer Stelle umso eher von den kleinen Benzolmolekülen eindringen. Bei der berechtigten Annahme verschiedener grösser Poren liess sich damit auch die Gesetzmässigkeit der Reihenfolge Pentan, Heptan und Octan erklären.

Zur Nachprüfung dieser Hypothese führten wir nun nochmals dieselben Vergleichsreihen durch (Nr. 115, 116, 114), wobei wir anstelle des zuerst verwendeten engporigen Gels die weitporigste Sorte verwendeten. Hier hätte sich zeigen müssen, ob es sich bei dieser Versuchsreihe um eine nur durch die Porengrösse bedingte Umkehrung der geltenden Gesetzmässigkeiten handelte, jedoch das Ergebnis war dasselbe, wie beim engporigen Kieselsol (Nr. 76).

Die oft vertretene Ansicht, dass man aus niedrigsiedenden Benzinen bessere Adsorptionsergebnisse als aus den höher siedenden erzielt, dürfte, abgesehen von der Aktivkohle,

wo sie zu Recht besteht, ihre wirkliche Ursache in folgenden haben: Sie in Laboratorien üblichem Soudine sind wohl durch Raffination weitgehendst von Glycerinen gereinigt, enthalten aber je nach Herkunft einen oft noch beträchtlichen Anteil Aromaten, die erst, wie schon beschrieben, durch Behandlung mit Rattwinkelsäure beim. mit Glycerin daraus zu entfernen sind. Diese aromatischen Kohlenwasserstoffe werden natürlich bevorzugt adsorbiert und besetzen so schon einen Teil des Adsorptionsmittels, während sie noch gleichzeitig glühend wirken. Da die Aromaten Siedepunkte von über 80°C haben, können sie in den niedrigsiedenden fraktionierten praktisch nicht, in den höhersiedenden dafür immer mehr vor. Darin dürfte, soweit es sich um die Adsorption an Kieselgel handelt, das unterschiedliche Verhalten, d. h. die bessere Eignung der niederen Fraktionen begrundet sein, nicht aber in der angeblich wechselnden Eigenadsorption der als Adsorptionsmittel verwendeten Kohlenwasserstoffe.

Auf Grund dieser Ergebnisse, die auf zahlreichen, von verschiedenen Seiten angestellten Versuchen beruhen, sehen wir keine Möglichkeit, die Traubenecksaure Regel als allgültig betrachten zu können, denn es hat sich bei der Adsorption an Kieselgel immer wieder gezeigt, dass die Adsorption mit wechselnder Molekülgröße nicht ab-, sondern sogar eindeutig abnimmt. Also, wie eine Bestätigung unserer Beobachtungen glauben wir darin sehen zu können, dass z. B. Stenzel ⁹ für das n-Heptan mit dem Siedepunkt 175°C an Kieselgel dieselbe Benetzungswärme, die für das n-Heptan mit dem Siedepunkt 69°C findet, denn die Benetzungswärme eines Stoffes ist seiner Adsorptionseffizienz proportional. Ebenfalls liegt auch das Verhalten je höherer Oberflächenaktivität bei den n-Paraffinen in derselben Richtung. Nur die Adsorption an Aktivkohle dagegen hat die Traubenecksaure Regel volle Gültigkeit.

Der Einfluss der Temperatur

Da die Adsorption bekanntlich stark temperaturabhängig ist, war die Frage, wie weit sich der Wirkungsvorgang auf diese Weise steigern lässt, für uns von größter Interesse. Die Messreihe (Nr. 117 - 132) führten wir in der bisher beschriebenen Weise durch. Verwendet wurden Benzol-ätherlösungen und als Adsorptionsmittel Kieselgel (langporig), Aktivkohle, Aluminiumoxyd und Silicagel. Zur Ermittlung der Temperaturabhängigkeit wurde zuerst die Refraktion bei 20°C gemessen, zu welchem Zweck die Kälben in einem Thermostat mit dieser Temperatur gehalten wurden. Nach gründlicher Umschüttelung des Kälbeninhalts wurden die Kälben nun in ein Aditbad mit Alkohol-Schmelzdruckhaltung gestellt. Da sich die Adsorptionsmittel sehr schnell absetzt und sich dann das Gleichgewicht wegen dem ständigen Umrühren nicht mehr in dem Maße, wie es der Nachbildung entspricht, einstellen kann, waren die Kälben während der Dauer der Abkühlung mehrmals umgeschüttelt worden. Mit der Inhalt die Badtemperatur abgemessen, dann wird eine Probe zur Messung der Refraktion entnommen. Die selbige Temperatur muss laufend kontrolliert werden. Da das Benzol bei den tiefen Temperaturen schon in niedrigen Konzentrationen auskristallisieren beginnt, haben wir, um trotzdem gültige Schlüsse ziehen zu können, sehr enge Konzentrationsbereiche gewählt.

Die Ergebnisse fanden wir zuerst die Tatsache bestätigt, dass die Adsorption stark temperaturabhängig ist, und zwar nimmt sie mit abnehmender Temperatur linear zu (Fig. 27). Dieser Vorgang ist vollkommen reversibel, d.h. mit Umrührung auf die alte Temperatur stellt sich wieder das ursprüngliche Gleichgewicht und dieselbe Refraktion ein. Die Zunahme der Adsorption mit der Kälte ist bei den einzelnen Adsorptionsmitteln verschieden (Fig. 28). Evident sind den Adsorptionswert bei tiefer Temperatur mit dem bei

Normaltemperatur erhaltenen Wert, dann bekommt man einen Faktor, der offensichtlich für jedes Adsorptionsmittel konstant ist, denn er wiederholt sich bei allen Messungen. Wenn er in den niedrigeren Konzentrationen etwas abfällt, so ist dies wohl darauf zurückzuführen, dass die Konzentration auf ein Minimum gesunken ist. Für Aktivkohle haben wir so den Faktor 1,55 gefunden, für Aktivkohle etwa 1,8 und für Aluminiumoxyd und Eisenoxide ungefähr den Wert 3, d.h. in dem Temperaturbereich zwischen $+ 30^{\circ}$ und $- 70^{\circ}$ nimmt die Adsorption bei der Abkühlung um diese Beträge zu und bei der Erwärmung ab. Die man sieht, stehen diese Faktoren in umgekehrtem Verhältnis zu der Adsorptionskraft des betreffenden Adsorptionsmittels, was wohl damit zu erklären ist, dass bei tiefer Temperatur sämtliche Adsorptionsmittel einen Höchstwert ausstrahlen. Die Erklärung für diese Erscheinung dürfte vielleicht in folgendem Zusammenhang liegen: Der Wirkungsgrad der Adsorption ist stets eine Resultierende aus der Molekularbewegung des Sorbats und der Adsorptionskraft des Adsorptionsmittels. Die Abnahme der Adsorption mit steigender Temperatur ist dadurch zu erklären, dass die Molekularbewegung bei gleichbleibender Adsorptionskraft zunimmt. Dies wird sich natürlich umso stärker auswirken, je geringer die spezifische Adsorptionskraft des Adsorptionsmittels ist, wodurch das Entstehen der beobachteten Verhältniszahlen sich erklären würde. In man bei tiefsten Temperaturen die Molekularbewegung sehr und sehr schwach ist, bleibt die Adsorptionskraft die allein wirkende Kraft, wobei es dann nicht mehr entscheidend sein dürfte, wie stark sie ist. Der einzige Faktor für den Wert der Adsorption wäre dann die Oberfläche des betreffenden Adsorptionsmittels. - Das Ergebnis dieser Messungen für unsere späteren Arbeiten ist die Feststellung, dass der Wirkungsgrad der Adsorption durch Ansetzung tiefer Temperaturlagen wesentlich gesteigert werden kann und zwar insbesondere bei sonst wegen ihrer geringen Adsorptionskraft weniger geeigneten Adsorptionsmitteln.

Damit waren die von Seiten der Adsorptionsmittel, der zu adsorbierenden Stoffe, der Lösungsmittel und der Temperatur bestehenden Fragen geklärt und das Kapitel der Intragadsorption konnte verläufig abgeschlossen werden. Es gilt es, die besonderen Verhältnisse der Kullendadsorption zu prüfen als Vorstufe für die späteren Trennungsversuche.

Die Kullendadsorption

Grundsätzliches

Das Trägerprinzip der Kullendadsorption wird immer die wichtigste Grundlage der selektiven Adsorption bleiben. Während bei der Intragadsorption die zu adsorbierenden Stoffe die aktiven Stellen des Adsorptionmittels im Verhältnis ihrer Adsorptionsaffinität besetzen und sich an diesen Verhältnisse nicht sehr ändern, ist für die Kullendadsorption charakteristisch, dass infolge einer Verschiebung in der Lösungsrichtung wiederholender Adsorptionen und Lutationen die stärker adsorbierbaren Stoffe immer mehr ausbleiben und die weniger stark adsorbierbaren einen Vorrang bekommen, was früher oder später zu einer Selenbildung und damit zu der gesuchten Trennung führt.

Nachdem die Gründe, für diese Arbeit wichtigsten grundsätzlichen Fragen mittels der Intragadsorption geklärt worden, handelt es sich in Folgenden vor allem darum, den unterschiedlichen Wirkungsgrad der beiden Methoden zu ermitteln. Dieser Unterschied muss dadurch entstehen, dass bei der Intragadsorption das beladene Adsorptionmittel mit der Festlösung im Gleichgewicht steht, während bei der Kullendadsorption von oben stets die noch unbeladene adsorbierendes und damit das beladene Adsorptionmittel nur mit der

Anfangskonzentration in Berührung steht. Bei den Vergleichsmessungen ist also die Aufgabe gestellt, unter Anwendung derselben Menge Adsorptionsmittel dieselben oder Lösung durch die Säule zu schicken und dann die adsorbierte Menge zu bestimmen.

Das Verfahren

Anstelle der für die Kohlenadsorption üblichen Adsorptionsröhren mit Kohlfluff verwendeten wir 30 cm lange und ca. 2 cm weite Glasröhren, in die unten mit einem schwerquellbaren Stopfen ein Rohr eingesetzt wurde, der oben ein 5 cm und unten ein 3 cm langes Rohrende hat. Dadurch wurde jeder Hohlraum, der sich mit Flüssigkeitsdampf füllen und die Messungen stören würde, vermieden. Ausserdem war es möglich, mit Überdruck zu arbeiten. Nachdem der Mann eingesetzt war, wurde auf den Stopfen ein kleiner Mattenaussch aufgesetzt und das Rohr in etwa 10 Portionen mit derselben Menge Adsorptionsmittel, wie bei den Eintragversuchen, also 25 g gefüllt. Zum Stopfen des Kieselgels und der Aktivkohle eignete sich am besten nicht der für die üblichen Adsorptionsmittel gebräuchliche Holzstopf mit verdichtetem Ende, sondern ein auf ein Nageostübchen aufgeklebter Korken eines kleinen Parachessners, als das Rohr hatte. Dieser Korken wurde mit einer dünnen Lage Watte umwickelt und damit das sonst unvermeidliche Vorbeigleiten des feinen Gel- und Aktivkohlepulvers vermieden. Oben auf die Säule wurde ein kleiner Tropftrichter für die Aufnahme der Lösung nicht eingesetzt und an eine Druckleitung angeschlossen. Ohne Überdruck ist es unmöglich, die Lösung durch die Kieselgelsäule zu bringen. Wenn in der Literatur öfters von der Anwendung eines Überdruckes abgeraten wird, weil dazu der angeblich die Trennwirkung leiden soll, so glauben wir auf Grund unserer Beobachtungen sagen zu können, dass dies nur s. T. z. trifft. Die Trennwirkung wird nämlich nicht wegen des Überdrucks schlechter, sondern wegen der dadurch entstehenden zu raschen Durchflusgeschwindigkeit. Diese war aber bei unseren Ver-

suchen trotz Berdrucks infolge der dichten Packung nicht schneller als bei den üblichen Trennungen ohne Berdruck. Das untere Ende des Rohrs mündet tief in ein kalibriertes Messgefäß, das wiederum in einen Dewar-Jopf von Verdampfungsverlusten und damit Konzentrationsänderungen steht. Man würde die Lösung aufgeben und der Durchlauf nach je 2 cm refraktometrisch gemessen (Messreihe 152-155). Sobald die gesamte Lösung in die Zelle eingebracht und der Flüssigkeitsspiegel auf die Höhe der Füllhöhe gesunken war, wurde reines Lösungsmittel aufgegeben, um den Betrag der Refraktion messen zu können. Die Refraktionswerte der durchgelaufenen Gem. wurden auf einem Diagramm (Str. 29) aufgetragen.

Parallel zu den Versuchsreihen Nr. 1-9 wurden unter Verwendung von Nieselgel, saugfähig, Aktivkohle, Aluminiumoxyd und Silicaherde die Isothermen für die Adsorption aufgestellt, indem die Adsorption aus verschiedenen konzentrierten Lösungen gemessen wurde. Wie sei te sich, dass der Durchlauf aus reinem Lösungsmittel besteht und dass erst von einem bestimmten Punkt ab der Durchbruch und zugleich der schnelle Anstieg der Kurve zu der Refraktion der Ausgangslösung erfolgt, die nahezu unverändert durchläuft.

Das Nachverfahren

Zur Bestimmung der adsorbierten Menge muss man wissen, aus wieviel cm der Lösung das Rohmat, hier also das Benzol, entnommen wurde. Dies geschieht in der Weise, dass man zu den durchgelaufenen Gem. reines Lösungsmittel den als arithmetisches Mittel aus den verschiedenen Konzentrationen des Kurvenanstiegs errechneten Anteil Lösungsmittel hinzurechnet. Graphisch gesehen handelt es sich also darum, auf dem Diagramm den Bereich des allmählichen Kurvenanstiegs so umzurechnen, dass ein senkrechter Anstieg von der Konzentration 100 zur Konzentration 100 entsteht und damit die Gem. entzogen durchgelaufenen Lösungsmittel abgelesen werden kann. Die so

zur Vermeidung

erhaltene Anzahl von reinem Lösungsmittel steht nun zu der entsprechenden Menge Ausgangslösung in demselben Verhältnis, wie die $\frac{g}{cc}$ Lösungsmittel der Ausgangslösung zu 100. Mit anderen Worten: Laufen von einer 20% Benzol-, 80% Benzollösung n.B. 16 ccn reines Lösungsmittel durch, so entsprechen die 16 ccn 80% der getrennten Menge Ausgangslösung, die somit also 20 ccn beträgt. 20% davon, d.h. 4 ccn, sind demnach die adsorbierte Menge. Durch Messung der Adsorption bei verschiedenen Konzentrationen läßt sich die Isotherme für die Hintragsorption aufstellen.

Vergleich der Hintrag- und Säulenadsorption

Zum Vergleich der beiden Methoden werden die Adsorptionsisothermen für je 25 g Kieselgel, Aktivkohle, Aluminiumoxyd und Bleicherde und 50ccm Lösung bei Normaltemperatur herangezogen (Nomenclature Nr. 132.195) (Sgr. 30). Wie sich aus dem Vergleich der beiden, mit den verschiedenen Verfahren erhaltenen Isothermen, ergibt, steigt die Isotherme der Säulenadsorption steiler an (Sgr. 31), kündigt aber mit Erreichen des Sättigungswertes in die Isotherme der Hintragsorption ein. Der höhere Anstieg der Säulenisotherme ist darin begründet, dass sich, wie schon erwähnt, hier das Gleichgewicht in Berührung mit der Anfangskonzentration ausbildet, und bei der Hintragsorption mit der niedrigeren Restkonzentration. Da aber mit zunehmender Konzentration der Unterschied zwischen der Restkonzentration und Anfangskonzentration immer geringer wird, weil, wie aus Diagramm Nr. 4 zeigte, die $\frac{g}{cc}$ adsorbiertes Benzol mit zunehmender Konzentration immer mehr abnehmen, wird der Wirkungsgrad der beiden Verfahren mit Erreichung des Sättigungsgrades praktisch derselbe. Die Form der beiden Isothermen läßt gewisse Rückschlüsse zu. Je mehr sich die Krümmung der Isothermen dem durch die Eichlinie und Sättigungslinie gebildeten Winkel anschmiegt, desto größer ist die Adsorptionsaffinität eines Stoffes. Damit ist nicht die Adsorptionsaffinität, sondern die Differenz zwischen Adsorptionsaffinität

- 35 -

und Eigenadsorption des Lösungsmittels gemeint. Diese Differenz ist für die Adsorption aus flüssiger Phase die allein in Erscheinung tretende Größe, weil der an und für sich absolute Wert der Adsorptionsaffinität immer durch das Lösungsmittel beeinflusst wird.

Skalenadsorption und Lösungsmittel

Nach den überraschenden Ergebnissen bei der Prüfung der Lösungsmittel mittels Eintragsadsorption an Kieselgel war es für uns von besonderem Interesse, festzustellen, ob auch bei der Skalenadsorption diese Steigerung der adsorbierten Menge mit zunehmender Kohlenstoffzahl des Lösungsmittels in demselben Ausmass auftritt. Deshalb wurden unter denselben Bedingungen wie bei der Eintragsadsorption auch mittels der Skalenadsorption Messreihen mit Benzol, Ethylacetat in Pentan, Cyclohexan, Heptan und Octan durchgeführt (Nr. 156-159). Das Ergebnis war dasselbe; mit wachsender Kohlenstoffzahl des Lösungsmittels nahm die Adsorption in dem gleichen Verhältnis wie bei der Eintragsadsorption zu. Das Diagramm Nr. 32 zeigt die Gegenüberstellung der Ergebnisse.

Die Trennung

Die Ergebnisse der Eintragsadsorption haben gezeigt, dass für das adsorptive Verhalten der Kohlenwasserstoffe eine Fülle interessanter Gesetzmäßigkeiten besteht und dass es bei Auswertung dieser Ergebnisse möglich sein muss, die als Aufgabe gestellten Trennungen durchzuführen. Am leichtesten war dies bei dem Stoffpaar Benzol-Cyclohexan gelungen, nachdem das Benzol zu einem relativ hohen Betrag und das Cyclohexan überhaupt nicht messbar adsorbiert wird. Ähnlich, nur nicht so günstig, liegen die Verhältnisse bei der Trennung der höheren Paraffine und Olefine. Weiterhin bestehen für eine Anzahl anderer Kohlenwasserstoffe mehr oder weniger ausgeprägte Unterschiede, die eine Trennung bei entsprechender Anpassung des Verfahrens als möglich erscheinen lassen. Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Ansatzpunkte für jede in Rahmen der Kohlenwasserstoffchemie interessierende Trennung vorhanden sind.

Vorarbeiten

Als Vorstufe zur Durchführung der Trennungen erschien es zweckmässig, eine Messreihe (165-166) mit verschiedenen konzentrierten Kohlenwasserstoffgemischen durchzuführen, um das Verhalten der Mischungen in der Säule zu beobachten. Für diesen Zweck erschien das Stoffpaar Benzol-Cyclohexan am besten geeignet. Zuerst wurde eine Grundlösung von 50 : 50 Vol% Benzol-Cyclohexan hergestellt und durch Verdünnung mit Pentan die entsprechenden Lösungen, um damit parallel zu der Messung der Benzol-Isothermen die Isothermen für das Gemisch aufzustellen. Die Versuchsbedingungen waren zur Gewährleistung einer Vergleichsgrundlage genau dieselben. Die durchgelaufenen Gem. wurden wieder refraktometrisch gemessen und die Messwerte auf einem Diagramm (Br. 33) aufgetragen. Es zeigte sich, dass im Gegensatz zu den Kurven der Benzollösungen, die alle zuerst der Refraktionslinie des reinen Lösungsmittels entgegelaufen, die Gemischkurven

alle in verschiedener Höhe beginnen und zwar, wie wir durch Messung und Ermessung festgestellt haben, mit der Refraktion des Cyclohexan-Pentanlösungsmittelgemisches, das sich ergibt, wenn das Benzol entfernt ist. Die Ursache liegt darin, dass im Fall der Benzollösungen nur das Lösungsmittel durchläuft, während bei der Adsorption der Benzole noch das Cyclohexan hinzukommt und entsprechend den verschiedenen Konzentrationen auch eine unterschiedliche Refraktion bedingt. Damit ist nachgewiesen, dass sich das Cyclohexan vollkommen wie das Lösungsmittel verhält und mit diesem durchläuft, während das Benzol adsorbiert wird. Aus dem Vergleich der Isothermen der reinen Benzol-Petrolätherlösungen und der Benzol-Cyclohexan-Petrolätherlösungen ergibt sich, dass beide praktisch gleich sind (Dgr.31). Die Anwesenheit des Cyclohexan beeinflusst also das Ergebnis nicht, denn die kleinen Unterschiede, die sich beim Vergleich der Lösungsmittel zwischen Pentan und Cyclohexan ergeben haben, können hier nicht in Erscheinung treten, weil in den niedrigen Konzentrationen der Cyclohexananteil zu gering ist und in den hohen Konzentrationen der Unterschied durch die abnehmende Lösungsmitteleigenschaft verwischt wird.

Grundrisslinien zur Trennung

Die oben beschriebenen Versuche stellen bereits eine, wenn auch nur teilweise Trennung dar, denn der Verlauf besteht, wie aus den Refraktionsmessungen hervorgeht und durch Isolierung nachgewiesen wurde, aus reiner Cyclohexan-Pentanlösung. Um davon auszukommen zu der vollständigen Trennung zu gelangen, ist es zuerst notwendig, Klarheit über den Trennungsvorgang und über die Verhältnisse in der Adsorptionsschleife zu bekommen. Als Unterlage soll dafür die Refraktionskurve der 10% Benzol-, 10% Cyclohexan-, 80% Petrolätherlösung (Dgr.34) bei der Adsorption an 25 g Nickelgel als Grundlage dienen, wie die Kurve zeigt, fließen 24 cem reine Cyclohexan-Petrolätherlösung durch, während die entsprechenden 2,45 cem Benzol in der Schleife

festgehalten werden. Diese 24,45 ccm sind der Bereich der vollständigen Trennung, denn man beginnt der Durchbruch des Benzols und über den Bereich von 6 ccm hinweg der rasche Abstieg der Kurve zu der Refraktion der unveränderten Ausgangslösung. Um nun das in der Schale festgehaltene Benzol ebenso fassen zu können, wie das zuerst mit dem Petroläther durchlaufene Cyclohexan, mußte die im Porzenvollglas enthaltene, ungetrennte Lösung, hinausgedrückt werden, was dadurch geschehen kann, dass man reines Lösungsmittel nachschickt. Wenn man der zur Spülung verwendete Petroläther wie ein Kolben vortreten und sich nicht mit der Lösung vermischen würde, wobei von einer Plutionswirkung vermutlich abgesehen werden soll, dürfte nach Durchfluss der der Ausgangslösung entsprechenden Menge keine ungetrennte Lösung mehr in der Schale enthalten sein. Da sich die beiden Flüssigkeiten aber durch Diffusion vermischen, bildet sich eine Mischung aus. Sie ist daran zu erkennen, dass die Refraktion der zuletzt unverändert durchlaufenden Ausgangslösung, ehe in vor Durchfluss der letzten Anteile zu sinken beginnt, in vorliegendem Fall, wie die Kurve zeigt, bei etwa 44 ccm. Will man den Bereich der Mischung ermitteln, dann kann man annehmen, dass Teile der Ausgangslösung ebensozeit zurückbleiben, wie Teile des Petroläthers vorausseilen, sodass die also doppelt soviel ccm beträgt, als die Differenz zwischen der ccm-Zahl vor Absinken der Refraktion und der insgesamt durchlaufenden Lösung ausmacht, wobei man aber berücksichtigen muss, dass von der Ausgangslösung Benzol zurückgehalten wird, sodass in vorliegendem Fall die durchlaufende Lösung keine 90 ccm, sondern $90 - 2,9$ (insgesamt adsorbiertes Benzol) = 47,1 ccm beträgt. Da die Refraktion bei 44 ccm absinkt, ist die Differenz gleich 3 und die Mischung somit ca. 6 ccm. Nun wird das Cyclohexan aber auch adsorbiert, allerdings, wie die Vorversuche gezeigt haben, nicht stärker als der Petroläther. Dieses Cyclohexan ist nun nicht so leicht wie die in den Poren stehende Lösung zu verdrängen, sondern bildet einen, wenn auch unbedeutenden Nachlauf und zwingt dazu, eine flüssigere Mischung,

erfahrungsgemäss etwa doppelt so gross, anzunehmen. Wenn man das Benzol adsorptiv einigermaßen fest gebunden sein würde, so wäre diese Erweichung ohne wesentlichen Einfluss auf die Trennung, denn dann könnte man eben so lange Lösungsmittel zur Spülung durchschicken, bis der gesamte Poreninhalt mitserst dem Cyclohexan der Mischung und der Nachlaufzone hinausgedrückt wäre. Das ist aber nicht möglich, denn, wie die Kurve zeigt, wirkt der mehrfache Petroläther nicht nur als Spülmittel, sondern auch als Extraktionsmittel, denn bei einer reinen Spülwirkung müsste der Kurvenabstieg am Ende der Mischung, also bei etwa 50 ccm beendet sein. So sieht sich aber die Kurve endlos und mit verhältnismässig hohen Refraktionswerten hinaus, ein Beweis dafür, dass es Ende, wenn das reine Lösungsmittel durchläuft, praktisch auch das gesamte Benzol eluiert ist. Mischt man den restlichen Benzolinhalt mit methanolhaltigem (5%) Petroläther, dann werden nur noch geringe Mengen einor selbst, vermutlich durch katalytische Polymerisation aus Benzol entstandenen, höhermolekulären Substanzen, herausgelöst. Der Effekt dieser Trennung besteht also in 22 ccm reiner, 10%iger Cyclohexan-Petrolätherlösung, während das Benzol rein nur in geringen Mengen in den zuletzt durchlaufenden Anteilen des zur Spülung verwendeten Petroläthers enthalten ist.

Entwicklung der Trennungsvorfahren

In dem Bestreben, den Trenneffekt zu verbessern, wurden nun nicht mehr 50 ccm Lösung auf die Säule gegeben, sondern sofort bei Durchbruch des Benzols die noch überstehende Lösung abgepumpt, sodass der durchlaufene, getrennte Lösung, nur noch die in Porenvolumen enthaltene, unveränderte bzw. im unteren Teil unvollständig getrennte Lösung gegenübersteht. So das Porenvolumen für 25 Glaszettel entsprechend %, festgestempft, wie durch Messung festgestellt wurde, etwa 16 ccm beträgt, brauchen nur 22 + 16 = 38 ccm Lösung eingesetzt zu werden, um den Trenneffekt würde 60% betragen, wenn, wie erwähnt, das Benzol nicht nur unvoll-

ständig isoliert werden könnte. Dieser Trenneffekt lässt sich noch steigern, wenn man nur soviel Lösung auf die Skale gibt, als sie zu trennen vermag, und nach deren Einwirken gleich Petroläther nachgibt. Aber abgesehen davon, dass man im Voraus nicht weiss, wieviel die Skale zu adsorbieren vermag, kann bei dieser Arbeitsweise nicht festgestellt werden, wor die zuerst durchlaufende Cyclohexanlösung aufhört und der Petroläther mit eluierten Benzol anfährt, dann es ist kein deutlicher Knick in der Kurve festzustellen.

Da das Haupthindernis einer exakten Trennung die im Perenzvolumen der Skale enthaltene ungetrennte Lösung ist, wurde darin ein Weg gefunden, dass unter die gesättigte Skale eine weitere mit frischem Adsorptionsmittel beschaltete wurde. Durch dieses Stufenverfahren werden die ganzen bisherigen Schwierigkeiten überwunden, die Trennung viel übersichtlicher und mittels Refraktionsmessung kontrollierbar. Jetzt wird solange Ausgangslösung auf die erste Skale gegeben, bis das Benzol anfängt durchzubrechen. Dieser erste Durchlauf besteht, wie gesagt, nur aus reiner Cyclohexan-Petrolätherlösung. Man wird die überstehende Lösung abpipettiert, reines Lösungsmittel aufgegeben und die zweite Skale daruntergeschaltet. Die im Perenzvolumen enthaltene Ausgangslösung wird jetzt in dieser Skale getrennt und gleichzeitig der Einfluss der Nischzone und des Nachlaufs ausgeschaltet. Es läuft nun wieder reine Cyclohexanlösung durch und zwar zuerst die Lösung der Ausgangslösung und dann mit absteigender Konzentration die Cyclohexanlösung der Nischzone und des Nachlaufs. Dieser zweite Durchlauf kann man erstens gegeben werden und enthält insgesamt das ganze Cyclohexan, während in den beiden Skalen das Benzol adsorbiert ist. Auf diese Weise ist also die gesuchte Lösung trennung möglich.

Besondere Beachtung erfordert bei dieser Methode die Berechnung der zweiten Skale, denn wenn sie zu kurz ist,

wird die Trennung unvollständig, während eine saure Säule nur teilweise beladen und das Verhältnis Adsorptionsmittel zur adsorbierten Menge verschlechtert wird. Bei ihrer Berechnung wase man von Porenvolumen der ersten Säule ausgehen. Es beträgt, wie erachtet, in unserem Fall 16 cem und enthält neben der Ausgangslösung im oberen Bereich die teilweise getrennte Lösung unten in der Säule und daneben das adsorbierte Benzol. Der Benzolgehalt, der sich über ca. 6 cem erstreckenden, teilweise getrennten Zone, steigt, wie die Kurve zeigt, in ziemlich gerader Linie von 0 bis 100% an. Somit kann dafür das arithmetische Mittel angenommen und dieser Bereich der Hälfte, also 3 cem Ausgangslösung gleichgesetzt werden. Mit den verbleibenden 10 cem ergeben sich also ca. 13 cem und nach Abzug der adsorbierten 2,9 cem Benzol ungefähr 10 cem Ausgangslösung. Man ist noch zu berücksichtigen, dass von dem nachrückenden Petroläther bereits wieder Benzol eluiert wird, das in der zweiten Säule ebenfalls adsorbiert werden muss, wenn es nicht der Cyclohexanlösung unmittelbar nachrücken muss, sich in einer Mischung noch vermischen soll. Deshalb sei es notwendig, noch eine Schicht einzuberechnen, welche diese Mischung trennt. Dafür sind erfahrungsgemäss 50% mehr anzusetzen. Da die erste Säule mit 25 g bei 24,5 cem Ausgangslösung getränkt hat, würden dem eben berechneten in die zweite Säule gelangenden 10 cem Ausgangslösung eine Gelbfüllung von 10 g + 50%, also 15 g entsprechen.

Die Konzentration der Lösungen

Ebenfalls von Wichtigkeit für das Ergebnis der Trennung ist die Berechnung der für den maximalen Trenneffekt günstigen Konzentration des zu adsorbierenden Stoffes in Lösungsmittel. Im allgemeinen gilt für die Säulensorption, dass mit möglichst geringen Konzentrationen um 1% oder weniger gearbeitet werden soll. Die Begründung dafür liegt darin, dass je geringer die Unterschiede in den Adsorptionsaffinitäten der zu trennenden Stoffe sind, desto mehr Einzeladsorp-

tionen und -elutionen sind notwendig, um den nötigen Ab-
 stand und damit eine Zonenbildung zu erzielen. In unserem
 Fall aber, wo das Cyclohexan bzw. die Paraffine nicht
 selektiv adsorbiert werden, sondern mit dem Lösungsmittel
 durchlaufen, spielt dieser Gesichtspunkt keine Rolle und
 die Anwendung sehr geringer Konzentrationen bedeutet nur
 eine unnötige Verringerung des Wirkungsgrades, denn wäh-
 rend bei der Adsorption der hochmolekularen Stoffe, wie
 sie ja das Hauptgebiet der selektiven Adsorption ausmachen,
 das Kräftegleichgewicht so stark auf die Seite der Adsorp-
 tion verschoben ist, dass die eluierende Wirkung des
 Lösungsmittels keine Rolle spielt, und deshalb trotz n-ed-
 riger Ausgangskonzentration beträchtliche Mengen adsorbiert
 werden, wirkt bei den Kohlenwasserstoffen die Auswasche-
 lung von einem verhältnismäßig niedrigen Beladungsgrad
 ab bereits wieder eluierend. Um nun eine möglichst hohe
 Beladung des Adsorptionmittels zu erzielen, könnte man
 dann solche Konzentrationen wählen, bei denen die Maximal-
 beladung erreicht wird, also ungefähr 50%. In diesem Fall
 ist aber das Verhältnis von adsorbiertem bzw. getrenntem
 und noch gelöstem, ungetrenntem Material, zu ungünstig,
 d.h. es mehr nach der Seite der unveränderten Ausgangs-
 lösung verschoben. Es handelt sich also darum, die Konzen-
 tration zu suchen, bei der eine hohe Beladung einer ver-
 hältnismäßig niedrigen Lösungskonzentration gegenübersteht.
 Dieser Wert lässt sich graphisch dadurch ermitteln, dass
 man auf dem Diagramm Nr. 4 von der Koordinatensachse aus
 einen die Kurve berührenden Kreisbogen beschreibt und von
 dem Berührungspunkt aus ein Lot zur Abszisse fällt. Die
 so ermittelte Konzentration gibt das beste Verhältnis
 zwischen adsorbiertem und nicht adsorbiertem Stoff bei
 gleichzeitig höchstmöglicher Beladung an. Vor dadurch ge-
 währleistetem Ausbeute steht aber nicht ein entsprechender
 Nachteiler an sauberer Trennung gegenüber, weil das nach-
 rückende Lösungsmittel gleich zu stark eluiert. So es des-
 halb sehr auf Trennschärfe ankommt, ohne Rücksicht auf die
 zu verwendende Menge Adsorptionmittel, empfiehlt es sich,

ungefähr den halben Wert dieser Konzentration zu wählen.

Die Trennungen

Mit dem so ausgebildeten Verfahren wurde zuerst die

Trennung Benzol-Cyclohexan

durchgeführt, wobei 35 ccm 10% Benzol-, 10% Cyclohexan- und 55% Petrolätherlösung in zwei Schalen von 25 g und 15 g Kieselgel sumpfig getrennt wurden. 100 g Kieselgel vermag also ca. 10 ccm Benzol selektiv zu adsorbieren und damit 10 ccm Benzol + 10 ccm Cyclohexan zu trennen. - Dann folgte die

Trennung Cyclohexan-Cyclohexan

Wegen der aus der Adsorptionsisothermen ersichtlichen geringeren Adsorptionsaffinität des Cyclohexans wurde eine niedrigere Konzentration von 6% Cyclohexan, 6% Cyclohexan und 88% Petroläther gewählt. Der Durchlauf vor Beginn des Durchbruchs war 16 ccm in der 25 g Schale, sodass die Trennwirkung der Schale, ungerichtet auf Ausgangslösung, 17 ccm beträgt. Der Poreninhalt entspricht, wie bereits gezeigt, 15 ccm Ausgangslösung und abzüglich des adsorbierten Cyclohexans, etwas mehr als 11 ccm Ausgangslösung. Das Verhältnis 11 : 17 entsprechend, muss die zweite Schale etwa $\frac{2}{3}$ so gross und ausgleich der 10% demnach gleich gross sein. Auf diese Weise wurden 32 ccm der genannten Lösung an zwei Schalen mit zusammen 50 g Kieselgel sumpfig getrennt. 100 g Gel vermag also 3,7 ccm Cyclohexan und 3,7 ccm Cyclohexan zu trennen. - Wie dann in Angriff genommene

Trennung Ceten-Ceten

gestaltete sich wesentlich schwieriger. Wegen der geringen Adsorptionsaffinität des Cetan wurde mit einer Lösung aus 2% Cetan, 2% Cetan und 96% Petroläther gearbeitet. Der Durchlauf vor dem Durchbruch betrug 8 ccm, demzufolge wurde zur Trennung des restlichen Poreninhalts eine Schale mit 60 g Gel vorgeschaltet. Der Trenneffekt der beiden Schalen mit

zusammen 89 g Kieselgel, an denen 8 + 12 ccm Lösung getrennt wurden, betrug also 0,4 ccm Octan und 0,4 ccm Octan. -
Insgesamt gestaltete sich die

Trennung Oktadecylen-Oktadecan

dessen Adsorptionsaffinität sich von der des Octan nicht wesentlich unterscheidet.

Da, wie die Ergebnisse der Eintragsadsorption gezeigt haben, mit steigender Kohlenstoffzahl des zu adsorbierenden Stoffes die Adsorptionskraft der Aktivkohle die den Kieselgelen immer mehr übertrifft, wurde versucht, damit bei Octan und Oktadecylen einen besseren Trenneffekt zu erzielen. Es zeigte sich jedoch in Übereinstimmung mit den dann durchgeführten, schon vorne besprochenen Eintragsversuchen, dass wohl eine stärkere Adsorption stattfindet, jedoch ohne einen Trenneffekt zwischen den höheren Olefinen und den dazugehörigen Paraffinen zu ergeben. Vielmehr werden beide gleich stark adsorbiert und es läuft das reine Lösungsmittel durch. Dieses, auf den ersten Blick enttäuschende Erscheinung ist jedoch von grosser Bedeutung für die spätere Trennung von Paraffinhomologen. In vorliegendem Fall wurde sie dazu benutzt, um nach der Abtrennung des Olefins in der Gasküle nun auch das Paraffin in der Aktivkohleabzule trennen, sodass die beiden zu trennenden Stoffe je in einer Schale adsorbiert waren und am Schluss das reine Lösungsmittel durchliess.

Nachdem sich bei den Eintragsversuchen gezeigt hatte, dass bei abnehmenden Temperaturen die Adsorption ganz wesentlich sinkt, wurde die Schalenadsorption auf die Anwendung tiefer Temperaturen, in diesem Fall - 78°C (Kohlensäure-Alkohollösung) umgestellt. Zu diesem Zweck wurden die Schalen in ein Dewar-Gefäss gestellt und die austretende Lösung in einer Kapillarrohr hochgeführt. Das Ergebnis war in Übereinstimmung mit den Eintragsversuchen bei Kieselgel, wo eine durchschnittliche Steigerung auf das 1,5 fache

festgestellt wurde, um etwa 50% besser. Allerdings treten Schwierigkeiten durch Amkristallisation der Lösungen auf und die Tatsache, dass die höheren Kohlenwasserstoffe bereits bei Konzentrationen von 1% und weniger auskristallisieren, verhinderte die Anwendung so tiefer Temperaturen für deren Trennung. In diesem Fall hat sich die Abschwächung der Kochsalzkühlung als zweckmäßig erwiesen.

Nachweis der Trennung

Der exakte Nachweis der Trennung wurde zuerst durch destillative Aufarbeitung der Cyclohexan-Petrolätherlösung des Vorlaufs bzw. der eluierten Benzol-Petrolätherlösung versucht und damit auch bei der Trennung Benzol-Cyclohexan das reine Cyclohexan isoliert. Reine Benzol wurde jedoch nicht die gewünschte Exaktheit erreicht, weil immer noch Spuren des zwischen 30-50°C siedenden Petroläthers zurückgehalten wurden. Andererseits war das rechte Benzol infolge seiner hohen Siedepunkte mit überdestilliert. Da es sich grundsätzlich darum handelte, nachzuweisen, dass in der zuerst aufgearbeiteten Cyclohexanlösung kein Benzol und in der eluierten Benzollösung kein Cyclohexan enthalten war, wurde als zuverlässigste Methode die Behandlung mit Nattwinkelsäure angewandt, durch die bekanntlich alle Ungesättigten und Aromaten aus Paraffinlösungen heraus geholt werden. Zu diesem Zweck wurde von der durchgeläuterten Cyclohexanlösung zuerst die Refraktion gemessen und die Lösung dann mit Nattwinkelsäure in der Sogertarschleuche geschüttelt. Dadurch, dass nachher dieselbe Refraktion abgelesen werden konnte, wurde festgestellt, dass diese Lösung keine Volumenzunahme festzustellen war, was eindeutig nachgewiesenermaßen, dass diese Lösung keinerlei Aromaten enthält. Die benzolhaltige Lösung wurde ihrerseits mit Nattwinkelsäure behandelt und dabei die der adsorbierten Benzolmenge entsprechende Volumenzunahme und als zuverlässigster Beweis, dass kein Cyclohexan darin war, nach der Behandlung die Refraktion des verwendeten Lösungsmittels gemessen. Wenn auch nur geringe Anteile Cyclohexan noch darin enthalten, so könnte diese Übereinstimmung der Refraktion nicht

beobachtet werden. Diese Nachweisemethode wurde dann für die gesamten Trennungen angewandt. Es war damit auch möglich, erstelle des niedrigsiedenden Petroläthers, bei dem Verdunstungsverluste nur schwer zu vermeiden waren, einen homogenen und einheitlichen Kohlenwasserstoff, in unserem Fall Heptan, als Lösungsmittel zu verwenden, was bei der destillativen Trennung natürlich nicht möglich war.

Vergleich der Methoden

Neben der Schmelztrennung haben wir auch Trenversuche mittels der Eintragsadsorption durchgeführt, jedoch mit unbefriedigenden Ergebnissen, denn es wurden damit, entsprechend dem Prinzip der Eintragsadsorption, nur Konzentrationsverschiebungen erzielt. Diese können durch mehrmalige Wiederholung der Adsorption mit dem jeweiligen Konzentrat sehr weit nach der Seite der reinen Stoffe verschoben werden, aber grundsätzlich bleibt immer die Tatsache bestehen, dass das Gleichgewicht zwischen dem Feststoff und der Lösung bestehende Gleichgewicht einer scharfen Trennung im Wege steht. Wir bezweifeln jedoch nicht, dass es möglich ist, in manchen Fällen recht beträchtliche Konzentrationsverschiebungen, wie sie für technische Zwecke oft vollzogen werden, damit zu erzielen. Wenn in der Literatur verschiedentlich über Adsorption an Kohle berichtet wird, so handelt es sich dabei in erster Linie um die Isolierung höhermolekularer, stark adsorbierter Stoffe. - Gegenüber der Eintragsadsorption hat die Schmelzadsorption den unbestreitbaren Vorteil, dass sich hier das Gleichgewicht vollkommen nach der Seite der Adsorption verschieben lässt, denn das Vorbestehen der Lösung an neuen, unbesetzten Sorptionsstellen, bewirkt eine dauernde Konzentrationsabnahme des Feststoffes bis zu seiner völligen Entfernung aus dem Lösungsmittel.

Ausblick

Als ein Ergebnis unserer Arbeiten steht für uns fest, dass mittels der selektiven Adsorption auf dem Gebiet der Kohlen-

Wasserstofftrennung ebenso überraschende Ergebnisse erzielt werden können, wie sie im Bereich der Trennung Hochmolekulare bereits zu verzeichnen sind. Der Vergleich zahlreicher Adsorptionsisothermen hat gezeigt, dass die Adsorptionskräfte auch bei den erfahrungsgemäss am schwächsten adsorbierten Kohlenwasserstoffen auf feinste Strukturunterschiede ansprechen und dass bei der Wahl des geeigneten Adsorptionsmittels Ansatzpunkte für die Durchführung der meisten Trennungsaufgaben vorhanden sind. So, wie es bereits gelungen ist, Kohlenwasserstoffe, stellungsisomere Aromaten zu trennen¹⁰⁾, wird dies auch auf dem Gebiet der niedrigeren Kohlenwasserstoffe möglich sein, denn die Wirkung der Strukturunterschiede ist hier nicht weniger ausgeprägt. Es handelt sich nur darum, das Trennungsverfahren der per se an Adsorptionsaffinität dieser ganzen Stoffklasse anzupassen.

Zusammenfassung

Für die vorliegende Arbeit war die Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen mittels der selektiven Adsorption zur Aufgabe gestellt. - Die zur Klärung des Problems vorausgesetzten Versuchsreihen ergaben, dass für die Kohlenwasserstofftrennung wegen der geringen Adsorptionsaffinität dieser Stoffklasse nur die höchstwirksamen Adsorptionsmittel in Frage kommen. Kieselgel und Aktivkohle haben sich als allen anderen von uns untersuchten Adsorptionsmitteln weit überlegen und allein brauchbar erwiesen. Beide besitzen im wesentlichen dieselbe Adsorptionskraft. Aluminiumoxyd nach Brockmann adsorbiert im Vergleich dazu nur etwa 15%, Bleicherde nur ca. 7% (S. 7). Weiters, für die Adsorption höhermolekularer Stoffe oft gut bewährte Adsorptionsmittel haben sich für diesen Zweck als völlig unwirksam erwiesen. - Die Korngröße des Adsorptionsmittels beeinflusst nur die Geschwindigkeit der Gleichgewichtseinstellung, nicht aber die adsorbierte Menge, woraus hervorgeht, dass selbst die durch Feinanzahlung erzielte beträchtliche Oberflächenvergrößerung keine Rolle spielt gegenüber der um ein Vielfaches größeren inneren Oberfläche des Adsorptionsmittels (S. 21, 22). - Beim Vergleich der Adsorptionsisothermen zahlreicher Kohlenwasserstofftypen wurde ein grundsätzlich verschiedenes Verhalten von Kieselgel und Aktivkohle festgestellt. (S. 19/20). Die Adsorption an Kieselgel wird in erster Linie durch die Zahl der Doppelbindungen des Kohlenstoffes bestimmt. Dem wirkt entgegen der Einfluss der Molekulargröße, indem mit zunehmender Kohlenstoffzahl im Widerspruch zu der Krabbe'schen Regel die Adsorption an Kieselgel abnimmt. Bei der Aktivkohle dagegen, die ebenfalls auf Doppelbindungen anspricht, wirkt die wachsende Molekulargröße steigend auf die Adsorption. Hier addieren sich also beide Effekte, während sie sich beim Kieselgel subtrahieren. Als Folge

davon zeigen die an Aktivkohle gesessenen Isothermen eine wesentlich feinere Differenzierung. In weiterer, wohl auch geringerer Ausdehnung geht von der Molekülform aus, indem Kettenmoleküle im Vergleich zu Ringmolekülen stärker adsorbiert werden. Für die Beurteilung der Trennmöglichkeiten hat sich ergeben, dass Aktivkohle das geeignetste Adsorptionsmittel zur Trennung von gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen ist. Kommt es aber darauf an, einen durch Kettenketten und andere geeignete Gruppen oder durch die Molekülform bedingten Trenneffekt zu erzielen, dann ist die Aktivkohle das geeignete Adsorptionsmittel. - Bei der Adsorption aus verschiedenen Lösungsmitteln der n-Paraffinreihe hat sich gezeigt, dass an Aktivkohle (M.R.24) entgegen allen Erwartungen die Adsorption mit wachsender Molekülgröße des Lösungsmittels um wesentliche Beträge zunimmt. Dementsprechend verhält sich die Aktivkohle (M.R.25). Hier nimmt die Adsorption mit steigender Kohlenstoffzahl des Lösungsmittels ab. - Durch Temperaturerniedrigung lässt sich die Adsorption wesentlich steigern (M.R.27,28). Dies ergibt sich auch für die verschiedenen Konzentrationen gleichbleibendes Verhältnis der bei tiefer und bei höherer Temperatur adsorbierten Menge hervor, das n.B. im Temperaturbereich + 25°C bis - 7°C für Aktivkohle etwa 1,5 : 1, für Aktivkohle 1,5 : 1 und für Aktivkohle 2 und gleichbedeutend umgekehrt Verhältnis an der Adsorptionskraft des betreffenden Adsorptionsmittels. - Bei der Kalendeadsorption von Benzol-Diphenylmethanen aus Ätherlösungen wurde nur das Benzol adsorbiert, während sich das Diphenylmethan gleich wie die Lösungsmittel verhielt. Der Verlauf vor dem Durchbruch des Benzols bestand aus der Adsorption Diphenylmethan-Diphenylmethan (M.R.32). Beim Vergleich der beiden Methoden ergibt sich, dass die Kalendeadsorption in den niedrigeren Konzentrationen der Kalendeadsorption hinsichtlich der Beladung überlegen ist (M.R.31). Mit Erreichung der Maximalbeladung seien beide Verfahren dasselbe r-

- 50 -

gebild. - Die Durchführung der Trennungen wurde durch Anlieferung einer zweiten Schale zur Trennung des Brenninhalts der ersten Schale und durch Verwendung tiefer Temperaturen wesentlich erleichtert. Durch die Ergebnisse vorstehender Arbeit wurde nachgewiesen, dass das Verfahren der selektiven Adsorption aus flüssiger Phase bei Anpassung der Methode mit Erfolg zur Trennung der bekanntlich nur eine geringe Adsorptionseffizienz besitzenden Kohlenwasserstoffe angewandt werden kann. Während bisher Benzol und Cyclohexan durch Adsorption nur in der Gasphase getrennt werden, ist es hier gelungen, die Trennung in der flüssigen Phase durchzuführen und darüber hinaus Cyclohexen-Cyclohexan und trotz der mit steigender Kohlenstoffzahl zunehmenden Schwierigkeiten auch Octan und Oktadecolen-Oktadekan zu trennen.

L i t e r a t u r

- 1) L. Sechmeister u. L.v. Cholnoky: Die chroenostographische Adsorptionsmethode. Wien, Springer 1937
- 2) Angew. Chemie 41 (1928) S. 90 - 104
- 3) Die Naturwissenschaften 1943 Nr. 25/26
- 4) Angew. Chemie 52 (1939) 32
53 (1940) 210
56 (1943) 17
- 5) Angew. Chemie 55 (1940) 31
- 6) a. Alexejewski (russ) C.Z. 1940 II 3161
b. Ehatnager C.Z. 1940 II 3007
c. Bernheimer, Ing. Praktikum
d. H. Brockmann u. H. Scheider, Ber.d.d.Ch.Ges. 74 . . 1
e. Seckeln, Ber.d.d.Ch.Ges. 71 (1938) 858 und 863
f. H. Danneken, Zeitschr.f.phys.Chemie 47 (1940) S.195
g. Engelhardt, Holl.Zschr. 71 (1935) 256 u. 335
h. J.E. Sessler, Ing. ng.Chem.Ind. 32 (1932) 640
i. Babson u. Llotie, Die Naturw. 29 (1941) 653
k. Tiselius, Ark.f.Kem.Min.Geol. B 13 Nr.6 Bei 41
l. G. Truppe, Biochem.Zeitschr. 305 (1940) 150
m. I.S. Wilson, J.Amer.Chem.Soc. 62 1903-01 (1940)
n. Hillical, Herbert, Katalase, Buch "Aktive Kohle"
Verl. F. Enke, Stuttgart 1937
- 7) Angew. Chemie 53 (1940) 104
- 8) Gossly, Journ.Smar.Soc. 62 3073
- 9) Journ.Amer.Soc. 54 (1932) S. 870
- 10) a. Winterstein u. E. Schön, Zeitschr.f.physiol.Chemie
250 (1934) 139, 146, 156, 169
229 (1933) 247

Tabellentheil

Messreihe Br. 1 - 9

- Aufgabe: Messung der Isothermen bei wachsender Menge Adsorptionsmittel.
Gerät: D e m o 1
Verfahren: Kieselgel 7 engporig I
Leguttl: Petroläther 30-50° C
Mengen: 5, 10, 15, 20, 25 g Kieselgel + 50 ccm Lösung

Messreihe Br. 1

5 g Kieselgel + 50 ccm Benzollösung

PH	Ev	En	RD	TS	Pa	PL	P	ccm
1,1	1,3654	1,3679	5	12,5	0,40	0,75	1,51	0,40
2	1,3696	1,3688	8	12,5	0,64	1,36	1,51	0,64
3	1,3708	1,3699	9	12,5	0,72	2,75	1,52	0,74
4	1,3718	1,3707	11	12,5	0,68	3,12	1,53	0,90
5	1,3730	1,3718	12	12,5	0,95	4,05	1,54	0,99
7,5	1,3762	1,3749	13	12,5	1,04	6,46	1,56	1,11
10	1,3792	1,3778	14	12,5	1,12	6,88	1,59	1,22
15	1,3836	1,3842	14	12,7	1,10	13,9	1,16	1,28
20	1,3931	1,3916	19	12,9	1,16	12,8	1,24	1,44
25	1,3992	1,3977	15	13,1	1,15	13,8	1,31	1,51
30	1,4050	1,4043	15	13,2	1,14	28,0	1,41	1,61
35	1,4125	1,4110	15	13,4	1,12	33,9	1,52	1,70
40	1,4192	1,4179	14	13,6	1,09	39,0	1,64	1,59
45	1,4262	1,4250	12	13,8	0,97	44,1	1,79	1,56
50	1,4332	1,4320	12	13,8	0,87	49,1	1,97	1,75
55	1,4402	1,4392	10	14,0	0,72	54,3	2,19	1,50
60	1,4469	1,4459	10	14,0	0,72	59,3	2,45	1,76
70	1,4515	1,4508	7	14,2	0,50	69,3	3,27	1,64
80	1,4735	1,4750	5	14,4	0,35	79,6	4,32	1,72
90	1,4905	1,4922	3	14,6	0,21	89,8	9,80	2,05

Messreihe Br. 2

10 g Kieselgel + 50 ccm Benzollösung

- 2 -

PK	Nr	En	ED	PK	PK	PK	P	com
1,1	1,3684	1,3676	8	12,5	0,64	0,56	1,01	0,64
2	1,3696	1,3693	13	12,5	1,04	0,96	1,01	1,05
3	1,3708	1,3692	16	12,5	1,20	1,72	1,02	1,30
4	1,3718	1,3699	19	12,5	1,58	2,40	1,03	1,57
5	1,3730	1,3709	21	12,5	1,60	3,32	1,03	1,73
7,5	1,3762	1,3738	24	12,5	1,92	3,58	1,06	2,03
10	1,3792	1,3766	26	12,5	2,08	7,92	1,08	2,25
15	1,3856	1,3828	28	12,7	2,20	12,60	1,15	2,53
20	1,3931	1,3902	29	12,9	2,25	17,75	1,22	2,75
25	1,3992	1,3962	30	13,1	2,28	22,72	1,30	2,76
30	1,4058	1,4028	30	13,2	2,27	27,73	1,39	3,16
35	1,4125	1,4097	28	13,4	2,09	32,91	1,49	3,11
40	1,4192	1,4165	27	13,6	1,99	38,02	1,61	3,17
45	1,4262	1,4238	24	13,0	1,74	43,26	1,76	3,06
50	1,4332	1,4310	22	13,8	1,99	48,51	1,93	3,07
55	1,4402	1,4383	19	14,0	1,76	53,64	2,16	2,94
60	1,4469	1,4451	18	14,0	1,09	58,71	2,42	3,13
70	1,4613	1,4601	14	14,2	1,00	69,00	3,23	3,23
80	1,4759	1,4745	9	14,4	0,63	79,67	4,04	3,05
90	1,4909	1,4900	9	14,6	0,55	89,65	9,66	3,37

Kessreihe Ex. 3

15 g Kieselgel + 30 ccn Benzolösung

PK	Nr	En	ED	PK	PK	PK	P	com
1,1	1,3684	1,3676	10	12,5	0,80	0,60	1,01	0,81
2	1,3696	1,3679	17	12,5	1,36	0,64	1,01	1,37
3	1,3708	1,3680	20	12,5	1,62	1,38	1,01	1,64
4	1,3718	1,3699	25	12,5	2,00	2,10	1,02	2,04
5	1,3730	1,3701	29	12,5	2,32	3,68	1,03	2,39
7,5	1,3762	1,3729	33	12,5	2,65	5,05	1,05	2,80
10	1,3792	1,3756	36	12,5	2,88	7,12	1,07	3,08
15	1,3856	1,3825	41	12,7	3,23	11,6	1,13	3,65
20	1,3931	1,3898	43	12,9	3,33	16,7	1,21	4,03
25	1,3992	1,3948	44	13,1	3,35	21,6	1,28	4,21
30	1,4058	1,4013	45	13,2	3,42	26,6	1,37	4,68

- 3 -

PK	Ev	En	ED	EA	EL	F	com	
35	1,4125	1,4082	43	13,4	3,80	31,8	1,47	4,76
40	1,4192	1,4152	40	13,6	2,94	37,1	1,59	4,67
45	1,4262	1,4227	35	13,6	2,34	42,5	1,74	4,42
50	1,4332	1,4299	33	13,6	2,39	47,6	1,90	4,34
55	1,4402	1,4373	29	14,0	2,07	52,9	2,12	4,39
60	1,4469	1,4442	27	14,0	1,93	58,1	2,38	4,59
70	1,4615	1,4595	23	14,2	1,41	68,59	3,18	4,92
80	1,4755	1,4742	13	14,4	0,90	79,1	4,79	4,31
90	1,4905	1,4890	7	14,6	0,48	89,5	9,54	4,58

Wasserprobe Nr. 4

20 g Kieselsolgel + 50 ccm Benzollösung

PK	Ev	En	ED	EA	EL	F	com	
1,1	1,3684	1,3675	11	12,5	0,08	0,32	1,61	0,88
2	1,3696	1,3677	19	12,5	1,52	0,46	1,61	1,53
3	1,3708	1,3684	24	12,5	1,82	1,08	1,61	1,94
4	1,3718	1,3688	30	12,5	2,40	1,60	1,62	2,47
5	1,3730	1,3699	35	12,5	2,80	2,20	1,62	2,86
7,5	1,3762	1,3720	42	12,5	3,36	4,14	1,64	3,50
10	1,3792	1,3746	46	12,5	3,68	6,32	1,66	3,84
15	1,3856	1,3803	53	12,7	4,17	10,6	1,12	4,67
20	1,3931	1,3873	58	12,9	4,50	15,5	1,19	5,36
25	1,3992	1,3932	60	13,1	4,58	20,4	1,25	5,73
30	1,4058	1,3998	60	13,2	4,55	25,4	1,34	6,10
35	1,4125	1,4067	58	13,4	4,33	30,7	1,45	6,38
40	1,4192	1,4136	56	13,6	4,12	35,9	1,56	6,44
45	1,4262	1,4210	52	13,8	3,76	41,2	1,70	6,40
50	1,4332	1,4286	46	13,9	3,33	46,7	1,87	6,23
55	1,4402	1,4360	42	14,0	3,00	52,0	2,06	6,24
60	1,4469	1,4433	36	14,2	2,58	57,4	2,35	6,03
70	1,4615	1,4587	28	14,2	1,98	63,0	3,13	6,10
80	1,4755	1,4736	19	14,4	1,32	70,7	4,73	6,24
90	1,4905	1,4896	9	14,6	0,62	89,4	9,42	5,25

Wasserprobe Nr. 5

25 g Kieselsolgel + 50 ccm Benzollösung

- 4 -

PK	Sw	Rn	SD	SE	SA	SL	F	con	g
1,1	1,3684	1,3672	12	12,5	0,96	0,24	1,01	0,97	00
2	1,3696	1,3676	20	12,5	1,62	0,38	1,01	1,63	01
3	1,3708	1,3681	27	12,5	2,14	0,66	1,01	2,16	72
4	1,3718	1,3684	34	12,5	2,72	1,23	1,01	2,70	69
5	1,3730	1,3690	40	12,5	3,20	1,00	1,02	3,20	08
7,5	1,3762	1,3712	50	12,5	4,00	3,50	1,04	4,16	56
10	1,3792	1,3738	54	12,5	4,32	5,60	1,05	4,55	45
15	1,3836	1,3690	66	12,7	5,20	9,00	1,12	5,70	30
20	1,3892	1,3850	73	12,9	5,60	14,4	1,16	6,55	33
25	1,3992	1,3917	75	13,1	5,73	19,7	1,24	7,10	20
30	1,4050	1,3982	76	13,2	5,76	24,2	1,31	7,54	25
35	1,4185	1,4050	78	13,4	5,60	29,4	1,42	7,94	23
40	1,4192	1,4121	72	13,6	5,22	34,0	1,54	8,34	20
45	1,4262	1,4197	65	13,8	4,70	40,3	1,67	7,83	17
50	1,4332	1,4272	60	13,8	4,35	45,6	1,84	8,30	16
55	1,4402	1,4348	54	14,0	3,96	51,1	2,05	7,90	14
60	1,4469	1,4421	48	14,0	3,33	56,7	2,31	7,70	13
70	1,4615	1,4570	37	14,2	2,66	67,5	3,07	8,02	11
80	1,4735	1,4731	24	14,4	1,67	70,3	4,04	7,75	10
90	1,4805	1,4803	12	14,6	0,92	09,2	5,24	7,60	8

Messreihe Nr. 6 - 7

Aufgabe: Messung der Isothermen bei der Adsorption an Aktivkohle (Merck)

Vorbef: Benzol (Ref. 1,5048 - 14⁰)

Porbaf: Aktivkohle

Legatf: Petroläther 30-60⁰ (Ref. 1,3669 - 14⁰)

Manam: 5g und 10g Aktivkohle + 50 ccm Lösung

Messreihe Nr. 6

5 g Aktivkohle + 50 ccm Benzollösung

PK	Sw	Rn	SD	SE	SA	SL	F	con	g
1,1	1,3684	1,3681	3	12,5	0,24	0,86	1,01	0,24	
2	1,3696	1,3690	6	12,5	0,48	1,52	1,01	0,48	

Nr	Rv	RH	RD	EM	EA	EL	F	ccm
3	1,3700	1,3701	7	12,5	0,56	2,44	1,02	0,57
4	1,3710	1,3709	9	12,5	0,72	3,28	1,03	0,74
5	1,3720	1,3720	10	12,5	0,60	4,20	1,04	0,83
7,5	1,3762	1,3750	12	12,5	0,96	6,54	1,06	1,02
10	1,3792	1,3779	13	12,5	1,04	6,96	1,10	1,14
15	1,3856	1,3842	14	12,7	1,10	13,9	1,16	1,27
20	1,3931	1,3916	15	12,8	1,16	18,0	1,24	1,44
25	1,3992	1,3979	14	13,1	1,07	23,9	1,31	1,4
30	1,4050	1,4044	14	13,2	1,06	20,9	1,41	1,5
35	1,4125	1,4112	13	13,4	0,97	34,0	1,52	1,47
40	1,4192	1,4180	10	13,6	0,88	38,1	1,64	1,45
45	1,4262	1,4251	11	13,8	0,80	44,2	1,73	1,43
50	1,4332	1,4321	11	13,8	0,80	49,2	1,97	1,57
55	1,4402	1,4393	9	14,0	0,64	54,4	2,19	1,4
60	1,4460	1,4460	9	14,0	0,64	59,3	2,46	1,47
70	1,4615	1,4608	7	14,2	0,49	62,5	3,27	1,60
80	1,4753	1,4751	4	14,4	0,23	73,7	4,93	1,57
90	1,4785	1,4903	2	14,6	0,14	89,8	9,07	1,38

Konkrete Nr. 7

10 g Aktivkohle + 50 ccm Benzollösung

Nr	Rv	RH	RD	EM	EA	EL	F	ccm	ccm/a
1,1	1,3694	1,3678	6	12,5	0,43	0,62	1,01	0,46	44
2	1,3696	1,3686	10	12,5	0,83	1,20	1,01	0,61	4
3	1,3708	1,3695	13	12,5	1,04	1,96	1,02	1,6	35
4	1,3718	1,3703	15	12,5	1,23	2,80	1,03	1,23	31
5	1,3730	1,3713	17	12,5	1,36	3,64	1,04	1,42	28
7,5	1,3762	1,3741	21	12,5	1,68	5,82	1,06	1,70	24
10	1,3792	1,3769	23	12,5	1,84	8,16	1,09	2,0	20
15	1,3856	1,3830	26	12,7	2,04	12,9	1,15	2,35	16
20	1,3931	1,3904	27	12,9	2,09	17,9	1,22	2,50	13
25	1,3992	1,3964	28	13,1	2,14	22,9	1,30	3,77	11
30	1,4050	1,4030	28	13,2	2,12	27,9	1,39	3,95	10
35	1,4125	1,4090	27	13,4	2,02	32,9	1,48	3,10	8
40	1,4192	1,4167	25	13,6	1,84	38,2	1,61	2,96	7
45	1,4262	1,4240	22	13,8	1,59	43,4	1,77	2,64	6

- 6 -

Nr	Nv	Nh	Np	Nq	Na	Nl	Nr	con	cc	con/v
50	1,4332	1,4312	20	13,0	1,45	48,5	1,94	2,81	3,6	7,0
55	1,4402	1,4383	19	14,0	1,38	53,6	2,15	2,92	5,3	
60	1,4469	1,4453	18	14,0	1,14	58,9	2,41	3,75	4,9	6,9
70	1,4615	1,4582	13	14,2	0,92	67,3	3,25	3,10	4,3	7,5
80	1,4755	1,4747	8	14,4	0,56	79,4	4,86	2,72	3,5	6,2
90	1,4905	1,4901	4	14,6	0,28	89,7	9,72	2,72	3,0	6,0

K o e n s e l l e Nr. 8 - 9

Aufgabe: Messung der Isothermen bei der Desorption an
Nr. 8 = Aluminiumoxyd (Brookmann) und
Nr. 9 = Bleicherde (Merck)

Subst: Benzol (Siedr. 1,5°C - 14°C)

Medium: Petroläther 30-60°C (Siedr. 136°C - 14°C)

Zugang: 25 g + 50 con Lösung

W a e r e i s e Nr. II

25 g Aluminiumoxyd + 90 con Benzollösung

Nr	Nv	Nh	Np	Nq	Na	Nl	Nr	con	cc
1,1	1,3684	1,3682	3	12,5	0,16	0,94	1,01	0,16	13
2	1,3690	1,3694	2	12,5	0,16	1,64	1,02	0,16	16
3	1,3720	1,3725	3	12,5	0,24	2,76	1,03	0,79	8
4	1,3718	1,3714	4	12,5	0,31	3,69	1,04	0,33	0
5	1,3750	1,3725	5	12,5	0,40	4,60	1,05	0,42	8
7,5	1,3762	1,3755	7	12,5	0,54	6,94	1,07	0,50	6
10	1,3792	1,3784	8	12,5	0,64	9,56	1,10	0,7	7
13	1,3856	1,3846	10	12,7	0,77	14,0	1,16	0,92	6
20	1,3891	1,3881	11	12,9	0,85	19,1	1,24	1,0	5
25	1,3892	1,3881	11	13,1	0,95	24,2	1,31	1,0	4
30	1,4058	1,4047	11	13,2	1,03	29,0	1,41	1,17	4
35	1,4125	1,4115	10	13,4	1,14	34,3	1,52	1,15	3
40	1,4192	1,4183	9	13,6	1,26	39,3	1,65	1,09	3
45	1,4262	1,4253	9	13,8	1,35	44,3	1,80	1,17	3
50	1,4332	1,4323	9	13,8	1,45	49,3	1,96	1,3	3
55	1,4402	1,4394	8	14,0	1,57	54,4	2,10	1,4	2

- 7 -

Nr.	NV	NB	SB	SP	SL	PL	P	gem	Σ
60	1,4469	1,4462	7	14,0	0,50	59,9	3,47	1,24	2,1
70	1,4615	1,4610	5	14,2	0,36	69,6	3,29	1,18	1,7
80	1,4755	1,4752	3	14,4	0,23	79,0	4,95	1,50	1,2
90	1,4905	1,4903	2	14,6	0,14	89,9	9,66	1,50	1,5

Essigsäure Nr. 9

25 g Nielebarde + 50 ccm Benzollösung

Nr.	NV	NB	SB	SP	SL	PL	P	gem	Σ
1,1	1,3684	1,3682	2	12,5	0,16	1,84	1,01	0,16	13
2	1,3696	1,3694	2	12,5	0,16	1,84	1,02	0,16	6
3	1,3708	1,3706	4	12,5	0,16	2,84	1,03	0,16	5
4	1,3718	1,3715	3	12,5	0,24	1,76	1,04	0,25	6
5	1,3730	1,3727	3	12,5	0,24	4,76	1,05	0,25	5
7,5	1,3762	1,3759	4	12,5	0,32	7,16	1,07	0,34	4
10	1,3792	1,3789	6	12,5	0,32	9,60	1,11	0,35	3
15	1,3855	1,3853	6	12,7	0,47	14,5	1,17	0,55	4
20	1,3931	1,3929	6	12,9	0,46	19,5	1,24	0,57	3
25	1,3992	1,3986	6	13,1	0,46	24,6	1,32	0,61	2
30	1,4059	1,4053	5	13,2	0,38	29,6	1,42	0,54	2
35	1,4125	1,4120	5	13,4	0,37	34,6	1,53	0,57	2
40	1,4192	1,4187	5	13,6	0,37	39,6	1,63	0,61	1
45	1,4252	1,4250	4	13,8	0,39	44,7	1,85	0,54	1
50	1,4312	1,4308	4	13,8	0,29	49,6	1,99	0,6	1
55	1,4382	1,4378	4	14,0	0,29	54,7	2,21	0,62	1
60	1,4459	1,4455	4	14,0	0,28	59,7	2,43	0,63	1
70	1,4615	1,4612	3	14,2	0,21	69,6	3,21	0,69	1
80	1,4755	1,4752	3	14,4	0,2	79,8	4,95	1,50	1
90	1,4905	1,4904	1	14,6	0,17	89,9	9,66	0,69	1

Essigsäure Nr. 10 - 15

Infra-rot Messung der Adsorptionskraft verschiedener Adsorptionen
 mittel und near Nr. 10 Magnesiumoxyd Krall, Sinter
 ox/d, Nr. 12 Argolith, Nr. 13 Ammoniumcarbonat, Nr. 14
 Kieselgur, Nr. 15 Portlandzement

Geruch Benzol (Sefr. 1,5048 - 16°)

Mittel: Petroläther 10-6.0° (Sefr. 1,3669 - 16°)

Menge: 10 g + 20 ccm Lösung

Konzreihe Nr. 10

10 g Magnesiumoxyd + 20 cem Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NK	NL	NP	NQ	oaa
5	1,3730	1,3730	0	wegen geringfügigkeit keine Berechnung.				
10	1,3792	1,3790	2					
20	1,3931	1,3930	1					
30	1,4056	1,4056	2					
40	1,4192	1,4192	0					
50	1,4332	1,4329	3					
60	1,4469	1,4466	3					
70	1,4615	1,4613	2					
80	1,4755	1,4755	0					
90	1,4905	1,4907	-2					

Konzreihe Nr. 11

10 g Zinkoxyd + 20 cem Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NK	NL	NP	NQ	oaa
5	1,3730	1,3720	2	wegen geringfügigkeit keine Berechnung.				
10	1,3792	1,3791	1					
20	1,3931	1,3929	2					
30	1,4056	1,4056	2					
40	1,4192	1,4192	0					
50	1,4332	1,4329	3					
60	1,4469	1,4468	1					
70	1,4615	1,4614	1					
80	1,4755	1,4757	-2					
90	1,4905	1,5908	-3					

Konzreihe Nr. 12

10 g Kryptolith + 20 cem Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NK	NL	NP	NQ	oaa
5	1,3730	1,3732	-2	wegen geringfügigkeit keine Berechnung.				
10	1,3792	1,3792	0					
20	1,3931	1,3931	0					
30	1,4056	1,4059	-1					
40	1,4192	1,4193	-1					
50	1,4332	1,4331	1					

- 9 -

NR	Nr	Nr	RD	DA	PL	P	COZ
65	1,4469	1,4469	0				wegen geringfügigkeit keine Berechnung.
70	1,4615	1,4614	1				
80	1,4755	1,4756	-3				
90	1,4905	1,4905	0				

Memorandum Nr. 13

10 g Kaliumkarbonat + 20 ccn Benzollösung

NR	Nr	Nr	RD	DA	PL	P	COZ
5	1,3750	1,3751	-1				wegen geringfügigkeit keine Berechnung.
10	1,3792	1,3792	0				
20	1,3931	1,3932	-1				
30	1,4059	1,4061	-3				
40	1,4192	1,4195	-4				
50	1,4332	1,4332	0				
60	1,4469	1,4469	0				
70	1,4615	1,4615	0				
80	1,4755	1,4756	-1				
90	1,4905	1,4900	-5				

Memorandum Nr. 14

10 g Kieselgur + 20 ccn Benzollösung

NR	Nr	Nr	RD	DA	PL	P	COZ
5	1,3750	1,3750	0				wegen geringfügigkeit keine Berechnung.
10	1,3792	1,3794	-2				
20	1,3931	1,3932	-1				
30	1,4059	1,4059	-1				
40	1,4192	1,4192	0				
50	1,4332	1,4332	0				
60	1,4469	1,4469	0				
70	1,4615	1,4613	2				
80	1,4755	1,4756	-1				
90	1,4905	1,4907	-2				

Memorandum Nr. 15

10 g Norfenchment + 20 ccn Benzollösung

NR	Nr	Nr	RD	DA	PL	P	COZ
5	1,3750	1,3750					

-10-

Kr	Nr	Sn	Sp	St	SL	F	ccm
10	1,3792	1,3794	-2				
20	1,3931	1,3932	-1				
30	1,4058	1,4059	0				
40	1,4192	1,4192	0				
50	1,4332	1,4333	-1				
60	1,4469	1,4471	-2				
70	1,4614	1,4614	0				
80	1,4753	1,4757	-3				
90	1,4885	1,4885	0				

Kessereihe Nr. 16 - 27

Aufgabe: Vergleich der Adsorption von Benzolhomologen an verschiedenen Adsorptionsmitteln
Subst: Benzol, Toluol, Xylol
Porosit: Kieselsigel anorgan. II, Aktivkohle, Aluminiumoxyd und Nicotinerde
Temperat: Petroläther 35-60°C norm. 1,36/2 - 17°
Menge: 10 g + 20 ccm Lösung

Kessereihe Nr. 16

10 g Kieselsigel + 20 ccm Benzollösung

Kr	Nr	Sn	Sp	St	SL	F	ccm	
10	1,3807	1,3761	46	12,4	3,7	6,30	1,06	1,95
20	1,3912	1,3872	59	12,6	4,60	11,3	1,18	5,50
30	1,4063	1,4004	59	12,9	4,57	25,4	1,22	6,1
40	1,4192	1,4139	53	13,2	4,00	36,0	1,26	6,25
50	1,4327	1,4280	47	13,5	3,35	46,6	1,37	6,30
60	1,4467	1,4431	35	13,8	2,60	57,4	2,35	6,15
70	1,4606	1,4578	29	14,1	1,99	68,1	3,14	6,25
80	1,4744	1,4726	19	14,2	1,27	78,7	4,74	6,20

Kessereihe Nr. 17

10 g Aluminiumoxyd + 20 ccm Benzollösung

Kr	Nr	Sn	Sp	St	SL	F	ccm	
10	1,3807	1,3739	0	12,4	0,65	1,35	1,10	1,71

NR	Nr	Rn	RS	ES	SA	SL	S	ccm
20	1,3932	1,3932	10	12,6	0,60	19,2	1,24	1,00
30	1,4063	1,4062	11	12,9	0,60	19,1	1,41	1,20
40	1,4192	1,4193	9	13,2	0,70	19,3	1,64	1,15
50	1,4327	1,4319	8	13,5	0,59	19,4	1,07	1,16
60	1,4467	1,4461	6	13,8	0,43	19,6	2,47	1,07
70	1,4606	1,4601	5	14,1	0,36	19,7	3,30	1,19
80	1,4644	1,4741	3	14,2	0,20	19,8	4,95	1,00

Neuroline Nr. 12

10 g Bleicherde + 20 ccm Benzollösung

NR	Nr	Rn	RS	ES	SA	SL	S	ccm
10	1,3007	1,3002	5	12,4	0,42	19,5	1,10	1,40
20	1,3932	1,3927	5	12,6	0,40	19,6	1,24	1,20
30	1,4063	1,4050	3	12,9	0,39	19,6	1,42	0,50
40	1,4192	1,4187	5	13,2	0,30	19,6	1,69	0,63
50	1,4327	1,4323	4	13,5	0,29	19,7	1,39	0,50
60	1,4467	1,4464	3	13,8	0,22	19,8	2,40	0,35
70	1,4606	1,4603	3	14,1	0,22	19,7	3,32	0,73
80	1,4744	1,4742	2	14,2	0,16	19,8	4,95	0,60

Neuroline Nr. 13

4 kg Aktivkohle + 2 ccm Benzollösung

NR	Nr	Rn	RS	ES	SA	SL	S	ccm	ccm/l
10	1,3007	1,3737	20	12,4	1,61	19,3	1,09	1,70	3,65
20	1,3932	1,3900	26	12,6	1,30	19,1	1,22	2,32	5,50
30	1,4063	1,4030	25	12,9	1,14	19,1	1,39	2,70	6,50
40	1,4192	1,4160	24	13,2	1,02	19,2	1,61	2,93	7,35
50	1,4327	1,4307	20	13,5	1,40	19,5	1,34	2,27	7,20
60	1,4467	1,4430	17	13,8	1,33	19,8	2,43	2,40	7,45
70	1,4606	1,4534	12	14,1	0,31	19,3	3,23	2,70	6,90
80	1,4744	1,4730	6	14,2	0,57	19,4	4,95	2,77	6,90

Neuroline Nr. 23

10 g Zinnigel + 20 ccm Toluollösung

NR	Nr	Rn	RS	ES	SA	SL	S	ccm	ccm/l
10	1,3004	1,3736	46	12,4	2,00	6,12	1,00	4,10	

- 12 -

Nr	av	an	ad	af	aa	al	f	oan
20	1,3333	1,3373	57	12,0	6,45	15,5	1,18	5,25
30	1,4062	1,4004	38	13,0	6,48	25,7	1,35	6,-
40	1,4194	1,4141	33	13,2	6,50	35,3	1,36	6,25
50	1,4326	1,4280	45	13,2	6,50	45,5	1,67	6,5
60	1,4460	1,4435	35	13,3	2,63	57,4	2,35	6,2
70	1,4593	1,4566	27	13,4	2,60	68,0	3,13	6,25
80	1,4725	1,4737	18	13,4	1,36	78,6	4,67	6,4

Reihe Nr. 21

10 g Aluminiumoxyd + 20 ocm Folschlössung

Nr	av	an	ad	af	aa	al	f	oan
10	1,3654	1,3733	6	12,6	6,43	9,51	1,10	2,54
20	1,3923	1,3922	11	12,8	6,86	19,1	1,24	1,6
30	1,4062	1,4052	13	13,0	6,77	29,23	1,31	1,36
40	1,4194	1,4167	7	13,2	6,54	39,5	1,67	3,90
50	1,4326	1,4319	7	13,2	6,53	49,5	1,98	1,6
60	1,4460	1,4453	7	13,3	6,52	59,5	2,47	1,25
70	1,4593	1,4589	4	13,4	6,3	69,7	3,10	1,-
80	1,4725	1,4722	3	13,2	6,23	79,0	4,34	1,15

Reihe Nr. 22

10 g Bleicherde + 20 ocm Folschlössung

Nr	av	an	ad	af	aa	al	f	oan
10	1,3334	1,330	4	12,4	6,32	9,68	1,1	1,35
20	1,3333	1,3329	4	12,9	6,31	13,7	1,35	1,39
30	1,4062	1,4057	9	13,0	6,39	29,7	1,42	1,55
40	1,4194	1,4190	4	13,2	1,30	39,7	1,67	1,6
50	1,4326	1,4322	4	13,2	6,5	49,7	1,73	1,6
60	1,4460	1,4456	4	13,3	6,53	59,7	2,40	1,75
70	1,4593	1,4590	3	13,4	6,22	69,0	3,31	1,75
80	1,4725	1,4723	2	13,2	6,15	79,0	4,97	1,74

Reihe Nr. 23

4 g Aktivkohle + 20 ocm Folschlössung

- 13 -

NR	av	an	SD	SP	SA	SL	S	com	com/a
10	1,3804	1,3780	24	12,4	1,93	3,47	1,58	2,09	4,50
20	1,3933	1,3922	31	12,6	2,42	17,6	1,221	2,95	6,90
30	1,4062	1,4032	30	12,6	2,30	27,7	1,59	3,20	7,70
40	1,4194	1,4156	28	12,2	2,12	37,3	1,61	3,40	8,50
50	1,4326	1,4303	23	12,2	1,75	42,5	1,94	3,40	8,50
60	1,4460	1,4441	19	12,5	1,63	52,6	2,42	3,45	8,60
70	1,4593	1,4572	15	13,4	1,12	63,9	3,21	3,60	9,10
80	1,4725	1,4615	10	12,2	0,75	73,2	4,23	3,64	9,10

Monreihe Nr. 24.

10 g Kieselsäure + 20 com. Lösung

NR	av	an	SD	SP	SA	SL	S	com
10	1,3809	1,3761	49	12,3	3,72	6,12	1,06	3,00
20	1,3939	1,3879	60	12,0	4,65	15,35	1,10	3,50
30	1,4067	1,4009	38	12,3	4,50	25,9	1,34	6,02
40	1,4199	1,4140	31	12,7	3,35	36,0	1,56	6,19
50	1,4328	1,4222	46	12,7	3,57	42,4	1,87	6,70
60	1,4456	1,4422	34	12,9	2,64	57,63	2,39	6,20
70	1,4585	1,4556	26	12,3	2,74	67,7	3,10	6,25
80	1,4711	1,4674	17	12,3	1,32	73,7	4,70	6,20

Monreihe Nr. 25

10 g Aluminiumoxyd + 20 com. Lösung

NR	av	an	SD	SP	SA	SL	S	com
10	1,3809	1,3802	7	12,7	1,94	9,46	1,12	3,50
20	1,3939	1,3930	9	12,0	2,70	19,3	1,24	3,50
30	1,4067	1,4059	9	12,0	2,70	29,3	1,41	3,50
40	1,4199	1,4191	6	12,9	2,62	39,4	1,65	3,50
50	1,4328	1,432	8	12,0	2,62	43,4	1,37	3,50
60	1,4456	1,4450	6	12,0	2,46	53,5	2,40	3,50
70	1,4585	1,4580	5	12,0	2,33	63,6	3,29	3,50
80	1,4711	1,4700	3	12,9	2,25	73,5	4,30	3,50

Monreihe Nr. 26

10 g Bleisulfid + 20 com. Lösung

- 14 -

AK	Rv	Rn	SB	DN	NA	SB	F	con
10	1,5309	1,3006	3	13,9	0,23	9,77	1,16	0,25
20	1,5339	1,3923	6	12,9	0,46	19,5	1,24	0,57
30	1,4067	1,4063	4	12,9	0,31	29,7	1,42	0,34
40	1,4199	1,4136	3	12,9	0,23	39,8	1,66	0,53
50	1,4328	1,4325	8	12,9	0,23	49,8	1,99	0,46
60	1,4456	1,4454	2	12,9	0,16	59,8	2,49	0,40
70	1,4585	1,4582	3	12,9	0,23	69,8	3,30	0,76
80	1,4711	1,4709	2	12,9	0,16	79,8	4,94	0,75

Konzreihe Nr. 27

4 g Aktivkohle + 20 ccm Zylollösung

AK	Rv	Rn	SB	DN	NA	SB	F	con	con/a
10	1,5009	1,3779	30	12,9	2,34	7,66	1,58	2,53	9,40
20	1,5339	1,3901	38	12,9	2,94	17,0	1,81	3,50	9,30
30	1,4067	1,4031	36	12,9	2,79	27,1	1,37	3,02	9,10
40	1,4199	1,4167	32	12,9	2,48	37,4	1,60	3,07	9,00
50	1,4328	1,4300	30	12,9	2,17	47,8	1,92	4,15	10,4
60	1,4456	1,4434	22	12,9	1,72	58,3	2,40	4,13	10,5
70	1,4585	1,4563	17	12,9	1,32	68,7	3,13	4,22	10,5
80	1,4711	1,4693	12	12,9	0,93	79,1	4,77	4,40	11,0

Konzreihe 28 - 31

Aufgabe: Prüfung verschiedeneriger, getrockneter und ungetrockneter Kieselgel auf selektive Verhalten bei der α -Adsorption von Benzolhomologen

Subst: Benzol (Refr. 1,5025-17°C) Toluol (Refr. 1,47 -17°C)
Xylol (Refr. 1,4962-17°C)

Lösungsmittel: Petroläther (Refr. 1,5657-17°C)

Substrat: Kieselgel α engporig I, Kieselgel α engporig II

Kieselgel mittelporig, Kieselgel weichtporig

Mengen: 10 g + 20 ccm Lösung

- 15 -

Reihe Nr. 20

10 g Kieselgel feinsporig I getrocknet + 20 ccm Benzollos.

Nr	Rv	Rn	RD	RF	FL	F	ccm
10	1,3782	1,3728	54	12,5	4,30	5,70	1,06 4,91
20	1,3913	1,3941	72	13,0	5,50	14,5	1,17 6,48
30	1,4035	1,3961	77	13,5	5,00	24,2	1,31 7,60
40	1,4188	1,4110	72	13,5	5,35	34,6	1,53 8,20
50	1,4319	1,4258	61	13,7	4,45	45,6	1,84 8,15
60	1,4461	1,4411	50	13,8	5,62	56,5	2,30 8,5
70	1,4602	1,4554	38	14,0	2,74	67,5	3,05 8,31
80	1,4741	1,4717	24	14,0	1,72	78,3	4,61 7,90

Reihe Nr. 23

10 g Kieselgel feinsporig II getrocknet + 20 ccm Benzollos.

Nr	Rv	Rn	RD	RF	FL	F	ccm
10	1,3782	1,3740	42	12,9	5,36	6,64	1,07 3,61
20	1,3913	1,3858	59	13,0	4,25	15,7	1,19 5,5
30	1,4038	1,3982	56	13,5	4,15	25,8	1,35 5,6
40	1,4182	1,4130	52	13,5	5,65	36,1	1,56 6,
50	1,4319	1,4275	44	13,7	3,22	46,8	1,68 6,36
60	1,4461	1,4427	34	13,8	2,46	57,5	2,36 5,81
70	1,4602	1,4579	27	14,0	1,93	68,0	3,13 6,
80	1,4741	1,4723	18	14,0	1,20	75,7	4,70 6,

Reihe Nr. 30

10 g Kieselgel mittelsporig getrocknet + 20 ccm Benzollos.

Nr	Rv	Rn	RD	RF	FL	F	ccm
10	1,3782	1,3730	44	12,5	3,52	6,48	1,07 3,77
20	1,3913	1,3853	60	13,0	4,60	15,4	1,18 5,4
30	1,4038	1,3973	65	13,5	4,00	25,1	1,33 6,5
40	1,4182	1,4122	60	13,5	4,45	35,5	1,54 6,85
50	1,4319	1,4265	54	13,7	3,05	46,1	1,86 7,54
60	1,4461	1,4410	43	13,8	3,12	56,9	2,32 7,25
70	1,4602	1,4560	34	14,0	2,42	67,6	3,08 7,45
80	1,4741	1,4719	22	14,0	1,57	78,4	4,61 7,5

Kieselsäure Nr. 31

10 g Kieselsäure weichtporig + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NS	NA	NL	N	ccm
10	1,3782	1,3759	23	12,5	1,04	5,24	1,09	2,93
20	1,3913	1,3885	28	13,0	2,16	17,8	1,22	2,64
30	1,4033	1,4008	30	13,3	2,26	27,7	1,38	3,14
40	1,4182	1,4154	28	13,5	2,07	37,9	1,61	3,33
50	1,4319	1,4296	23	13,7	1,69	48,3	1,43	3,24
60	1,4461	1,4442	19	13,8	1,38	58,6	2,44	3,35
70	1,4602	1,4587	15	14,0	1,07	78,9	3,22	3,45
80	1,4741	1,4731	10	14,0	0,72	79,4	4,83	3,45

Kieselsäure Nr. 32

10 g Kieselsäure weichtporig I getrocknet + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NS	NA	NL	N	ccm
10	1,3784	1,3728	56	13,0	4,30	5,70	1,06	4,50
20	1,3913	1,3845	73	13,0	5,60	14,4	1,17	6,64
30	1,4041	1,3966	75	13,2	5,70	24,3	1,32	7,48
40	1,4182	1,4109	73	13,3	5,50	34,3	1,33	8,4
50	1,4323	1,4262	61	13,3	4,60	45,4	1,23	8,4
60	1,4450	1,4401	43	13,3	3,63	56,2	2,28	8,45
70	1,4583	1,4546	37	13,3	2,78	67,2	3,05	8,4
80	1,4720	1,4695	25	13,3	1,88	78,1	4,57	8,6

Kieselsäure Nr. 33

10 g Kieselsäure weichtporig II getrocknet + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	NB	NS	NA	NL	N	ccm
10	1,3784	1,3741	43	13,0	1,30	6,70	1,07	3,55
20	1,3913	1,3863	53	13,0	4,23	13,7	1,13	5,03
30	1,4041	1,3984	57	13,2	4,10	25,7	1,34	5,6
40	1,4182	1,4130	52	13,3	3,92	36,1	1,56	6,1
50	1,4323	1,4280	43	13,3	3,34	46,8	1,87	6,0
60	1,4450	1,4416	34	13,3	2,55	57,3	2,35	6,0
70	1,4583	1,4557	26	13,3	1,96	70,1	2,13	6,1
80	1,4720	1,4702	18	13,3	1,35	78,6	4,68	6,3

Reihe Nr. 34

10 g Kieselgel mittelporig getrocknet + 20 ccm Toluollsg.

Nr.	Nv	Nn	NB	DN	KA	KL	F	ccm
10	1,3724	1,3733	45	13,0	3,55	6,45	1,06	3,76
20	1,3918	1,3858	60	13,0	4,60	15,4	1,18	5,47
30	1,4041	1,3978	53	13,0	4,75	25,2	1,33	6,30
40	1,4182	1,4121	61	13,3	4,60	35,4	1,39	7,28
50	1,4323	1,4270	53	13,3	4,60	45,1	1,36	7,40
60	1,4480	1,4400	42	13,3	3,15	57,0	2,52	7,50
70	1,4593	1,4521	32	13,3	2,40	67,6	3,00	7,40
80	1,4720	1,4699	21	13,3	1,50	72,4	4,03	7,40

Reihe Nr. 35

10 g Kieselgel weitporig getrocknet + 20 ccm Toluollsg.

Nr.	Nv	Nn	NB	DN	KA	KL	F	ccm
10	1,3784	1,3760	24	13,0	1,24	8,18	1,09	2,90
20	1,3918	1,3888	30	13,0	2,30	17,7	1,21	2,60
30	1,4041	1,4010	31	13,0	2,35	27,6	1,30	3,24
40	1,4182	1,4159	27	13,3	2,03	37,0	1,61	3,27
50	1,4323	1,4299	24	13,3	1,81	46,2	1,93	3,43
60	1,4480	1,4433	20	13,3	1,50	53,5	2,41	3,60
70	1,4593	1,4567	16	13,3	1,20	60,2	3,20	3,80
80	1,4720	1,4711	9	13,3	0,48	72,3	4,03	3,30

Reihe Nr. 36

10 g Kieselgel ungsperig getrocknet + 20 ccm Toluollsg.

Nr.	Nv	Nn	NB	DN	KA	KL	F	ccm
10	1,3724	1,3733	55	13,0	4,2	5,80	1,06	4,45
20	1,3921	1,3850	71	13,0	9,45	14,5	1,17	6,38
30	1,4041	1,3972	76	13,0	5,85	24,1	1,31	7,65
40	1,4187	1,4116	71	13,0	5,47	34,5	1,53	8,50
50	1,4324	1,4264	60	13,0	4,60	45,1	1,33	8,4
60	1,4447	1,4399	48	13,0	3,70	56,1	2,28	8,50
70	1,4575	1,4538	37	13,0	2,85	67,2	3,05	8,60
80	1,4703	1,4677	24	13,0	1,85	72,1	4,57	8,50

- 10 -

Reihe Nr. 27

10 g Eisenigel engporig II getrocknet + 20 ccn Äthylalig.

Nr	Nv	Rn	Rd	Rv	SA	SL	P	ccn
10	1,3780	1,3742	46	13,0	3,54	6,46	1,06	3,74
20	1,3921	1,3860	53	13,0	4,13	15,9	1,19	4,90
30	1,4048	1,3993	50	13,0	4,25	25,7	1,35	5,74
40	1,4187	1,4136	51	13,0	3,92	35,1	1,56	6,12
50	1,4324	1,4289	44	13,0	3,43	46,6	1,07	6,35
60	1,4447	1,4412	33	13,0	2,50	57,3	2,34	6,...
70	1,4575	1,4543	26	13,0	2,00	68,0	3,12	6,2
80	1,4703	1,4637	16	13,0	1,23	78,8	4,70	5,0

Reihe Nr. 28

10 g Eisenigel mittelporig getrocknet + 20 ccn Äthylalig.

Nr	Nv	Rn	Rd	Rv	SA	SL	P	ccn
10	1,3788	1,3740	48	13,0	3,70	6,30	1,06	3,90
20	1,3921	1,3859	62	13,0	4,77	13,2	1,18	5,60
30	1,4048	1,3983	65	13,0	5,00	24,6	1,33	6,60
40	1,4187	1,4127	60	13,0	4,62	35,4	1,54	7,05
50	1,4324	1,4270	54	13,0	4,15	45,8	1,05	7,70
60	1,4447	1,4405	42	13,0	3,23	56,7	2,32	7,50
70	1,4575	1,4543	32	13,0	2,45	67,4	3,08	7,52
80	1,4703	1,4681	22	13,0	1,69	79,5	4,62	7,80

Reihe Nr. 29

10 g Eisenigel weitporig getrocknet + 20 ccn Äthylalig.

Nr	Nv	Rn	Rd	Rv	SA	SL	P	ccn
10	1,3783	1,3763	25	13,0	1,94	8,36	1,09	2,12
20	1,3921	1,3892	29	13,0	2,24	17,8	1,22	2,74
30	1,4048	1,4017	31	13,0	2,33	27,6	1,33	3,28
40	1,4187	1,4161	26	13,0	2,00	38,0	1,64	3,22
50	1,4324	1,4302	22	13,0	1,69	48,3	1,95	3,26
60	1,4447	1,4428	19	13,0	1,46	58,6	2,41	3,50
70	1,4575	1,4560	15	13,0	1,16	68,7	3,20	3,70
80	1,4703	1,4694	9	13,0	0,69	79,2	4,03	3,30

Kennreihe Nr. 40

10 g Kieselgel 2 engporig I ungetrocknet + 20 ccm Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	RD	DM	KA	KL	F	ccm
10	1,3782	1,3743	39	12,5	3,10	6,90	1,07	2,32
20	1,3913	1,3859	54	13,0	4,15	15,8	1,19	4,95
30	1,4038	1,3979	59	13,3	4,45	25,5	1,34	5,95
40	1,4102	1,4125	57	4,20	13,5	35,8	1,56	6,55
50	1,4319	1,4270	49	13,7	3,60	56,4	1,87	6,75
60	1,4461	1,4421	40	13,8	2,90	57,1	2,33	6,75
70	1,4602	1,4571	31	14,0	2,22	67,9	3,12	6,90
80	1,4741	1,4721	20	14,0	1,42	78,6	4,67	6,60

Kennreihe Nr. 41

10 g Kieselgel 2 engporig II ungetrocknet + 20 ccm Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	RD	DM	KA	KL	F	ccm
10	1,3782	1,3751	31	12,9	2,90	7,90	1,08	2,70
20	1,3913	1,3868	45	13,0	3,48	16,5	1,20	4,18
30	1,4038	1,3990	48	13,3	3,60	26,4	1,36	4,90
40	1,4102	1,4138	44	13,5	3,25	36,7	1,58	5,14
50	1,4319	1,4282	37	13,7	2,70	47,3	1,70	5,14
60	1,4461	1,4431	30	13,8	2,18	57,8	2,37	5,16
70	1,4602	1,4580	22	14,0	1,57	68,4	3,17	4,98
80	1,4741	1,4723	16	14,0	1,14	79,0	4,75	4,40

Kennreihe Nr. 42

10 g Kieselgel mittelporig ungetrocknet + 20 ccm Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	RD	DM	KA	KL	F	ccm
10	1,3782	1,3750	32	12,5	2,95	7,45	1,08	2,75
20	1,3913	1,3867	46	13,0	3,54	16,4	1,20	4,25
30	1,4038	1,3986	52	13,3	3,90	36,1	1,35	5,25
40	1,4102	1,4132	50	13,5	3,60	36,4	1,57	5,65
50	1,4319	1,4275	44	13,7	3,20	46,8	1,68	6,00
60	1,4461	1,4424	37	13,8	2,70	57,3	2,34	6,32
70	1,4602	1,4574	28	14,0	2,00	68,0	3,13	6,25
80	1,4741	1,4723	19	14,0	1,30	78,7	4,70	6,10

- 20 -

Kessreihe Nr. 43

10 g Kieselgel weitporig ungetrocknet + 20 ccm Benzollsg.

PK	Rv	Rn	RD	DE	KA	KL	P	ccm
10	1,3782	1,3767	15	12,5	1,20	8,80	1,10	1,72
20	1,3213	1,3890	25	13,0	1,77	12,2	1,23	2,12
30	1,4098	1,4012	26	13,5	1,98	22,1	1,33	2,70
40	1,4182	1,4157	25	13,5	1,85	38,2	1,61	2,98
50	1,4319	1,4297	22	13,7	1,61	49,9	1,74	3,12
60	1,4461	1,4443	18	13,8	1,30	58,8	2,42	3,15
70	1,4632	1,4689	13	14,0	0,93	69,1	3,23	3,08
80	1,4741	1,4732	9	14,0	0,63	79,4	4,03	3,15

Kessreihe Nr. 44

10 g Kieselgel 3 enpfig I ungetrocknet + 20 ccm Toluollsg.

PK	Rv	Rn	RD	DE	KA	KL	P	ccm
10	1,3704	1,3743	41	13,0	3,19	6,69	1,07	3,35
20	1,3910	1,3863	55	13,0	4,22	15,2	1,19	5,02
30	1,4041	1,3983	58	13,2	4,40	25,6	1,34	5,90
40	1,4182	1,4123	57	13,3	4,30	35,7	1,55	6,70
50	1,4323	1,4273	50	13,3	3,76	46,2	1,66	7,00
60	1,4450	1,4411	39	13,3	2,92	57,1	2,33	6,80
70	1,4583	1,4554	23	13,3	2,20	67,0	3,11	6,85
80	1,4720	1,4700	20	13,3	1,50	78,4	4,64	7,00

Kessreihe Nr. 45

10 g Kieselgel 3 enpfig II ungetrocknet + 20 ccm Toluollsg.

PK	Rv	Rn	RD	DE	KA	KL	P	ccm
10	1,3784	1,3752	32	13,0	2,46	7,54	1,08	2,66
20	1,3918	1,3873	45	13,0	3,46	16,9	1,20	4,15
30	1,4041	1,3992	49	13,2	3,70	26,3	1,35	5,02
40	1,4182	1,4137	45	13,3	3,40	36,6	1,50	5,35
50	1,4323	1,4287	36	13,3	2,70	47,9	1,70	5,14
60	1,4450	1,4420	30	13,3	2,25	57,7	2,36	5,33
70	1,4583	1,4562	21	13,3	1,50	68,4	3,16	5,01
80	1,4720	1,4705	15	13,3	1,19	78,9	4,73	5,36

Kieselsäure Nr. 46

10 g Kieselsäure mittelporig ungetrocknet + 20 ccm Solvöllig.

Nr	Nv	Nu	NB	NF	NA	NL	N	oem
10	1,3784	1,3750	34	13,0	2,70	7,30	1,08	2,90
20	1,3918	1,3872	46	13,0	3,84	13,5	1,25	4,25
30	1,4041	1,3990	51	13,2	3,86	28,1	1,73	5,20
40	1,4182	1,4131	51	13,3	3,84	36,1	1,56	6,00
50	1,4323	1,4280	43	13,3	3,20	46,8	1,08	6,00
60	1,4458	1,4415	35	13,3	2,64	57,4	2,34	6,10
70	1,4583	1,4539	29	13,3	2,10	67,9	3,12	6,55
80	1,4720	1,4703	17	13,3	1,28	70,7	4,73	6,01

Kieselsäure Nr. 47

10 g Kieselsäure weitporig ungetrocknet + 20 ccm Solvölligung.

Nr	Nv	Nu	NB	NF	NA	NL	N	oem
10	1,3784	1,3770	14	13,0	1,08	5,92	1,09	1,19
20	1,3918	1,3893	25	13,0	1,92	10,1	1,22	2,35
30	1,4041	1,4014	27	13,2	2,04	27,9	1,39	2,63
40	1,4182	1,4158	24	13,3	1,80	38,2	1,61	2,90
50	1,4323	1,4302	21	13,3	1,56	48,4	1,94	3,7
60	1,4458	1,4433	17	13,3	1,28	50,7	2,42	3,1
70	1,4583	1,4569	14	13,3	1,05	60,9	3,22	3,40
80	1,4720	1,4712	8	13,3	0,81	79,4	4,05	2,35

Kieselsäure Nr. 48

10 g Kieselsäure feingporig I ungetrocknet + 20 ccm Solvöllig.

Nr	Nv	Nu	NB	NF	NA	NL	N	oem
10	1,3788	1,3749	39	13,0	3,00	7,00	1,08	3,20
20	1,3921	1,3867	54	13,0	4,15	19,8	1,19	4,35
30	1,4048	1,3989	59	13,0	4,55	23,4	1,34	6,10
40	1,4187	1,4129	56	13,0	4,30	35,5	1,50	6,70
50	1,4324	1,4276	48	13,0	3,70	46,3	1,66	6,90
60	1,4447	1,4403	39	13,0	3,00	57,0	2,32	7,00
70	1,4575	1,4546	29	13,0	2,25	67,6	3,12	6,95
80	1,4703	1,4683	20	13,0	1,54	70,5	4,64	7,15

Kennreihe Nr. 49

10 g Kieselsigel ϵ engerporig II ungetrocknet + 20 ccm Glykollsg.

Nr	NV	Nn	NB	DS	SA	SL	F	ccm
10	1,3788	1,3756	32	13,0	2,46	7,54	1,08	2,66
20	1,3921	1,3827	44	13,0	3,40	16,6	1,80	4,10
30	1,4048	1,4001	47	13,0	3,60	26,4	1,36	4,90
40	1,4187	1,4142	44	13,0	3,38	36,6	1,58	5,33
50	1,4324	1,4289	36	13,0	2,75	47,1	1,89	5,22
60	1,4447	1,4416	29	13,0	2,23	57,8	2,37	5,28
70	1,4575	1,4554	21	13,0	1,62	68,4	3,17	5,12
80	1,4703	1,4688	15	13,0	1,15	78,9	4,73	5,46

Kennreihe Nr. 50

10 g Kieselsigel mittelporig ungetrocknet + 20 ccm Glykollsg.

Nr	NV	Nn	NB	DS	SA	SL	F	ccm
10	1,3788	1,3753	33	13,0	2,54	7,46	1,00	2,75
20	1,3921	1,3874	47	13,0	3,60	16,4	1,21	4,30
30	1,4048	1,3998	50	13,0	3,84	26,2	1,35	5,18
40	1,4187	1,4138	49	13,0	3,76	36,2	1,57	5,30
50	1,4324	1,4281	43	13,0	3,30	46,6	1,87	6,20
60	1,4447	1,4411	36	13,0	2,77	57,1	2,34	6,48
70	1,4575	1,4548	27	13,0	2,07	67,8	3,11	6,43
80	1,4703	1,4685	18	13,0	1,58	78,5	4,66	6,4

Kennreihe Nr. 51

10 g Kieselsigel weitporig ungetrocknet + 20 ccm Glykollsg.

Nr	NV	Nn	NB	DS	SA	SL	F	ccm
10	1,3788	1,3773	15	13,0	1,15	6,85	1,00	1,26
20	1,3921	1,3897	24	13,0	1,65	12,1	1,22	2,00
30	1,4048	1,4022	26	13,0	2,00	28,0	1,39	2,78
40	1,4187	1,4162	25	13,0	1,94	37,1	1,61	3,12
50	1,4324	1,4302	22	13,0	1,70	42,3	1,83	3,30
60	1,4447	1,4429	18	13,0	1,33	56,6	2,42	3,33
70	1,4575	1,4562	13	13,0	1,00	69,00	3,21	3,23
80	1,4703	1,4693	8	13,0	0,62	73,5	4,81	3,

Reihe Nr. 52 - 59

- Aufgabe: Prüfung des Einflusses der Doppelbindungen von Ringkohlenwasserstoffen bei der Adsorption an Kieselgel und Aktivkohle
- Subst: Benzol (Refr. 1,5044-16°) Dekalin (Refr. 1,4682-16°) Tetralin (Refr. 1,5447-16°) Naphtholin (Refr. ---)
- Lösungsmittel: Benzol 50-100° (Refr. 1,3997-16°)
- Sorten: Kieselgel 8 engporig II
Aktivkohle (Merck)
- Mengen: 10 g Kieselgel bzw. 4 g Aktivkohle + 20 ccm Lsg. (bei Naphtholin 1,17 g = 1 ccm)

Reihe Nr. 52

10 g Kieselgel 8 engporig II + 20 ccm Benzollösung

Nr	BV	Bn	RD	DR	SA	L	S	ccm
2	1,3919	1,3903	16	10	1,60	6,40	1,61	1,67
4	1,3934	1,3913	21	10	2,10	1,90	1,92	2,15
6	1,3955	1,3926	29	10	2,90	3,10	1,63	2,91
8	1,3976	1,3943	33	10,2	3,22	4,70	1,65	3,37
10	1,3997	1,3962	35	10,6	3,30	6,70	1,67	3,55
20	1,4137	1,4063	44	10,8	4,20	15,8	1,19	5,0
30	1,4219	1,4173	46	11,8	4,10	25,9	1,33	5,34
40	1,4333	1,4287	46	11,4	4,05	35,2	1,56	6,33
50	1,4437	1,4397	40	11,4	3,90	46,5	1,67	6,4
60	1,4564	1,4530	34	11,6	2,92	57,1	2,33	6,6
70	1,4684	1,4659	25	11,8	2,12	67,9	3,11	6,60
80	1,4796	1,4779	17	12,0	1,42	78,6	4,67	6,60

Reihe Nr. 53

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Benzollösung

Nr	BV	Bn	RD	DR	SA	SL	S	ccm	ccm/n
2	1,3919	1,3909	10	10	1,00	1,00	1,01	1,01	1,50
4	1,3934	1,3923	11	10	1,10	2,10	1,01	1,13	2,05
6	1,3955	1,3939	16	10	1,60	4,40	1,04	1,66	3,25

PK	BV	Rn	RD	SP	SA	SL	F	ooc	ooc/u
8	1,3976	1,3969	18	10,2	1,57	6,43	1,06	1,66	3,59
15	1,3997	1,3979	18	10,6	1,70	8,30	1,09	1,82	3,30
20	1,4107	1,4087	20	10,8	1,85	10,2	1,22	2,25	5,30
30	1,4213	1,4200	19	11,2	1,70	20,3	1,37	2,16	3,65
40	1,4333	1,4313	20	11,4	1,76	38,2	1,61	2,4	7,10
50	1,4437	1,4419	18	11,4	1,53	48,4	1,94	1,77	7,70
60	1,4564	1,4550	14	11,6	1,41	50,8	2,42	2,93	7,30
70	1,4684	1,4672	12	11,9	1,42	60,9	3,20	3,03	8,30
80	1,4796	1,4789	9	12,	1,67	70,3	4,4	3,05	8,10

Konkrete Nr. 54

10 g Kieselsol 2 anporig II + 20 ooc Dekalinalung

PK	BV	Rn	RD	SP	SA	SL	F	ooc	ooc/u
2	1,3917	1,3915	2						
4	1,3932	1,3931	1	wegen geringfügigkeit nicht berechn.					
6	1,3952	1,3950	2						
8	1,3969	1,3969	0						
10	1,3988	1,3987	1						
20	1,4087	1,4086	1						
30	1,4184	1,4182	2						
40	1,4272	1,4272							
50	1,4364	1,4364	0						
60	1,4447	1,4447	0						
70	1,4532	1,4532	0						
80	1,4616	1,4616	0						

Konkrete Nr. 55

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ooc Dekalinalung

PK	BV	Rn	RD	SP	SA	SL	F	ooc	ooc/u
2	1,3912	1,3912	3	10,0	0,50	1,50	1,01	0,51	0,79
4	1,3932	1,3927	3	10,0	0,50	3,50	1,04	0,57	0,94
6	1,3952	1,3945	3	10,0	0,50	5,50	1,05	0,58	1,06
8	1,3969	1,3964	3	10,0	0,50	7,50	1,08	0,58	1,15
10	1,3988	1,3981	7	10,	0,70	9,5	1,10	0,7	1,65

Nr	Nv	Nn	Np	Nq	Nr	Ns	Nt	Nu	Nv
20	1,4087	1,4081	6	9,8	0,60	19,4	1,24	0,75	1,79
30	1,4184	1,4177	7	9,4	0,75	29,2	1,41	1,06	2,55
40	1,4272	1,4267	5	9,0	0,55	39,4	1,64	0,92	2,25
50	1,4364	1,4359	5	8,8	0,53	49,4	1,86	1,08	2,70
60	1,4447	1,4443	4	8,6	0,48	59,5	2,47	1,16	2,95
70	1,4552	1,4529	5	8,4	0,56	69,6	3,29	1,1	2,95
80	1,4616	1,4613	3	8,2	0,55	79,6	4,2	1,1	4,20

Neuerreihe Nr. 56

10 g Kieselsigel 1 engporig 11 + 20 ccn Tetralinlösung

Nr	Nv	Nn	Np	Nq	Nr	Ns	Nt	Nu	Nv
2	1,3926	1,3904	22	16,2	1,36	0,64	1,01	1,37	
4	1,3960	1,3928	36	16,2	2,20	1,00	1,02	2,25	
6	1,3991	1,3942	49	16,2	3,00	3,00	1,03	3,00	
8	1,4023	1,3968	59	16,2	3,40	4,60	1,05	3,57	
10	1,4059	1,3997	62	16,2	3,80	6,20	1,06	4,00	
20	1,4222	1,4147	75	16,2	4,60	15,4	1,15	5,00	
30	1,4385	1,4313	78	16,0	4,25	25,7	1,34	5,7	
40	1,4535	1,4463	66	15,5	4,25	35,7	1,56	6,6	
50	1,4704	1,4649	55	15,5	3,50	46,4	1,16	8,6	
60	1,4844	1,4799	45	15,0	3,00	57,0	2,32	6,95	
70	1,4991	1,4959	35	15,0	2,20	67,6	3,00	6,7	
80	1,5132	1,5107	25	14,0	1,64	76,2	4,50	7,0	

Neuerreihe Nr. 57

4 g Aktivkohle (Wack) + 20 ccn Tetralinlösung

Nr	Nv	Nn	Np	Nq	Nr	Ns	Nt	Nu	Nv
2	1,3926	1,3907	19	16,2	1,10	3,02	1,01	1,1	1,05
4	1,3960	1,3931	29	16,2	1,70	3,71	1,02	1,1	3,20
6	1,3991	1,3956	35	16,2	2,16	3,74	1,04	2,25	0,50
8	1,4023	1,3986	37	16,2	2,30	5,70	1,06	3,44	5,10
10	1,4059	1,4016	43	16,2	2,70	7,30	1,07	2,0	6,20
20	1,4222	1,4174	48	16,2	3,00	17,0	1,21	3,44	5,50
30	1,4385	1,4336	49	16,0	3,25	26,0	1,37	4,10	1,0

PK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	S	con	con/u
40	1,4535	1,4491	44	15,5	2,88	37,1	1,59	4,53	11,3
50	1,4784	1,4666	38	19,5	2,45	47,5	1,91	4,68	11,7
60	1,4844	1,4813	31	15,0	2,86	87,9	2,38	4,91	12,2
70	1,4991	1,4966	25	15,0	1,69	68,3	2,17	5,27	13,0
80	1,5132	1,5129	17	14,0	1,2	78,0	4,72	5,66	14,-

Reihe Nr. 58

10 g Kieselgel S engporig II + 20 ccm Naphthalinlösung

PK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	S	con	con/u
2	1,3949	1,3947	42	27,0	1,55	0,45	1,01	1,97	
4	1,4004	1,3936	68	27,0	2,59	1,50	1,42	2,59	
6	1,4058	1,3973	85	27,0	3,15	2,85	1,33	3,75	
8	1,4113	1,4027	91	27,0	3,4	4,50	1,05	3,57	

Reihe Nr. 59

4 kg Aktivkohle (Aerok) + 20 ccm Naphthalinlösung

PK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	S	con	con/u
2	1,3949	1,3904	45	27,0	1,66	0,34	1,01	1,5	2,61
4	1,4004	1,3941	63	27,0	2,33	1,65	1,42	2,4	4,30
6	1,4058	1,3990	69	27,0	2,50	3,50	1,04	2,6	5,20
8	1,4113	1,4041	72	27,0	2,7	5,20	1,06	2,95	5,90

Reihe Nr. 60 - 69

Aufgabe: Prüfung des Einflusses der Doppelbindungen bei ring-Kohlenwasserstoffen mit Seitenkette bei der Adsorption an Kieselgel und Aktivkohle.

Subst: Methylcyclohexan (Refr. 1,4286-13⁰) Toluol (Refr. 1,4701-15⁰)
o-Nethylnaphthalin (Refr. 1,6209 - 12,5⁰)

Legmittl: Benzol 50-100⁰ (Refr. 1,3928 - 13⁰)

Substanz: Kieselgel S engporig II und Aktivkohle (Aerok)

Verf: 10 g bzw. 4 g + 20 ccm Lösung

Reihe Nr. 60

10 g Nicotgel B engporig II + 20 ccn Methylcyclohexanleg.

PK	Rv	Rn	RD	DM	SA	SL	F	ccn
10	1,3963	1,3963	0					keine messbare Adsorption
20	1,3999	1,3999	1					
30	1,4038	1,4038	0					
40	1,4077	1,4077	0					
50	1,4112	1,4112	0					
60	1,4148	1,4147	1					
70	1,4183	1,4183	0					
80	1,4217	1,4217	0					

Reihe Nr. 61

4 g Aktivkohle (Marok) + 20 ccn Methylcyclohexanleg.

PK	Rv	Rn	RD	DM	SA	SL	F	ccn
10	1,3963	1,3963	0					keine messbare Adsorption
20	1,3999	1,3999	0					
30	1,4038	1,4077	1					
40	1,4077	1,4077	0					
50	1,4112	1,4111	1					
60	1,4148	1,4148	0					
70	1,4183	1,4183	0					
80	1,4217	1,4217	0					

Reihe Nr. 62

10 g Nicotgel B engporig II + 20 ccn Toluollösung

PK	Rv	Rn	RD	DM	SA	SL	F	ccn
10	1,4512	1,3976	36	10,4	3,85	6,58	1,86	3,7
20	1,4110	1,4075	45	10,6	4,25	15,7	1,10	5,7
30	1,4225	1,4179	46	10,8	4,30	25,7	1,35	5,8
40	1,4333	1,4290	43	10,9	3,95	36,1	1,56	6,2
50	1,4442	1,4404	38	11,0	3,50	46,5	1,87	6,5
60	1,4550	1,4519	29	11,1	2,6	57,4	2,35	6,1
70	1,4662	1,4639	23	11,2	2,65	67,0	3,13	6,9
80	1,4775	1,4760	15	11,4	1,30	78,7	4,67	6,1

Massreihe Nr. 63

4 g Aktivkohle (Serok) + 20 ccm Toluollösung

SK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	F	ccm	ccm/a
10	1,4012	1,3393	19	10,4	1,03	8,17	1,08	2,70	4,30
20	1,4116	1,4094	24	10,6	2,30	17,7	1,22	2,92	6,60
30	1,4325	1,4200	25	10,8	2,30	27,7	1,39	3,20	7,70
40	1,4333	1,4310	23	10,9	2,10	37,9	1,61	3,40	8,30
50	1,4442	1,4422	20	11,0	1,80	48,2	1,94	3,50	8,30
60	1,4550	1,4534	16	11,1	1,45	58,5	2,42	3,50	8,70
70	1,4662	1,4650	12	11,2	1,07	68,9	3,28	3,30	8,20
80	1,4775	1,4767	8	11,4	0,70	79,3	4,83	3,40	8,50

Massreihe Nr. 64

10 g Kieselgel E unporig II + 20 ccm n-Methylnaphthalin

SK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	F	ccm	ccm/a
10	1,4153	1,4060	103	23,5	4,40	5,60	1,06	4,65	
20	1,4336	1,4277	119	23,3	5,10	14,9	1,18	6,70	
30	1,4527	1,4612	115	23,1	5,80	25,0	1,33	6,65	
40	1,4657	1,4748	109	23,0	6,75	35,2	1,54	7,30	
50	1,5007	1,5007	90	23,0	7,90	46,1	1,85	7,20	
60	1,5325	1,5253	70	22,8	9,07	56,9	2,32	7,15	
70	1,5549	1,5494	55	22,4	10,55	67,5	3,06	7,30	
80	1,5771	1,5754	37	22,2	1,67	78,5	4,55	7,60	

Massreihe Nr. 65

4 g Aktivkohle (Serok) + 20 ccm n-Methylnaphthalinlösung

SK	Rv	Rn	RD	DE	SA	SL	F	ccm	ccm/a
10	1,4163	1,4036	67	23,5	2,09	7,15	1,03	2,95	6,30
20	1,4326	1,4311	83	23,3	3,65	16,4	1,13	4,45	11,9
30	1,4627	1,4543	64	23,4	5,63	26,4	1,36	4,35	11,9
40	1,4657	1,4707	70	23,0	7,05	36,9	1,59	4,85	11,9
50	1,5037	1,5035	52	23,0	8,70	47,3	1,90	5,10	12,7
60	1,5325	1,5277	48	22,8	10,10	57,9	2,30	5,00	12,5
70	1,5549	1,5512	37	22,4	11,69	68,3	3,17	5,25	13,1
80	1,5771	1,5747	24	22,2	13,08	78,3	4,76	5,14	12,6

Reihe Nr. 66 - 77

Aufgabe: Vergleich der Adsorption von Ringkohlenwasserstoffen mit 6 C-Atomen und verschiedener Zahl an Doppelbindungen.

Subst: Cyclohexan (Sfr. 1,4276-15°C) Cyclohexen (1,4493) Benzol (1,5047-15°C)

Löslich: Benzol 30-1.0°C (Sfr. 1,3305-15°C)

Porbahn: Kieselgel 2 engporig II und Aktivschle (Aerok) Aluminiumoxyd nach Brockmann, Bleichschle (Aerok)

Mengen: 10 g + 20 ccm Lösung (bei Schle 4 g)

Reihe Nr. 66

10 g Kieselgel engporig II + 20 ccm Benzollösung

PK	W	Kn	SD	LD	SL	F	ccm
10	1,4011	1,5375	36	13,5	3,50	6,50	1,07 3,75
20	1,4117	1,4671	46	14,8	4,30	13,7	1,19 5,10
30	1,4226	1,4180	46	11,1	4,15	25,8	1,35 5,60
40	1,4356	1,4311	45	11,3	4,35	35,0	1,56 6,32
50	1,4450	1,4430	40	11,5	3,50	46,5	1,86 6,40
60	1,4566	1,4532	34	11,7	3,90	57,1	2,33 6,75
70	1,4623	1,4656	24	11,9	2,04	67,9	3,10 6,85
80	1,4800	1,4782	18	11,8	1,53	78,5	4,64 7,05

Reihe Nr. 67

10 g Aluminiumoxyd + 20 ccm Benzollösung

PK	W	Kn	SD	LD	SL	F	ccm
10	1,4011	1,4004	7	10,3	0,70	9,30	1,10 0,77
20	1,4117	1,4108	9	10,8	0,85	19,1	1,24 1,33
30	1,4226	1,4217	9	11,1	0,81	29,2	1,41 1,12
40	1,4356	1,4347	9	11,3	0,80	39,2	1,64 1,31
50	1,4450	1,4442	8	11,5	0,70	49,3	1,97 1,58
60	1,4566	1,4548	8	11,7	0,70	59,3	2,46 1,73
70	1,4623	1,4677	6	11,8	0,50	69,3	3,28 1,65
80	1,4800	1,4796	4	11,6	0,34	79,66	4,92 1,67

Konzreihe Nr. 68

10 g Bleicherde + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	ND	NF	NA	NL	N	ccm
10	1,4011	1,4006	3	10,3	0,30	9,30	1,10	0,50
20	1,4117	1,4111	6	10,8	0,36	10,4	1,24	0,71
30	1,4226	1,4221	5	11,1	0,45	10,5	1,42	0,64
40	1,4356	1,4351	5	11,3	0,45	10,5	1,65	0,74
50	1,4450	1,4446	4	11,5	0,35	10,6	1,90	0,69
60	1,4566	1,4562	4	11,7	0,35	10,5	2,40	0,77
70	1,4683	1,4683	3	11,6	0,25	10,7	3,21	0,85
80	1,4800	1,4798	2	11,8	0,17	10,8	4,00	0,84

Konzreihe Nr. 69

4 g Aktivkohle + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	ND	NF	NA	NL	N	ccm	ccm/a
10	1,4011	1,3994	17	10,3	1,05	9,25	1,00	1,70	3,85
20	1,4117	1,4096	21	10,0	1,35	10,1	1,22	2,50	5,60
30	1,4226	1,4204	22	11,1	1,90	10,0	1,33	1,70	6,60
40	1,4356	1,4335	21	11,3	1,06	10,1	1,60	2,0	7,50
50	1,4450	1,4432	19	11,5	1,57	10,4	1,94	2,5	7,60
60	1,4566	1,4551	19	11,7	1,20	10,7	2,42	1,1	7,75
70	1,4683	1,4671	12	12,0	1,02	10,9	3,22	3,00	8,20
80	1,4800	1,4792	9	11,8	0,60	10,3	4,00	1,20	8,20

Konzreihe Nr. 70

10 g Nicotinsäure + 20 ccm Benzollösung

Nr	Nv	Nn	ND	NF	NA	NL	N	ccm
10	1,3966	1,3954	12	5,0	2,07	7,5	1,00	2,00
20	1,4025	1,4000	17	5,0	2,32	17,0	1,21	3,00
30	1,4081	1,4064	17	5,0	2,93	26,9	1,37	4,0
40	1,4130	1,4123	15	5,0	2,80	37,4	1,50	4,10
50	1,4190	1,4183	13	5,0	2,25	47,7	1,30	4,30
60	1,4156	1,4146	10	5,0	1,70	50,3	2,37	4,0
70	1,4315	1,4307	8	5,0	1,38	60,6	3,10	4,40
80	1,4373	1,4360	5	5,0	0,86	71,1	4,30	4,10

Reihe Nr. 71

10 g Aluminiumoxyd + 20 ccm Cyclohexenlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	ccm
10	1,3966	1,3964	2	5,8	0,34	9,66	1,11	0,38
20	1,4025	1,4021	4	5,8	0,69	19,3	1,24	0,95
30	1,4081	1,4076	5	5,8	0,86	29,1	1,41	1,21
40	1,4138	1,4134	4	5,0	0,69	39,3	1,64	1,18
50	1,4198	1,4195	3	5,8	0,92	49,5	1,98	1,40
60	1,4156	1,4153	3	5,8	0,52	59,5	2,07	1,30
70	1,4315	1,4313	2	5,8	0,34	69,6	3,30	1,10
80	1,4373	1,4372	1	5,8	0,17	79,8	4,95	0,65

Reihe Nr. 72

10 g Bleicherde + 20 ccm Cyclohexenlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	ccm
10	1,3966	1,3964	2	5,8	0,34	9,66	1,11	0,38
20	1,4025	1,4023	3	5,8	0,52	19,5	1,24	0,64
30	1,4081	1,4078	3	5,8	0,52	29,5	1,42	0,74
40	1,4138	1,4135	3	5,8	0,34	39,5	1,65	0,85
50	1,4198	1,4196	2	5,8	0,34	49,7	1,39	0,88
60	1,4156	1,4155	1	5,8	0,17	59,8	2,49	0,42
70	1,4315	1,4314	1	5,8	0,17	69,8	3,33	0,55
80	1,4373	1,4373	0	5,8	0,00	80,0	5,0	0,00

Reihe Nr. 73

4 g Aktivkohle + 20 ccm Cyclohexenlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	ccm	ccm/u
10	1,3966	1,3961	3	5,0	0,85	9,15	1,10	0,95	2,05
20	1,4025	1,4019	6	5,0	1,05	18,9	1,23	1,30	3,05
30	1,4081	1,4075	6	5,8	1,05	28,9	1,40	1,40	3,50
40	1,4138	1,4133	5	5,8	0,85	39,1	1,53	1,40	3,50
50	1,4198	1,4193	5	5,8	0,85	49,1	1,98	1,65	4,10
60	1,4156	1,4153	3	5,8	0,52	59,5	2,49	1,30	3,25
70	1,4315	1,4312	3	5,8	0,52	69,5	3,26	1,70	4,25
80	1,4373	1,4371	2	5,8	0,34	79,6	4,92	1,75	4,25

- 32 -

Konzerte Nr. 74

10 g Kieselsigel K emporig II + 20 ccm Cyclohexanlösung

Stk	Rv	Rn	Rp	Rq	Rr	Sl	S	ccm
10	1,3945	1,3945	2					keine messbare Adsorption
20	1,3984	1,3985	1					
30	1,4021	1,4021	1					
40	1,4060	1,4060	0					
50	1,4097	1,4097	0					
60	1,4135	1,4135	0					
70	1,4176	1,4176	0					
80	1,4215	1,4215	0					

Konzerte Nr. 75

10 g Aluminiumoxyd + 20 ccm Cyclohexanlösung

Stk	Rv	Rn	Rp	Rq	Rr	Sl	S	ccm
10	1,3945	1,3945	0					keine messbare Adsorption
20	1,3984	1,3984	0					
30	1,4021	1,4021	0					
40	1,4060	1,4060	0					
50	1,4097	1,4097	0					
60	1,4135	1,4135	0					
70	1,4176	1,4176	0					
80	1,4215	1,5215	0					

Konzerte Nr. 76

10 g Bleicherde + 20 ccm Cyclohexanlösung

Stk	Rv	Rn	Rp	Rq	Rr	Sl	S	ccm
10	1,3945	1,3945	0					keine messbare Adsorption
20	1,3984	1,3984	0					
30	1,4021	1,4021	0					
40	1,4060	1,4060	0					
50	1,4097	1,4097	0					
60	1,4135	1,4135	0					
70	1,4176	1,4176	0					
80	1,4215	1,4215	0					

Reihe Nr. 77

4 g Aktivkohle + 20 cm Cyclohexanlösung

Nr.	NV	Sn	AD	BE	SA	PL	Z	cm
10	1,3945	1,3944	1					keine messbare Adsorption
20	1,3924	1,3924	0					
30	1,4021	1,4020	1					
40	1,4060	1,4059	1					
50	1,4097	1,4097	0					
60	1,4135	1,4135	0					
70	1,4176	1,4176	0					
80	1,4215	1,4215	0					

Reihe Nr. 78 - 85Aufgabe: Einfluss der Kettenlänge von n-Paraffinen bei der Adsorption an Kieselgel und AktivkohleVerbst: Dodekan (Nmr. 1,4279-15⁰), Cetan (kristallin), Oktadekan (kristallin)Temper: 50 - 170⁰C (Nmr. 1,3921-11⁰2)Substan: Kieselgel 2 ungerig II
Aktivkohle (Merck)Quant: 10 g + 20 cm Lösung (bei -kohle 4 g)Reihe Nr. 79

10 g Kieselgel 2 ungerig + 20 cm Lösung (Dodekan)

Nr.	NV	Sn	AD	BE	SA	PL	Z	cm
10	1,3945	1,3945	0					keine messbare Adsorption
20	1,3929	1,3924	1					
30	1,4022	1,4022	0					
40	1,4061	1,4062	+1					
50	1,4099	1,4099	0					
60	1,4135	1,4139	+1					
70	1,4174	1,4174	0					
80	1,4212	1,4212	0					

- 33 -

Messreihe Nr. 73

4 g Aktivkohle (porok) + 20 ccm Kochsalzlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	oem	oem/u
10	1,3945	1,3942	3	3,75	0,80	9,20	1,10	0,88	1,90
20	1,3983	1,3978	5	3,75	1,35	18,6	1,23	1,65	3,90
30	1,4022	1,4017	5	3,75	1,35	28,6	1,43	1,90	4,55
40	1,4061	1,4056	5	3,75	1,35	38,6	1,63	2,29	5,40
50	1,4099	1,4095	4	3,75	1,05	48,9	1,96	2,10	5,80
60	1,4138	1,4135	5	3,75	0,60	59,2	2,46	2,00	5,00
70	1,4174	1,4172	2	3,75	0,52	69,5	3,27	1,70	4,25
80	1,4212	1,4210	2	3,75	0,52	79,7	7,30	2,50	6,40

Messreihe Nr. 80

10 g Kieselgel 2 engporig II + 20 ccm Cetanlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	oem
10	1,3972	1,3973	+1	5,1	0,20	10,2	1,01	2,00
20	1,4024	1,4025	+1	5,1	0,20	20,2	9,00	1,00
30	1,4075	1,4077	+2	5,1	0,40	30,4	3,30	1,30
40	1,4125	1,4128	+3	5,1	0,60	40,6	2,50	1,50
50	1,4174	1,4178	+4	5,1	0,80	50,8	2,00	1,60
60	1,4226	1,4231	+5	5,1	1,00	61,0	1,85	1,65
70	1,4275	1,4281	+6	5,1	1,20	71,2	1,40	1,70
80	1,4326	1,4331	+5	5,1	1,00	81,0	1,25	1,25

Messreihe Nr. 81

4 g Aktivkohle (porok) + 20 ccm Cetanlösung

Nr	Rv	Rn	RD	DF	FA	FL	F	oem	oem/u
10	1,3972	1,3964	8	5,1	1,60	8,40	1,09	1,75	3,75
20	1,4024	1,4014	10	5,1	2,00	18,0	1,22	2,45	5,75
30	1,4075	1,4064	11	5,1	2,15	27,8	1,39	3,00	7,20
40	1,4125	1,4116	9	5,1	1,75	38,2	1,62	2,50	7,00
50	1,4174	1,4166	8	5,1	1,60	48,4	1,94	3,10	7,70
60	1,4226	1,4220	6	5,1	1,20	58,8	2,44	2,35	7,40
70	1,4275	1,4271	4	5,1	0,80	69,2	2,22	2,65	6,60
80	1,4326	1,4325	3	5,1	0,60	79,4	4,85	2,90	7,30

- 34 -

Reihe Nr. 82

10 g Kieselgel 5 unsporig II + 20 ccm Oktadekanlösung

Nr	Nv	Nn	NB	NF	NA	NL	N	ccm
10	1,3962	1,3963	+1	5,2	0,20	10,2	10,0	2,00
20	1,4016	1,4018	+2	5,2	0,40	20,4	5,00	2,00
30	1,4072	1,4074	+2	5,2	0,40	30,4	3,30	1,35
40	1,4127	1,4129	+2	5,2	0,40	40,4	2,50	1,00
50	1,4181	1,4184	+3	5,2	0,60	50,6	2,0	1,20
60	1,4235	1,4240	+5	5,2	1,0	61,0	1,65	1,65
70	1,4290	1,4296	+6	5,2	1,20	71,2	1,40	1,70
80	1,4344	1,4349	+5	5,2	1,0	81,0	1,25	1,25

Reihe Nr. 83

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Oktadekanlösung

Nr	Nv	Nn	NB	NF	NA	NL	N	ccm	ccm/u
10	1,3962	1,3955	9	5,2	1,75	0,27	1,00	1,00	4,00
20	1,4016	1,4005	11	5,2	2,10	17,9	1,21	2,50	6,00
30	1,4072	1,4061	11	5,2	2,1	27,9	1,37	2,00	6,90
40	1,4127	1,4117	10	5,2	2,00	38,0	1,61	3,20	7,80
50	1,4181	1,4173	8	5,2	1,60	48,4	1,93	5,10	7,80
60	1,4235	1,4228	7	5,2	1,40	59,6	2,42	3,30	8,20
70	1,4290	1,4286	4	5,2	0,60	69,2	3,25	2,60	6,50
80	1,4344	1,4341	3	5,2	0,60	79,4	4,30	3,0	7,50

Reihe Nr. 84

10 g Kieselgel 5 unsporig II + 20 ccm Octanlösung

Nr	Nv	Nn	NB	NF	NA	NL	N	ccm
10	1,3983	1,3975	8	6,2	1,30	0,70	1,00	1,40
20	1,4042	1,4032	10	5,9	1,7	18,5	1,25	2,10
30	1,4100	1,4089	11	5,7	1,95	28,0	1,30	2,70
40	1,4158	1,4149	10	5,5	1,80	38,2	1,61	2,90
50	1,4216	1,4202	8	5,5	1,45	48,5	1,74	1,80
60	1,4263	1,4257	6	5,3	1,15	58,8	2,42	2,80
70	1,4314	1,4310	4	5,1	0,80	69,2	3,20	2,60
80	1,4364	1,4361	3	4,9	0,60	79,4	4,35	2,00

Reihe Nr. 85

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Cetenlösung

Nr	Rv	Rn	Rp	Rq	RA	RL	R	ccm	ccm/u
10	1,3983	1,3974	9	6,2	1,45	8,55	1,99	1,60	3,45
20	1,4042	1,4032	10	5,9	1,70	18,3	1,23	2,10	5,00
30	1,4100	1,4089	11	5,7	1,91	28,1	1,39	2,70	6,50
40	1,4155	1,4145	10	5,5	1,80	30,2	1,62	2,90	7,10
50	1,4210	1,4203	7	5,5	1,25	48,7	1,95	2,45	6,15
60	1,4263	1,4256	7	5,3	1,31	55,7	2,42	3,15	7,90
70	1,4314	1,4310	4	5,1	0,80	69,2	3,25	2,60	6,50
80	1,4364	1,4362	2	4,9	0,40	79,6	4,85	2,10	7,25

Reihe Nr. 86 - 101Aufgabe: Prüfung des Einflusses der Korngröße der Kieselsäure bei der B-Adsorption.Subst: Benzol (Refr. 1,5024 - 17°D)Legittel: Petroläther (Refr. 1,5739 - 17°D)Sortens: Kieselsäure engporig I ungetrocknet (NR 86-93) und dasselbe getrocknet (NR 94-101) in den Korngrößen:

größer 16 Maschen

16 - 25 Maschen

25 - 144

144 - 900

900 - 1600

1600 - 2500

2500 - 4900

kleiner 4900

Vorgang: 10 g + 20 ccm LösungZeit: 1. Messung nach 5 Minuten, 2. Messung nach 10 Min.

3. Messung nach 15 Minuten. (Die Werte der 2. und 3.

Messung sind hier weggelassen, weil bei der 3. Messung die Werte für die verschiedenen Korngrößen übereinstimmen und bei der 2. Messung die Werte übereinstimmen und bei der 3. Messung liegen.

Reihe Nr. 86

10 g Kieselgel II ungetr. 16 H. + 20 cm Benzollsg.

Nr	NV	NB	RD	RA	SA	SL	P	com
10	1,3657	1,3696	21	11,9	1,8	8,2	1,09	1,93
20	1,3979	1,3952	27	12,1	2,2	17,8	1,22	2,76
30	1,4098	1,4109	29	12,4	2,3	27,7	1,59	3,23
40	1,4226	1,4206	28	12,7	2,2	37,8	1,61	3,49
50	1,4357	1,4335	24	12,9	1,8	46,2	1,92	3,52
60	1,4484	1,4465	19	13,1	1,5	58,5	2,41	3,63
70	1,4622	1,4600	14	13,4	1,1	68,9	3,20	3,35
80	1,4751	1,4745	10	13,6	0,7	79,2	4,63	3,53

Reihe Nr. 87

10 g Kieselgel II ungetr. 16 - 25 H. + 20 cm Benzollsg.

Nr	NV	NB	RD	RA	SA	SL	P	com
10	1,3857	1,3835	24	11,9	2,0	8,00	1,09	2,23
20	1,3979	1,3947	32	12,1	2,6	17,4	1,31	3,2
30	1,4098	1,4061	37	12,4	3,0	27,0	1,37	4,10
40	1,4226	1,4194	34	12,7	2,7	33,5	1,60	4,53
50	1,4357	1,4330	27	12,9	2,1	47,3	1,92	4,...
60	1,4484	1,4460	24	13,1	1,8	58,2	2,42	4,40
70	1,4622	1,4605	17	13,4	1,2	68,7	3,19	4,25
80	1,4751	1,4743	12	13,6	0,9	79,1	4,78	4,21

Reihe Nr. 88

10 g Kieselgel II ungetr. 25 - 144 H. + 20 cm Benzollsg.

Nr	NV	NB	RD	RA	SA	SL	P	com
10	1,3857	1,3839	27	11,9	2,3	7,70	1,08	2,5
20	1,3979	1,3941	38	12,1	3,1	16,9	1,21	3,00
30	1,4098	1,4057	41	12,4	3,3	26,7	1,37	4,30
40	1,4226	1,4183	39	12,7	3,1	36,0	1,59	4,30
50	1,4357	1,4325	32	12,9	2,5	47,5	1,90	4,70
60	1,4484	1,4458	27	13,1	2,1	57,3	2,40	5,...
70	1,4622	1,4603	19	13,4	1,4	68,6	3,10	4,50
80	1,4751	1,4742	13	13,6	0,9	79,1	4,76	4,20

Versuchsreihe Nr. 88

10 g Nickelgelb K II ungetr. 144 - 300 M. + 20 ccn Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	Rb	Rc	Rd	Re	Rf	ccn
10	1,3857	1,3823	34	11,9	2,9	7,10	1,08	3,10
20	1,3979	1,3932	47	12,1	3,9	16,1	1,20	4,80
30	1,4098	1,4049	49	12,4	3,9	26,1	1,35	5,30
40	1,4220	1,4181	47	12,7	3,7	36,3	1,50	5,80
50	1,4357	1,4319	39	12,9	3,0	47,0	1,68	5,80
60	1,4484	1,4453	31	13,1	2,4	57,4	2,37	5,7
70	1,4622	1,4599	23	13,4	1,7	68,3	3,17	5,45
80	1,4755	1,4741	14	13,6	1,0	78,9	4,73	4,10

Versuchsreihe Nr. 90

10 g Nickelgelb K II ungetr. 9.0 - 1600 M. + 20 ccn Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	Rb	Rc	Rd	Re	Rf	ccn
10	1,3857	1,3821	36	11,9	3,0	7,0	1,08	3,20
20	1,3979	1,3932	43	12,1	4,0	16,0	1,20	4,80
30	1,4098	1,4047	51	12,4	4,1	25,9	1,35	5,50
40	1,4220	1,4180	48	12,7	3,8	36,2	1,57	6,10
50	1,4357	1,4317	40	12,9	3,1	46,9	1,68	5,80
60	1,4484	1,4451	33	13,1	2,5	57,5	2,35	5,90
70	1,4622	1,4597	25	13,4	1,9	68,1	3,73	5,85
80	1,4755	1,4739	16	13,6	1,2	78,9	4,73	5,60

Versuchsreihe Nr. 91

10 g Nickelgelb K II ungetr. 1600 - 25 C. + 20 ccn Benzollsg.

Nr	Rv	Rn	Rb	Rc	Rd	Re	Rf	ccn
10	1,3857	1,3822	35	11,9	2,9	7,10	1,08	3,10
20	1,3979	1,3931	48	12,1	3,9	16,1	1,13	4,70
30	1,4098	1,4047	51	12,4	4,1	25,9	1,35	5,50
40	1,4220	1,4180	46	12,7	3,6	36,2	1,52	6,10
50	1,4357	1,4316	41	12,9	3,2	46,9	1,68	6,10
60	1,4484	1,4450	34	13,1	2,6	57,4	2,31	6,10
70	1,4622	1,4597	28	13,4	1,9	68,1	3,13	5,85
80	1,4755	1,4738	17	13,6	1,2	78,8	4,73	5,10

Hessreihe Nr. 92

10 g Kieselgel II angetr. 2500-4900 Å. + 20 ccn Benzollsg.

Nr	NV	SN	SP	SA	SL	SL	Σ	ccn
10	1,3857	1,3822	35	11,9	2,9	7,10	1,08	3,2
20	1,3979	1,3939	49	12,1	4,0	16,0	1,19	4,0
30	1,4098	1,4048	50	12,4	4,0	26,0	1,35	5,4
40	1,4220	1,4179	49	12,7	3,90	36,1	1,57	6,40
50	1,4357	1,4315	42	12,9	3,50	46,7	1,88	6,2
60	1,4484	1,4451	37	13,1	2,50	57,5	2,05	5,9
70	1,4622	1,4598	24	13,4	1,00	68,7	3,13	5,7
80	1,4755	1,4739	16	13,6	1,20	78,9	4,73	5,6

Hessreihe Nr. 93

10 g Kieselgel II angetr. 4900 u. kleiner + 20 ccn Benzollsg.

Nr	NV	SN	SP	SA	SL	SL	Σ	ccn
10	1,3857	1,3821	36	11,9	3,0	7,0	1,08	3,2
20	1,3979	1,3939	49	12,1	4,0	16,0	1,19	4,0
30	1,4098	1,4047	51	12,4	4,1	25,9	1,35	5,5
40	1,4220	1,4179	42	12,5	3,9	36,1	1,57	6,2
50	1,4357	1,4316	41	12,9	3,4	46,6	1,87	6,0
60	1,4484	1,4450	34	13,1	2,6	57,4	2,35	6,1
70	1,4622	1,4597	25	13,4	1,9	68,2	3,13	5,05
80	1,4755	1,4738	17	13,6	1,3	78,8	4,73	5,3

Hessreihe Nr. 94

10 g Kieselgel II getr. grösser 16 Å. + 20 ccn Benzollsg.

Nr	NV	SN	SP	SA	SL	SL	Σ	ccn
10	1,3831	1,3805	26	11,3	2,2	7,0	1,08	3,30
20	1,3965	1,3945	25	12,0	2,92	17,1	1,22	3,26
30	1,4100	1,4071	27	12,3	3,0	27,0	1,37	4,10
40	1,4235	1,4199	35	12,6	2,78	37,2	1,53	4,40
50	1,4362	1,4332	29	12,9	2,95	47,7	1,91	4,10
60	1,4486	1,4463	23	13,1	1,75	58,2	2,4	4,2
70	1,4623	1,4609	17	13,4	1,27	68,7	3,2	4,5
80	1,4753	1,4741	12	13,6	0,92	79,1	4,78	4,3

Kesserei Nr. 95

10 g Kieselgel II getr. 16-25 µ. + 20 ccn Benzollösung

Nr	Rv	Rn	Rp	Sp	SA	SL	S	ccn
10	1,3831	1,3796	33	11,8	2,83	7,80	1,08	3,33
20	1,3981	1,3938	43	12,0	3,60	16,4	1,19	4,30
30	1,4108	1,4061	47	12,3	3,93	26,2	1,33	5,18
40	1,4233	1,4191	42	12,6	3,58	36,3	1,50	5,30
50	1,4361	1,4325	36	12,9	2,80	47,2	1,83	5,30
60	1,4486	1,4450	28	13,1	2,14	57,8	2,37	5,35
70	1,4625	1,4603	22	13,4	1,64	68,4	3,16	5,16
80	1,4753	1,4740	13	13,6	0,95	79,0	4,78	4,53

Kesserei Nr. 96

10 g Kieselgel II getr. 25-144 µ. + 20 ccn Benzollösung

Nr	Rv	Rn	Rp	Sp	SA	SL	S	ccn
10	1,3831	1,3793	38	11,8	3,23	6,75	1,07	3,47
20	1,3981	1,3930	51	12,0	4,25	15,7	1,19	5,6
30	1,4108	1,4053	55	12,3	4,90	25,5	1,35	6,20
40	1,4233	1,4182	51	12,6	4,5	35,9	1,56	6,30
50	1,4361	1,4320	41	12,9	3,20	46,8	1,80	6,4
60	1,4486	1,4452	34	13,1	2,80	57,4	2,36	6,10
70	1,4625	1,4600	25	13,4	1,86	68,1	3,14	5,34
80	1,4753	1,4737	16	13,6	1,18	78,0	4,72	5,60

Kesserei Nr. 97

10 g Kieselgel II getr. 144-900 µ. + 20 ccn Benzollösung

Nr	Rv	Rn	Rp	Sp	SA	SL	S	ccn
10	1,3831	1,3783	40	11,8	4,45	9,35	1,06	4,30
20	1,3981	1,3919	62	12,0	5,16	14,8	1,18	6,10
30	1,4108	1,4042	66	12,3	5,40	24,6	1,36	7,30
40	1,4233	1,4172	61	12,6	4,65	35,1	1,54	7,50
50	1,4361	1,4311	50	12,9	3,90	46,1	1,86	7,25
60	1,4486	1,4447	39	13,1	2,98	57,0	2,33	6,95
70	1,4625	1,4595	30	13,4	2,24	67,7	3,10	6,35
80	1,4753	1,4732	21	13,6	1,54	78,4	4,65	7,20

Reihe Nr. 98

10 g Kieselgel E II getr. 900-1500 M. + 20 cm Benzolieg.

Nr	Nv	En	Sp	Da	Pa	Al	F	cm
10	1,3831	1,3779	52	11,8	4,43	5,60	1,06	4,65
20	1,3901	1,3913	68	12,0	5,73	14,3	1,17	6,60
30	1,4100	1,4030	70	12,3	5,70	24,3	1,31	7,50
40	1,4233	1,4167	66	12,6	5,25	34,7	1,53	8,10
50	1,4361	1,4336	55	12,9	4,27	45,7	1,84	7,85
60	1,4486	1,4442	44	13,1	3,35	56,6	2,30	7,70
70	1,4625	1,4691	54	13,4	2,55	67,4	3,07	7,80
80	1,4755	1,4750	23	13,6	1,69	78,3	4,61	7,80

Reihe Nr. 99

10 g Kieselgel E II getr. 160-2500 M. + 20 cm Benzoliegung

Nr	Nv	En	Sp	Da	Pa	Al	F	cm
10	1,3831	1,3779	52	11,8	4,43	5,60	1,06	4,65
20	1,3961	1,3913	69	12,0	5,73	14,3	1,16	6,65
30	1,4100	1,4037	71	12,3	5,80	24,2	1,31	7,60
40	1,4233	1,4166	67	12,6	5,35	34,6	1,53	8,15
50	1,4361	1,4335	56	12,9	4,35	45,6	1,84	8,00
60	1,4486	1,4441	45	13,1	3,45	56,6	2,30	7,90
70	1,4625	1,4592	53	13,4	2,45	67,5	3,07	7,50
80	1,4753	1,4750	23	13,6	1,69	78,3	4,61	7,60

Reihe Nr. 100

10 g Kieselgel E II getr. 2500-4900 M. + 20 cm Benzolieg.

Nr	Nv	En	Sp	Da	Pa	Al	F	cm
10	1,3831	1,3781	51	11,8	4,39	5,73	1,06	4,50
20	1,3961	1,3913	68	12,0	5,70	14,3	1,16	6,60
30	1,4100	1,4030	70	12,3	5,70	24,3	1,31	7,50
40	1,4233	1,4167	66	12,6	5,25	34,7	1,53	8,10
50	1,4361	1,4335	56	12,9	4,35	45,6	1,84	8,00
60	1,4486	1,4442	44	13,1	3,35	56,6	2,30	7,70
70	1,4625	1,4590	35	13,4	2,60	67,4	3,07	7,65
80	1,4753	1,4729	24	13,6	1,76	78,3	4,61	8,10

Reihe Nr. 101

10 g Kieselgel E II getr. kleiner 4900 M. + 20 ccm Benzollsg.

Stk	Rv	Rn	RD	%	KA	KL	F	ccm
10	1,3831	1,3780	51	11,8	4,30	5,70	1,06	4,59
20	1,3981	1,3913	68	12,0	5,70	14,3	1,16	6,60
30	1,4108	1,4037	71	12,3	5,80	24,2	1,31	7,67
40	1,4233	1,4166	67	12,6	5,33	34,6	1,33	8,15
50	1,4361	1,4305	56	12,9	4,35	45,6	1,84	8,00
60	1,4486	1,4441	45	13,1	3,45	56,5	2,30	7,30
70	1,4623	1,4590	35	13,4	2,60	67,4	3,07	7,93
80	1,4753	1,4730	25	13,6	1,69	78,3	4,61	7,80

Reihe Nr. 102 - 116

Aufgabe: Prüfung des Einflusses der Lösungsmittel auf die E-Adsorption an verschiedenen Adsorptionsmitteln.

Substrat: Benzol (Refr. 1,5047-)

- Lösungsmittel:
1. Cyclohexan (Refr. 1,4207)
 2. Heptan (Refr. 1,3912-15⁰⁰)
 3. Iso-Oktan (Refr. 1,3950-15⁰⁰)
 4. Octan
 5. Pentan (für Thermometer) Refr. 1,3576-15⁰⁰
 6. Normalbensen (Kahlbaum) Refr. 1,3934-15⁰⁰

Substrat: Kieselgel E engporig II

Aktivkohle (Sarak)

Kieselgel weitporig

Mengen: 10 g + 20 ccm Lösung (bei Aktivkohle 4 g)

Reihe Nr. 102

10 g Kieselgel E engporig + 20 ccm Iso-Cyclohexanlösung

Stk	Rv	Rn	RD	%	KA	KL	F	ccm
10	1,4360	1,4339	81	6,3	3,32	6,68	1,07	3,55
20	1,4429	1,4398	27	6,5	4,15	15,6	1,19	4,94
30	1,4492	1,4463	28	6,8	4,18	25,0	1,30	5,53
40	1,4565	1,4538	27	7,2	3,80	36,2	1,56	5,90
50	1,4639	1,4614	25	7,4	3,33	46,7	1,88	6,41

PK	Rv	Rn	RD	RS	SA	SL	P	ccm
60	1,4716	1,4695	21	7,7	2,75	57,2	2,34	6,41
70	1,4798	1,4782	17	7,8	2,05	67,9	3,12	6,40
80	1,4879	1,4868	11	8,0	1,37	78,6	4,67	6,40

Reihe Nr. 103

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Bo-Cyclohexanlösung

PK	Rv	Rn	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/u
10	1,4350	1,4350	10	6,3	1,60	8,08	1,08	1,72	3,70
20	1,4425	1,4411	14	6,5	2,15	17,8	1,22	2,62	6,10
30	1,4492	1,4478	14	6,8	2,18	27,9	1,39	2,92	7,00
40	1,4565	1,4552	14	7,2	1,95	38,0	1,61	3,14	7,70
50	1,4639	1,4626	13	7,4	1,75	48,2	1,94	3,39	8,50
60	1,4716	1,4705	11	7,7	1,44	58,5	2,42	3,49	8,70
70	1,4798	1,4789	9	7,8	1,15	68,8	3,21	3,69	9,20
80	1,4879	1,4874	5	8,0	0,60	78,4	4,82	2,95	7,40

Reihe Nr. 104

10 g Kieselsol E II anporig + 20 ccm Bo-Heptanlösung

PK	Rv	Rn	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/u
10	1,4015	1,3978	57	19,3	3,60	6,40	1,06	3,81	
20	1,4118	1,4070	43	18,4	4,61	15,4	1,18	5,32	
30	1,4226	1,4174	32	18,8	4,80	25,2	1,33	6,40	
40	1,4337	1,4287	59	11,1	4,50	35,5	1,55	7,30	
50	1,4449	1,4403	46	11,3	4,07	45,9	1,35	7,55	
60	1,4563	1,4523	40	11,5	3,48	56,5	2,37	8,10	
70	1,4680	1,4650	50	11,7	2,55	67,4	3,06	7,80	
80	1,4795	1,4775	20	11,7	1,71	78,3	4,57	7,80	

Reihe Nr. 105

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Bo-Heptanlösung

PK	Rv	Rn	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/u
10	1,4315	1,4301	14	10,3	1,36	9,84	1,09	1,48	3,20
20	1,4418	1,4400	18	10,4	1,80	18,2	1,22	2,21	5,20
30	1,4526	1,4507	19	10,8	1,76	28,2	1,39	2,45	5,90
40	1,4637	1,4618	19	11,1	1,71	38,9	1,61	2,75	6,70
50	1,4749	1,4732	17	11,3	1,51	49,5	1,94	2,93	7,30
60	1,4863	1,4849	14	11,5	1,22	59,8	2,43	2,97	7,40
70	1,4980	1,4970	10	11,7	0,95	69,1	3,24	2,76	6,90
80	1,4795	1,4789	7	11,7	0,60	79,4	4,85	2,95	7,40

Kesserei Nr. 106

10 g Kieselsol E II unporig + 20 ccm Bo-Isocentanlösung

Nr	Rv	Rn	RB	RS	RA	AL	F	ccm
10	1,4048	1,4012	36	9,9	3,69	6,35	1,06	3,65
20	1,4150	1,4102	48	10,3	4,65	15,3	1,18	5,48
30	1,4255	1,4205	53	10,80	5,02	24,9	1,33	6,70
40	1,4367	1,4315	52	10,7	4,86	35,1	1,34	7,48
50	1,4475	1,4429	46	10,9	4,22	45,8	1,85	7,80
60	1,4568	1,4551	37	11,0	3,96	56,6	2,31	7,80
70	1,4709	1,4676	29	11,5	2,51	67,5	3,17	7,70
80	1,4829	1,4801	19	11,9	1,65	78,5	4,62	7,65

Kesserei Nr. 107

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Bo-Isocentanlösung

Nr	Rv	Rn	RB	RS	RA	AL	F	ccm	ccm/a
10	1,4040	1,4032	17	9,9	1,73	0,37	1,09	1,89	4,65
20	1,415	1,4126	24	10,3	2,30	17,7	1,21	2,78	6,50
30	1,4256	1,4230	25	10,5	2,40	27,5	1,38	3,43	8,20
40	1,4367	1,4341	26	10,7	2,43	37,6	1,60	3,94	9,50
50	1,4475	1,4451	24	10,9	2,20	47,8	1,92	4,22	10,5
60	1,4580	1,4569	19	11,0	1,73	58,3	2,40	4,15	10,3
70	1,4709	1,4691	14	11,9	1,224	68,8	3,20	3,90	9,7
80	1,4820	1,4811	9	11,9	0,70	79,2	4,61	3,75	9,4

Kesserei Nr. 108

10 g Kieselsol E II unporig + 20 ccm Bo-Isocentanlösung

Nr	Rv	Rn	RB	RS	RA	AL	F	ccm	ccm a
10	1,4460	1,4441	19	9,9	4,7	5,30	1,05	4,95	
20	1,4507	1,4475	32	9,1	6,2	13,0	1,16	7,20	
30	1,4566	1,4531	35	9,6	6,3	23,7	1,31	8,25	
40	1,4672	1,4586	36	6,0	6,0	34,0	1,52	9,10	
50	1,4685	1,4651	34	6,3	9,4	44,6	1,60	9,70	
60	1,4751	1,4720	31	6,5	4,7	59,2	2,23	10,5	
70	1,4822	1,4798	28	7,0	3,4	66,6	2,97	10,2	
80	1,4837	1,4879	18	7,5	2,4	77,6	4,47	10,7	

-- 44 --

Kennreihe Nr. 109

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Bo-Entsulfung

Nr	NV	NH	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/a
10	1,4460	1,4457	3	3,3	0,75	9,23	1,10	0,03	1,00
20	1,4507	1,4508	7	5,1	1,37	18,6	1,23	1,60	3,95
30	1,4566	1,4559	7	5,6	1,25	23,7	1,39	1,74	4,20
40	1,4622	1,4618	8	6,0	1,30	38,7	1,63	2,12	5,20
50	1,4685	1,4679	7	6,3	1,10	43,9	1,93	2,15	5,40
60	1,4751	1,4746	9	6,5	0,78	59,2	2,43	1,91	4,00
70	1,4822	1,4813	4	7,0	0,57	69,4	3,27	1,06	4,05
80	1,4897	1,4884	3	7,4	0,40	79,6	4,91	1,97	4,30

Kennreihe Nr. 110

10 g Kieselgel 2 emporig II + 20 ccm Bo-Entsulfung

Nr	NV	NH	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/a
10	1,3711	1,3666	45	13,3	3,40	6,62	1,06	3,61	
20	1,3852	1,3793	59	13,9	6,30	15,7	1,11	5,11	
30	1,3995	1,3932	63	14,3	4,30	25,7	1,35	5,00	
40	1,4141	1,4084	57	14,6	3,90	36,1	1,56	6,10	
50	1,4288	1,4236	50	14,8	3,40	46,6	1,82	6,40	
60	1,4435	1,4393	42	15,0	2,87	57,2	2,33	6,53	
70	1,4587	1,4555	32	15,2	2,10	67,9	3,12	6,55	
80	1,4741	1,4719	22	15,4	1,40	78,6	4,00	6,55	

Kennreihe Nr. 111

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Bo-Entsulfung

Nr	NV	NH	RD	RS	SA	SL	P	ccm	ccm/a
10	1,3711	1,3688	23	13,3	1,66	3,34	1,00	1,81	3,90
20	1,3852	1,3823	29	13,9	2,00	17,9	1,22	2,55	6,00
30	1,3995	1,3964	31	14,3	2,12	27,9	1,39	2,94	7,00
40	1,4141	1,4114	27	14,6	1,84	33,2	1,61	2,97	7,30
50	1,4288	1,4263	23	14,8	1,55	40,4	1,94	3,00	7,50
60	1,4435	1,4416	19	15,0	1,30	58,7	2,42	3,15	7,90
70	1,4587	1,4573	14	15,2	0,90	69,1	3,23	3,29	7,60
80	1,4741	1,4731	10	15,4	0,66	79,3	4,62	3,22	8,00

- 45 -

Reihe Nr. 114

10 g Kieselgel feinstporig II + 20 ccm Do-Normalbenzinlös.

Nr	NV	Nn	NB	NF	NA	NL	F	ccm
10	1,4032	1,3996	36	10,0	3,6	6,40	1,06	3,81
20	1,4136	1,4089	47	10,4	4,9	15,5	1,18	5,32
30	1,4243	1,4199	48	10,7	4,9	29,5	1,34	6,42
40	1,4352	1,4304	47	10,9	4,3	33,7	1,55	6,60
50	1,4460	1,4417	43	11,2	3,6	46,2	1,86	7,10
60	1,4573	1,4536	37	11,4	3,2	56,3	2,32	7,40
70	1,4685	1,4656	27	11,4	2,4	67,6	3,07	7,40
80	1,4810	1,4792	18	11,5	1,6	73,4	4,63	7,40

Reihe Nr. 115

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm Do-Normalbenzinlös.

Nr	NV	Nn	NB	NF	NA	NL	F	ccm	ccm/u
10	1,4032	1,4017	15	10,0	1,50	6,50	1,00	1,64	3,55
20	1,4136	1,4115	21	10,4	2,00	10,0	1,32	2,44	3,70
30	1,4243	1,4223	20	10,8	1,30	23,1	1,39	2,65	6,35
40	1,4351	1,4331	20	10,9	1,20	35,2	1,61	2,90	7,10
50	1,4460	1,4443	17	11,2	1,50	48,5	1,94	2,90	7,10
60	1,4573	1,4559	15	11,4	1,50	50,7	2,42	3,10	7,75
70	1,4685	1,4675	10	11,4	0,90	69,10	3,22	2,90	7,10
80	1,4810	1,4802	6	11,5	0,70	79,3	4,63	3,36	8,50

Reihe Nr. 114

10 g Kieselgel weitporig + 20 ccm Do-Cyclohexanlösung

Nr	NV	Nn	NB	NF	NA	NL	F	ccm	ccm/u
10	1,4360	1,4351	9	6,3	1,4	8,60	1,09	1,52	
20	1,4489	1,4472	13	6,9	2,0	18,0	1,22	2,45	
30	1,4492	1,4477	15	6,9	2,2	27,9	1,32	3,05	
40	1,4569	1,4550	15	7,2	2,1	37,3	1,61	3,38	
50	1,4639	1,4629	14	7,4	1,9	48,1	1,93	3,63	
60	1,4716	1,4705	11	7,7	1,40	50,6	2,41	3,49	
70	1,4798	1,4789	9	7,8	1,15	60,8	3,15	3,65	
80	1,4879	1,4873	6	8,0	0,75	73,2	4,80	3,60	

Reihe Nr. 115

10 g Kieselsol wasserig + 20 ccm Bo-Hopfen-Lösung

Nr	Kv	Am	AD	AK	SA	SL	Y	ccm
10	1,4015	1,3998	17	10,3	1,65	2,35	1,29	1,35
20	1,4118	1,4094	24	10,4	2,33	17,7	1,21	2,78
30	1,4226	1,4197	29	10,8	2,70	27,5	1,98	3,71
40	1,4337	1,4309	28	11,1	2,50	37,5	1,69	4,22
50	1,4449	1,4424	25	11,3	2,20	47,8	1,99	4,20
60	1,4563	1,4543	21	11,5	1,93	58,2	2,25	4,10
70	1,4680	1,4669	15	11,7	1,20	68,7	5,24	4,17
80	1,4798	1,4785	10	11,7	0,95	79,1	4,93	4,19

Reihe Nr. 116

10 g Kieselsol wasserig + 20 ccm Getöhlösung

Nr	Kv	Am	AD	AK	SA	SL	Y	ccm
10	1,4469	1,4451	9	3,9	2,30	7,70	1,28	2,42
20	1,4597	1,4492	15	5,1	2,95	17,1	1,21	3,35
30	1,4666	1,4247	13	5,6	3,42	26,6	1,37	4,65
40	1,4622	1,4503	19	6,0	3,15	36,9	1,50	4,35
50	1,4685	1,4667	18	6,5	2,86	47,1	1,30	5,40
60	1,4751	1,4736	15	6,6	2,27	57,7	2,36	5,40
70	1,4872	1,4811	11	7,0	1,59	69,3	5,15	4,90
80	1,4937	1,4890	9	7,5	1,20	79,0	4,70	5,60

Reihe Nr. 117 - 121

- Aufgabe: Prüfung des Temperatureinflusses bei der Desorption an verschiedenen Desorptionmitteln.
- Orbit: Benzol (Ref. 1,3532-13°)
- Substrat: Petroläther (Ref. 1,3570-(1))
- Substrat: Kieselsol wasserig, Aktivkohle (Borch), Aluminiumoxyd (Brockmann), Bleicherde (Borch)
- Medium: 10 g + 20 ccm Lösung (bei -Kohl nur 4 ccm)
- Temperatur: + 20° und 70°

Kontreihe Nr. 117

10 g Kieselgel 2 empörig I + 20 cm Ho-Lag bei + 20°

Nr.	Nv.	Nm.	Np.	Nq.	Nr.	Ns.	Nt.	ccm
1	1,3593	1,3594	9	15,0	0,65	0,35	1,01	0,66
2	1,3605	1,3597	10	15,5	1,33	0,67	1,01	1,33
3	1,3619	1,3592	27	15,0	2,10	0,90	1,01	2,12
4	1,3633	1,3596	35	15,0	2,70	1,50	1,01	2,74
5	1,3646	1,3606	40	15,0	3,10	1,90	1,02	3,16
6	1,3659	1,3612	47	12,5	3,75	2,25	1,02	3,82
7	1,3675	1,3622	51	12,5	4,10	2,20	1,03	4,24
8	1,3676	1,3652	54	12,5	4,52	2,50	1,04	4,49
9	1,3693	1,3641	58	12,5	4,60	4,20	1,04	4,93
10	1,3713	1,3653	60	12,5	4,80	5,20	1,05	5,04
11	1,3728	1,3664	64	12,5	5,12	5,00	1,06	5,45
12	1,3740	1,3676	66	12,5	5,30	6,70	1,07	5,68
13	1,3754	1,3685	69	12,5	5,50	7,50	1,08	5,93
14	1,3766	1,3696	70	12,5	5,60	8,40	1,08	6,05
15	1,3773	1,3706	73	12,5	5,85	9,15	1,10	6,53
16	1,3792	1,3716	74	12,5	6,10	1,00	1,10	6,70

Kontreihe Nr. 118

10 g Kieselgel 2 empörig I + 20 cm Ho-Lag bei - 70°

Nr.	Nv.	Nm.	Np.	Nq.	Nr.	Ns.	Nt.	ccm	Fkt.
1	1,3593	1,3579	14	15,0	0,94	0,06	1,00	0,94	1,43
2	1,3605	1,3580	25	15,5	1,85	0,15	1,00	1,85	1,39
3	1,3619	1,3581	39	15,0	2,80	0,20	1,00	2,80	1,32
4	1,3633	1,3583	50	15,0	3,70	0,30	1,00	3,70	1,35
5	1,3646	1,3586	60	15,0	4,60	0,40	1,00	4,60	1,46
6	1,3659	1,3590	69	12,5	5,50	0,50	1,00	5,50	1,46
7	1,3673	1,3596	77	12,5	6,15	0,85	1,01	6,22	1,46
8	1,3686	1,3590	86	12,5	6,90	1,10	1,01	7,00	1,56
9	1,3699	1,3603	91	12,5	7,30	1,70	1,02	7,45	1,54
10	1,3713	1,3618	95	12,5	7,60	2,40	1,02	7,70	1,54
11	1,3728	1,3626	102	12,5	8,15	2,80	1,03	8,4	1,54
12	1,3742	1,3636	106	12,5	8,50	3,50	1,04	8,85	1,55
13	1,3754	1,3644	110	12,5	8,80	4,20	1,04	9,15	1,54
14	1,3766	1,3651	115	12,5	9,20	4,60	1,05	9,65	1,50

Kieselsäure Nr. 119

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm So-Lsg bei + 20°C

Nr.	Nv	Nn	NB	N%	N ₁	N ₂	N ₃	N ₄	N ₅
1	1,3593	1,3587	6	15,0	0,40	0,60	1,01	0,40	
2	1,3605	1,3593	12	13,5	0,89	1,11	1,01	0,90	
3	1,3619	1,3606	13	13,0	1,00	2,00	1,02	2,02	
4	1,3633	1,3616	17	13,0	1,39	2,79	1,03	1,34	
5	1,3646	1,3628	16	13,0	1,30	3,62	1,04	1,44	
6	1,3659	1,3638	21	12,5	1,68	4,32	1,04	1,75	
7	1,3673	1,3750	23	12,5	1,84	5,16	1,05	1,95	
8	1,3686	1,3661	25	12,5	2,00	6,00	1,06	2,12	
9	1,3699	1,3665	26	12,5	2,02	6,92	1,07	2,29	
10	1,3713	1,3686	27	12,5	2,16	7,04	1,08	2,33	

Kieselsäure Nr. 120

4 g Aktivkohle (Merck) + 20 ccm So-Lsg bei - 70°C

Nr.	Nv	Nn	NB	N%	N ₁	N ₂	N ₃	N ₄	N ₅	N ₆
1	1,3593	1,3582	11	15,0	0,73	0,27	1,01	0,74	1,85	
2	1,3605	1,3594	21	13,5	1,56	0,44	1,01	1,57	1,73	
3	1,3619	1,3596	23	13,0	1,76	1,24	1,01	1,79	1,73	
4	1,3633	1,3603	30	13,0	2,30	1,70	1,02	2,39	1,76	
5	1,3646	1,3613	33	13,0	2,59	2,45	1,02	2,60	1,81	
6	1,3659	1,3621	38	12,5	3,04	2,96	1,03	3,13	1,72	
7	1,3673	1,3633	40	12,5	3,20	3,80	1,04	3,32	1,72	
8	1,3686	1,3643	43	12,5	3,44	4,56	1,06	3,61	1,72	
9	1,3699	1,3640	53	12,5	7,70	4,30	1,05	4,93	2,20	

Kieselsäure Nr. 121

16 g Aluminiumoxyd nach Brodmann + 20 ccm So-Lsg bei + 20°C

Nr.	Nv	Nn	NB	N%	N ₁	N ₂	N ₃	N ₄	N ₅
1	1,3593	1,3591	2	15,0	0,14	0,86	1,01	0,14	
2	1,3605	1,3603	2	13,5	0,15	1,83	1,02	0,15	
3	1,3619	1,3615	4	13,0	0,31	2,69	1,03	0,32	
4	1,3633	1,3628	5	12,0	0,32	3,62	1,03	0,33	
5	1,3646	1,3641	5	13,0	0,38	4,62	1,05	0,4	
6	1,3659	1,3653	6	12,5	0,42	5,2	1,05	0,5	
7	1,3673	1,3669	8	12,5	0,64	6,36	1,06	0,62	

- 49 -

Reihe Nr. 122

10 g Aluminiumoxyd + 20 ccm Bo-Lsg bei - 70°C

Nr.	Av	Bn	BB	BS	BA	BL	B	ccm	Pkt.
1	1,3593	1,3593	4	15,0	0,27	0,75	1,01	0,27	2,71
2	1,3635	1,3597	8	13,5	0,59	1,41	1,01	0,50	4,0
3	1,3619	1,3608	11	1,30	0,83	2,15	1,02	0,67	2,72
4	1,3633	1,3619	14	13,0	1,04	2,36	1,03	1,07	2,75
5	1,3646	1,3650	16	13,0	1,23	3,77	1,04	1,20	3,20
6	1,3659	1,3640	19	12,5	1,52	4,48	1,04	1,55	3,15
7	1,3673	1,3642	31	(amkristallisiert)					

Reihe Nr. 123

10 g Bleicherde + 20 ccm Benzolösung bei + 20°C

Nr.	Av	Bn	BB	BS	BA	BL	B	ccm	Pkt.
1	1,3593	1,3590	3	15,0	0,20	0,80	1,01	0,20	
2	1,3605	1,3602	3	13,5	0,32	1,70	1,02	0,27	
3	1,3619	1,3615	4	13,0	0,31	2,69	1,03	0,32	
4	1,3633	1,3628	5	13,0	0,38	3,62	1,04	0,4	
5	1,3646	1,3640	6	13,0	0,46	4,54	1,05	0,48	
6	1,3659	1,3652	7	12,5	0,56	5,44	1,06	0,59	
7	1,3673	1,3655	8	12,5	0,64	6,36	1,06	0,68	

Reihe Nr. 124

10 g Bleicherde + 20 ccm Benzolösung bei - 70°C

Nr.	Av	Bn	BB	BS	BA	BL	B	ccm	Pkt.
1	1,3593	1,3589	4	13,0	0,27	0,73	1,01	0,27	1,55
2	1,3635	1,3636	9	13,0	0,67	1,33	1,01	0,68	3,1
3	1,3619	1,3607	17	13,0	0,92	2,00	1,02	0,94	2,75
4	1,3633	1,3610	15	13,0	1,15	1,65	1,03	1,19	2,99
5	1,3646	1,3629	17	13,0	1,30	3,70	1,04	1,55	2,9
6	1,3659	1,3639	20	12,5	1,60	4,40	1,05	1,68	2,3
7	1,3673	1,3640	33	(amkristallisiert)					

- 50 -

Kennreihe Nr. 125

20 g Kieselsol + 40 ccm 3%-Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Nv	Nn	NK	NL	KA	KL	F	ccm
+20	1,3619	1,3592	27	13,0	2,18	0,90	1,00	2,18
0	1,3619	1,3596	29	16,0	2,25	0,75	1,00	2,25
-7	1,3619	1,3598	31	15,0	2,45	0,60	1,00	2,40
-19	1,3619	1,3619	31	17,5	2,40	0,60	1,00	2,40
-35	1,3619	1,3603	34	19,0	2,62	1,30	1,00	2,62
-50	1,3619	1,3582	37	19,0	2,75	0,25	1,00	2,75
-70	1,3619	1,3581	38	19,0	2,80	0,20	1,00	2,80

Kennreihe Nr. 126

20 g Kieselsol + 40 ccm 6%-Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Nv	Nn	NK	NL	KA	KL	F	ccm
+20	1,3659	1,3612	47	12,5	3,75	2,25	1,00	3,00
0	1,3659	1,3608	51	12,5	4,10	1,90	1,00	4,10
-12	1,3659	1,3605	54	12,5	4,32	1,60	1,00	4,40
-25	1,3659	1,3600	59	12,5	4,72	1,20	1,00	4,75
-44	1,3659	1,3597	62	12,5	4,95	1,25	1,00	5,00
-59	1,3659	1,3592	67	12,5	5,35	0,55	1,00	5,42
-77	1,3659	1,3590	69	12,5	5,50	0,50	1,00	5,50

Kennreihe Nr. 127

20 g Kieselsol + 40 ccm 9%-Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Nv	Nn	NK	NL	KA	KL	F	ccm
+20	1,3699	1,3641	58	17,5	4,65	4,35	1,00	4,95
0	1,3699	1,3654	65	12,5	5,30	3,00	1,00	5,42
-6	1,3699	1,3631	68	12,5	5,41	3,59	1,00	5,62
-19	1,3699	1,3628	71	12,5	5,70	3,50	1,00	5,60
-35	1,3699	1,3621	78	12,5	6,22	2,78	1,00	6,40
-47	1,3699	1,3615	84	12,5	6,70	2,30	1,00	6,84
-60	1,3699	1,3613	86	12,5	6,90	2,10	1,00	7,04
-78	1,3699	1,3608	91	12,5	7,30	1,70	1,00	7,45

- 91 -

Konzreihe Nr. 128

8 g Aktivkohle + 40 ccm Benzollösung 3% bei versch. Temp.

Temp.	Rv	Rn	HD	DF	SA	SL	P	ccm
+20	1,3619	1,3606	13	13,0	1,00	2,00	1,02	1,00
0	1,3619	1,3604	15	13,0	1,16	1,84	1,02	1,16
-10	1,3619	1,3604	15	13,0	1,16	1,84	1,02	1,16
-28	1,3619	1,3600	19	13,0	1,46	1,54	1,02	1,49
-44	1,3619	1,3600	19	13,0	1,46	1,54	1,02	1,49
-61	1,3619	1,3598	21	13,0	1,62	1,38	1,01	1,62
-70	1,3619	1,3596	23	13,0	1,76	1,24	1,01	1,76

Konzreihe Nr. 129

8 g Aktivkohle + 40 ccm 6% Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Rv	Rn	HD	DF	SA	SL	P	ccm
+20	1,3659	1,3639	21	12,5	1,68	4,32	1,04	1,75
0	1,3659	1,3635	23	12,5	1,92	4,08	1,04	2,00
-8	1,3659	1,3634	25	12,5	2,00	4,00	1,04	2,00
-24	1,3659	1,3629	30	12,5	2,40	3,60	1,04	2,30
-38	1,3659	1,3629	31	12,5	2,40	3,60	1,04	2,59
-54	1,3659	1,3625	34	12,5	2,72	3,28	1,03	2,61
-70	1,3659	1,3621	38	12,5	2,96	2,96	1,03	3,15

Konzreihe Nr. 130

20 g Aluminiumoxyd + 40 ccm 3% Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Rv	Rn	HD	DF	SA	SL	P	ccm
+20	1,3619	1,3615	4	13,0	0,31	2,69	1,03	0,32
0	1,3619	1,3615	4	13,0	0,31	2,69	1,03	0,32
-10	1,3619	1,3613	6	13,0	0,46	2,54	1,03	0,47
-22	1,3619	1,3613	6	13,0	0,46	2,54	1,03	0,47
-36	1,3619	1,3611	8	13,0	0,61	2,39	1,02	0,62
-50	1,3619	1,3611	8	13,0	0,61	2,39	1,02	0,62
-58	1,3619	1,3608	11	13,0	0,85	2,15	1,02	0,87
-70	1,3619	1,3608	11	13,0	0,85	2,15	1,02	0,87

Kesserei Nr. 151

20 g Aluminiumoxyd + 40 ccm 6% Benzollösung bei versch. Temp.

Temp.	Av	Am	AD	SA	SL	S	cm	
+20	1,3659	1,3659	6	12,5	0,48	5,52	1,05	0,50
0	1,3652	1,3659	7	12,5	0,56	5,44	1,05	0,59
-9	1,3659	1,3650	9	12,5	0,72	5,28	1,05	0,70
-25	1,3650	1,3647	12	12,5	0,96	5,04	1,05	1,00
-44	1,3659	1,3644	15	12,5	1,20	4,80	1,05	1,25
-60	1,3659	1,3643	16	12,5	1,28	4,72	1,05	1,34
-70	1,3659	1,3640	19	12,5	1,52	4,48	1,05	1,59

Kesserei Nr. 152 - 155

<u>Aufgabe:</u>	Messung der Benzoladsorption an verschiedenen Adsorptionsmitteln bei Anwendung der Säulenadsorption.
<u>Verfärs:</u>	Benzol (Refr. 1,3669-12,5°C)
<u>Lösungsmittel:</u>	Petroläther (Refr. 1,3673 - 10,5°C)
<u>Substrat:</u>	Kieselgel 2 engporig I
	Aktivkohle (Merck)
	Aluminiumoxyd nach Brockmann
	Bleicherde (Merck)
<u>Reagenzien:</u>	25 g Adsorptionsmittel (z. B. Kiesel 25 g) + 50 ccm Lsg.

Kesserei Nr. 152

2,5% Benzollsg.

ccm/d	Refraktion	Griff
	1,3704	vorher
2	1,3673	31
4	"	"
6	"	"
8	"	"
10	"	"
12	"	"
14	"	"
16	"	"

Kesserei Nr. 153

5% Benzollösung

ccm/d	Refraktion	Griff
	1,3734	vorher
2	1,3673	61
4	"	"
6	"	"
8	"	"
10	"	"
12	"	"
14	"	"
16	"	"

Kesserei Nr. 154

10% Benzollsg.

ccm/d	Refraktion	Griff
	1,3804	vorher
2	1,3673	131
4	"	"
6	"	"
8	"	"
10	"	"
12	"	"
14	"	"
16	"	"

- 53 -

ccs	Numero	Nr.	152	Numero	Nr.	153	Numero	Nr.	154
18	1,3675	31		1,3675	61		1,3675	151	
20	"	"		"	"		"	"	
22	"	"		"	"		"	"	
24	"	"		"	"		"	"	
26	"	"		"	"		"	"	
28	"	"		"	"		1,3702	102	
30	"	"		"	"		1,3723	61	
32	"	"		"	"		1,3759	49	
34	"	"		"	"		1,3780	15	
36	"	"		"	"		1,3821	<u>3</u>	
38	"	"		"	"		1,3809	1818,25	
40	1,3675	29		1,3601	53		1,3807	- 75	
42	1,3675	31		1,3697	37		1,3807		
44	1,3675	29		1,3721	13		1,3804		
46	1,3692	22		1,3721	<u>2</u>		1,3804		
48	1,3691	<u>13</u>		1,3727	1269,25		1,3796		
50	1,3714	713,25		1,3734	450,6		1,3789		
52	1,3715	20,5		1,3736			1,3789		
54	1,3715			1,3735			1,3779		
56	1,3715			1,3733			1,3761		
58	1,3715			1,3735			1,3755		
60	1,3699			1,3729			1,3745		
62	1,3697			1,3729			1,3754		
64	1,3695			1,3725			1,3737		
66	1,3695			1,3719			1,3736		
68	1,3689			1,3719			1,3735		
70	1,3688			1,3715			1,3713		
72	1,3686			1,3709			1,3709		
74	1,3682			1,3699			1,3701		
76	1,3680			1,3695			1,3694		
78	1,3680			1,3687			1,3690		
80	1,3676			1,3680			1,3685		
82	1,3675			1,3675			1,3679		
84	1,3676			1,3675			1,3679		

Reihe Nr. 132
Auswertung:

Donner	=	31
Beur.	=	28,5
	=	93%
Woch/d	=	46
+ Bo	=	47
	=	94%
<hr/>		
=	2,32	von Bo

Reihe Nr. 133
Auswertung:

Donner	=	61
Beur.	=	58,6
	=	83%
Woch/d	=	42,5
+ Bo	=	45,5
	=	87%
<hr/>		
=	4,35	von Bo

Reihe Nr. 134
Auswertung:

Donner	=	131
Beur.	=	73
	=	56%
Woch/d	=	29
+ Bo	=	31
	=	62%
<hr/>		
=	6,2	von Bo

Reihe Nr. 135
20% Beihilfenauswertung

Bez.	Beff.	Beiff.
	1,3933	vorher
2	1,3573	260
4	"	"
6	"	"
8	"	"
10	"	"
12	"	"
14	1,3748	107
16	1,3842	94
18	1,3509	44
20	1,3924	9
22	1,3940	1891:25
24	1,3940	- 76
26	1,3940	
28	1,3935	
30	1,3930	
32	1,3934	
34	1,3938	
36	1,3932	
38	1,3942	
40	1,3940	
42	1,3934	
44	1,3934	
46	1,3935	

Reihe Nr. 136
30% Beihilfenauswertung

Bez.	Beff.	Beiff.
	1,4074	vorher
	1,3673	401
	"	"
	"	"
	1,3702	372
	1,3865	289
	1,3986	80
	1,4051	23
	1,4062	12
	1,4078	1907:25
	1,4076	- 76
	1,4077	
	1,4074	
	1,4073	
	1,4077	
	1,4075	
	1,4074	
	1,4076	
	1,4077	
	1,4073	
	1,4074	
	1,4063	
	1,4030	
	1,4012	

Reihe Nr. 137
60% Beihilfenauswertung

Bez.	Beff.	Beiff.
	1,4403	vorher
	1,3891	632
	1,4176	386
	1,4374	109
	1,4438	45
	1,4471	1894:25
	1,4425	- 43,7
	1,4449	
	1,4469	
	1,4484	
	1,4483	
	1,4487	
	1,4483	
	1,4486	
	1,4486	
	1,4483	
	1,4485	
	1,4486	
	1,4483	
	1,4485	
	1,4483	
	1,4465	

con	Konkrete Nr.135	Konkrete Nr.135	Konkrete Nr.137
48	1,3918	1,3954	1,4360
50	1,3935	1,3930	1,4150
52	1,3852	1,3820	1,3905
54	1,3830	1,3830	1,3990
56	1,3792	1,3850	1,3920
58	1,3775	1,3810	1,3900
60	1,3769	1,3750	1,3860
62	1,3745	1,3745	1,3810
64	1,3730	1,3741	1,3755
66	1,3699	1,3735	1,3750
68	1,3695	1,3720	1,3744
70	1,3685	1,3734	1,3735
72	1,3679	1,3710	1,3710
74	1,3678	1,3712	1,3720
76	1,3680	1,3710	1,3702
78	1,3679	1,3702	1,3692
80	1,3675	1,3695	1,3685
82	1,3674	1,3692	1,3675
84	1,3675	1,3685	1,3677
86	1,3675	1,3674	1,3676

Auswertung:		Auswertung:		Auswertung:	
D-max	= 260	D-max	= 401	D-max	= 610
D-min	= 76	D-min	= 76	D-min	= 43,7
	= 29%		= 19%		= 54%
con/d	14,5	con/d	9,5	con/d	2,7
+ B0	= 18,1	+ B0	= 13,6	+ B0	= 6,7
	= 36,2%		= 27,2%		= 13,4%
<u>= 7,2 con B0</u>		<u>= 3,1 con B0</u>		<u>= 3,5 con B0</u>	

Konkrete Nr.138		Konkrete Nr.139		Konkrete Nr.140	
3,5% Benzollösung an Aktivkohle		5% Benzollösung an Aktivkohle		10% Benzollösung an Aktivkohle	
Berechnung:		Berechnung:		Berechnung:	
D-max	= 31	D-max	= 61	D-max	= 131
D-min	= 26	D-min	= 49	D-min	= 66
	= 42 con/d		= 40 con/d		= 35,2 con/d
+ B0	= 43 con	+ B0	= 42 con	+ B0	= 28 con
<u>= 2,12 con B0</u>		<u>= 4,2 con B0</u>		<u>= 2,6 con B0</u>	

- 55 -

Kostenreihe Nr. 14120% Benzollösung
an Aktivkohle

Berechnung:

D-max = 260
 D-ar = 60
 = 13 lsa/d
 + So = 16,2 oca
 = 32,4% v. 20 oca
 = 6,48 oca So

Kostenreihe Nr. 1442,5% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 31
 D-ar = 6
 = 9,75 oca/d
 + So = 10 oca
 = 20% v. 5,0 oca
 = 0,5 oca So

Kostenreihe Nr. 14720% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 260
 D-ar = 11
 = 2,1 oca/d
 + So = 2,6 oca
 = 5,2% v. 20 oca
 = 1,05 oca So

Kostenreihe Nr. 1502,5% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

D-max = 31

Kostenreihe Nr. 14230% Benzollösung
an Aktivkohle

Berechnung:

D-max = 401
 D-ar = 67
 = 8,25 oca/d
 + So = 12 oca
 = 24% v. 30 oca
 = 7,2 oca So

Kostenreihe Nr. 1455% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 61
 D-ar = 9
 = 7,5 oca/d
 + So = 7,9 oca
 = 15,8% v. 5 oca
 = 0,79 oca So

Kostenreihe Nr. 14830% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 401
 D-ar = 10
 = 1,85 oca/d
 + So = 1,8 oca
 = 3,6% v. 30 oca
 = 1,08 oca So

Kostenreihe Nr. 1515% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

D-max = 61

Kostenreihe Nr. 14340% Benzollösung
an Aktivkohle

Berechnung:

D-max = 610
 D-ar = 37,5
 = 2,53 oca/d
 + So = 5,6 oca
 = 11,6% v. 60 oca
 = 6,96 oca So

Kostenreihe Nr. 14610% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 131
 D-ar = 10
 = 3,85 oca/d
 + So = 4,3 oca
 = 9,6% v. 10 oca
 = 0,96 oca So

Kostenreihe Nr. 14960% Benzollösung
an Aluminiumoxyd

Berechnung:

D-max = 610
 D-ar = 6,5
 = 0,4 oca/d
 + So = 1,08 oca
 = 2% v. 60 oca
 = 1,08 oca So

Kostenreihe Nr. 15210% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

D-max = 131

Reihe Nr. 150
Fortsetzung

Temp. = 6
= 10 ocm/d
+ So = 13,3 ocm
= 23,6 v. 2,5 ocm
= 2,91 ocm So

Reihe Nr. 151
Fortsetzung

Temp. = 9
= 7,5 ocm/d
+ So = 7,3 ocm
= 15,0 v. 5 ocm
= 2,77 ocm So

Reihe Nr. 152
Fortsetzung

Temp. = 10
= 3,5 ocm/d
+ So = 4,2 ocm
= 6,4 v. 10/ocm
= 2,84 ocm So

Reihe Nr. 153

30% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

Temp. = 260
Temp. = 11
= 2,1 ocm/d
+ So = 2,6 ocm
= 5,2 v. 25 ocm
= 1,84 ocm So

Reihe Nr. 154

30% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

Temp. = 401
Temp. = 10
= 1,25 ocm/d
+ So = 1,2 ocm
= 1,6 v. 13 ocm
= 1,08 ocm So

Reihe Nr. 155

60% Benzollösung
an Bleicherde

Berechnung:

Temp. = 310
Temp. = 14
= 1,55 ocm/d
+ So = 2,1 ocm
= 4,2 v. 6 ocm
= 2,4 ocm So

Reihe Nr. 156 - 159

Aufgabe: Messung der Konzentrationsänderungen bei der Adsorption aus verschiedenen Lösungsmitteln.

Subst: Benzol (Schr. 1,5565 - 12°)

Subst: 1. Toluol (aus Petroleum) Schr. 1,4973 - 12°

2. Cyclohexan (Schr. 1,4296 - 12°)

3. n-Heptan (Schr. 1,3912 - 12°)

4. Octan

Substanz: Kieselgel + ungesättigt

Temper: 25 g Kieselgel + 50 ocm Lösung

Reihe Nr. 156

10% Benzollösung

Reihe Nr. 157

10% Benzollösung

Reihe Nr. 158

10% Benzollösung

ccn	Kasernen Nr. 156		Kasernen Nr. 157		Kasernen Nr. 158	
	Beifr.	2-Diff.	Beifr.	2-Diff.	Beifr.	2-Diff.
	1,3715	vorher	1,4350	vorher	1,4011	vorher
2	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
4	1,3574	142	1,4296	62	1,3912	99
6	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
8	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
10	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
12	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
14	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
16	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
18	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
20	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
22	1,3573	142	1,4296	62	1,3912	99
24	1,3597	110	1,4305	55	1,3912	99
26	1,3622	93	1,4321	37	1,3931	99
28	1,3692	23	1,4340	10	1,3974	97
30	1,3715	1796:29	1,4358	792:25	1,3998	11
32	1,3715	= 72	1,4358	= 31,6	1,4011	1918:35
34	1,3715		1,4358		1,4011	= 32,7
36	1,3715		1,4358		1,4011	
38	1,3715		1,4358		1,4011	
40	1,3715		1,4358		1,4011	
42	1,3715		1,4358		1,4011	
44	1,3715		1,4358		1,4011	
46	1,3715		1,4358		1,4011	
Anmerkung:		Anmerkung:		Anmerkung:		
Dauer = 142		Dauer = 62		Dauer = 99		
Rear = 72		Rear = 31,6		Rear = 52,7		
= 25,5 cam/d		= 25,5 cam/d		= 33 cam/d		
+ Bo = 20,5 cam		+ Bo = 28,3 cam		+ Bo = 29,5 cam		
= 56,5 v. 10 cam		= 56,6 v. 10 cam		= 59 v. 10 cam		
= 2,56 cam Bo		= 2,66 cam Bo		= 2,36 cam Bo		

von	Kontreihe Nr. 160		Kontreihe Nr. 161		Kontreihe Nr. 162
22	1,3506	14	1,3593	26	1,3617 76
24	"	"	"	"	"
26	"	"	"	"	"
28	"	"	"	"	"
30	"	"	"	"	"
32	"	"	"	"	"
34	"	"	"	"	"
36	"	"	"	"	1,3625 57
38	"	"	"	"	1,363 52
40	"	"	"	"	1,364 42
42	"	"	"	"	1,3651 31
44	"	"	"	"	1,366 22
46	"	"	1,3598	21	1,367 12
48	1,3583	"	1,3605	14	1,368 1256,25
50	1,3593	"	1,3613	9	1,3683 50,2
52	1,3603	"	1,3616	3	1,3681
54	1,3582	"	1,3611	523,25	1,3641
56	1,3581	"	1,3606	" 23,7	1,3632
58	1,3582	"	1,3602	"	1,3627
60	1,3582	"	1,3598	"	1,3724
62	1,3581	"	1,3597	"	1,3613
64	1,3581	"	1,3597	"	1,3611
66	1,3581	"	1,3596	"	1,3608
68	1,3581	"	1,3595	"	1,3606
70	1,3579	"	1,3593	"	1,3605
72	1,3580	"	1,3590	"	1,3602
74	1,3579	"	1,3590	"	1,3600
76	1,3578	"	1,3590	"	1,3600
78	1,3578	"	1,3588	"	1,3601
80	1,3578	"	1,3586	"	1,3597
			1,3583		1,3596

Berechnung zwecklos, da die Werte nicht vollständig beladen

Berechnung:
 E-max = 26
 E-ar = 23,7
 = 45,1 ocm/d
 + Eo = 47 ocm
 = 96 v. 2 ocm
 = 1,00 ocm Eo

Berechnung:
 E-max = 65
 E-ar = 50,2
 = 38,5 ocm/d
 + Eo = 41 ocm
 = 82 v. 5 ocm
 = 4,1 ocm Eo

GSM	Kassareibe Nr. 163 20% 50:50 = 10:10		Kassareibe Nr. 164 30% 50:50 = 15:15		Kassareibe Nr. 165 50% 50:50 = 25:25	
	Refr.	R-Diff.	Refr.	R-Diff.	Refr.	R-Diff.
	1,3757	vorher	1,3095	vorher	1,4113	vorher
2	1,3662	125	1,3706	199	1,3620	793
4	"	"	"	"	"	"
6	"	"	"	"	"	"
8	"	"	"	"	"	"
10	"	"	"	"	"	"
12	"	"	"	"	1,3050	259
14	"	"	"	"	1,3973	140
16	"	"	"	"	1,4035	78
18	"	"	"	"	1,4069	44
20	"	"	1,3729	166	1,4110	<u>2</u>
22	1,3673	112	1,3819	76	1,4113	1692:23
24	1,3692	95	1,3861	34	1,4113	+ 62
26	1,3713	64	1,3979	16	"	"
28	1,3739	40	1,3995	<u>2</u>	"	"
30	1,3791	36	1,3995	1614:23	"	"
32	1,3771	16	1,3995	= 72,5	"	"
34	1,3780	<u>7</u>	"	"	"	"
36	1,3787	1628:23	"	"	"	"
38	1,3787	= 69	"	"	"	"
40	"	"	"	"	"	"
42	"	"	"	"	"	"
44	"	"	"	"	"	"
46	1,3769	"	1,3862	"	1,4096	"
48	1,3732	"	1,3836	"	1,4011	"
50	1,3709	"	1,3807	"	1,3952	"
52	1,3692	"	1,3791	"	1,3878	"
54	1,3684	"	1,3759	"	1,3817	"
56	1,3675	"	1,3740	"	1,3769	"
58	1,3669	"	1,3711	"	1,3732	"
60	1,3660	"	1,3684	"	1,3708	"
62	1,3652	"	1,3678	"	1,3682	"
64	1,3641	"	1,3665	"	1,3679	"
66	1,3635	"	1,3651	"	1,3660	"
68	1,3629	"	1,3642	"	1,3651	"

Kessreihe Nr. 163			Kessreihe Nr. 164			Kessreihe Nr. 165		
con	Refr.	R-Diff.	Refr.	R-Diff.	Refr.	R-Diff.	Refr.	R-Diff.
70	1,3625		1,3655		1,3644			
72	1,3628		1,3629		1,3639			
74	1,3610		1,3624		1,3632			
76	1,3612		1,3621		1,3626			
78	1,3614		1,3616		1,3619			
80	1,3607		1,3612		1,3617			
82	1,3605		1,3604		1,3606			
84	1,3596		1,3601		1,3607			
86	1,3594		1,3597		1,3604			
88	1,3590		1,3592		1,3600			
90	1,3585		1,3590		1,3592			

Auswertung:

B-max = 125
 B-ar = 65
 = 36 con/d
 + Bo = 29 con
 = 92% v. 10 con
 = 7,82 con Bo

Auswertung:

B-max = 190
 B-ar = 72,5
 = 19,1 con/d
 + Bo = 22,5 con
 = 45% v. 13 con
 = 1,75 con Bo

Auswertung:

B-max = 293
 B-ar = 60
 = 11,5 con/d
 + Bo = 15,3 con
 = 30,80 v. 25 con
 = 7,60 con Bo

Kessreihe Nr. 166

50% Bo & 50% Cyl. (Refr. 1,4640)

con	Refr.	R-Diff.	con	Refr.	R-Diff.	con	Refr.	R-Diff.
2	1,4524	316	32	1,4640		62	1,3712	
4	1,4488	352	34	1,4640		64	1,3691	
6	1,4529	111	36	1,4640		66	1,3669	
8	1,4575	67	38	1,4640		68	1,3654	
10	1,4612	23	40	1,4617		70	1,3649	
12	1,4638	2	42	1,4591		72	1,3639	
14	1,4640	676:25	44	1,4565		74	1,3632	
16	1,4640	= 27	46	1,4513		76	1,3626	
18	1,4640		48	1,4420		78	1,3622	
20	1,4640		50	1,4319		80	1,3612	
22	1,4640		52	1,4191		82	1,3606	
24	1,4640		54	1,3949		84	1,3604	
26	1,4640		56	1,3852		86	1,3596	
28	1,4640		58	1,3796		88	1,3592	
30	1,4640		60	1,3748		90	1,3589	

- 65 -

Kontreihe Nr. 186

Auswertung: $D_{\text{max}} = 340 \text{ Year} - 27 = 3,95 \text{ cm/d}$
 $+ E_0 = 7,3 \text{ cm} = 15,6\% \text{ von } 50 \text{ cm} = \underline{7,3 \text{ cm } E_0}$

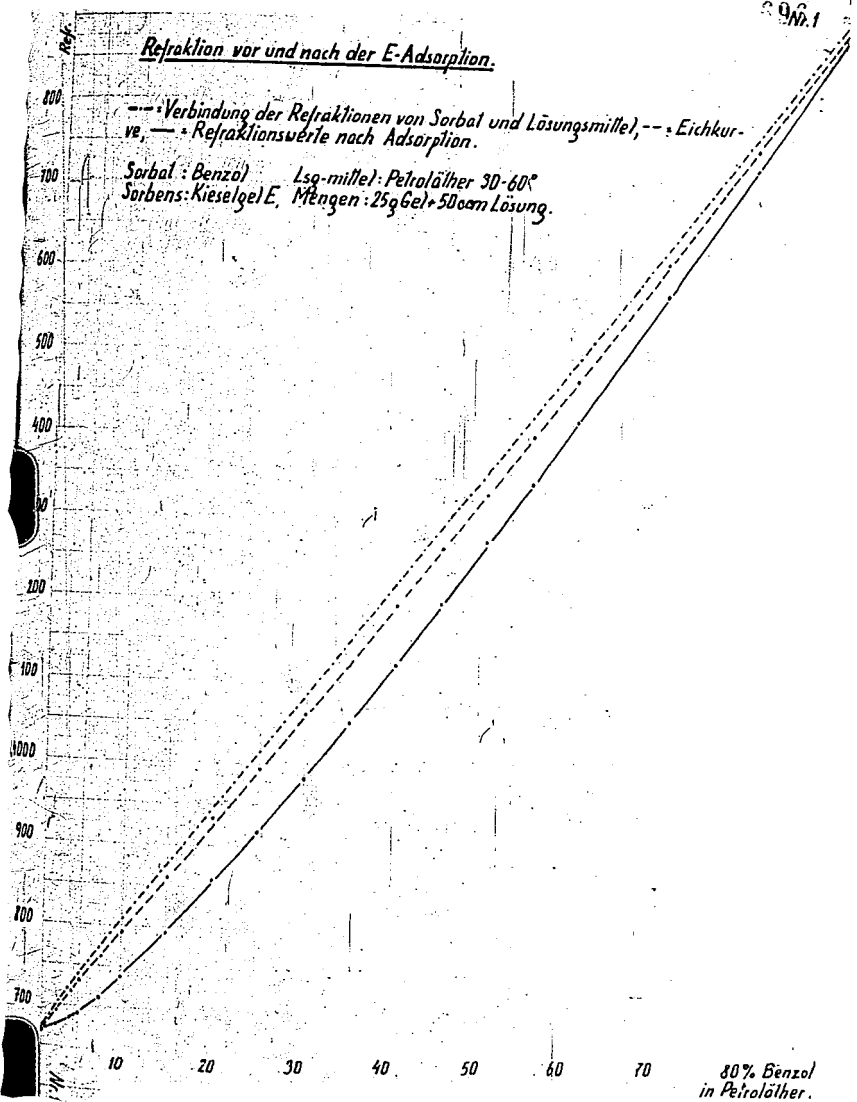
Ende des Tabellentells

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

Refraktion vor und nach der E-Adsorption.

--- Verbindung der Refraktionen von Sorbat und Lösungsmittel, -- Eichkurve, — Refraktionswerte nach Adsorption.

Sorbat: Benzol Lsg.-mittel: Petroläther 30-60°
Sorbens: Kieselgel E, Mengen: 25g Gel + 50ccm Lösung.



80% Benzol
in Petroläther.

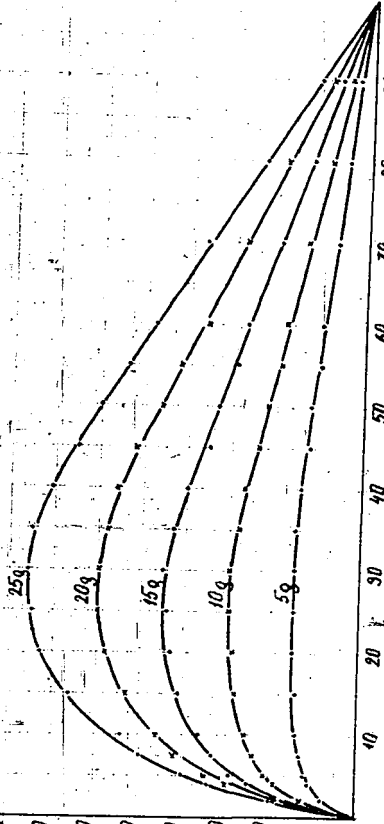
Refraktionsdifferenzen vor und nach der E-Absorption bei wachsenden Mengen Kieselgel

Sortbet.: Benzol. Lsg-mittel: Petroläther 30-60°
Sortbet.: Kieselgel Mengen: 5, 10, 15, 20, 25 g 6ml 30min Lösung.

Ref. Diff.

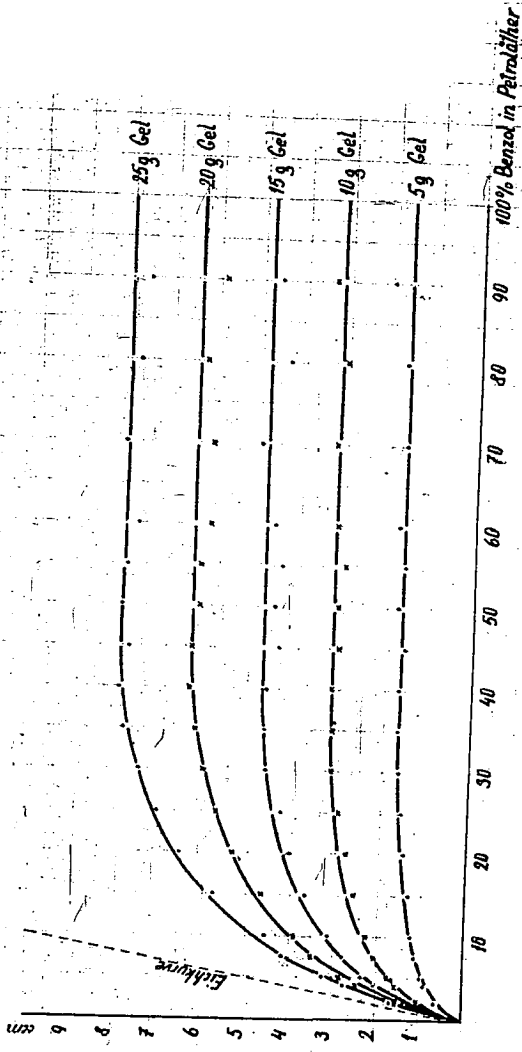
90
80
70
60
50
40
30
20
10

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 % Benzol in Petroläther

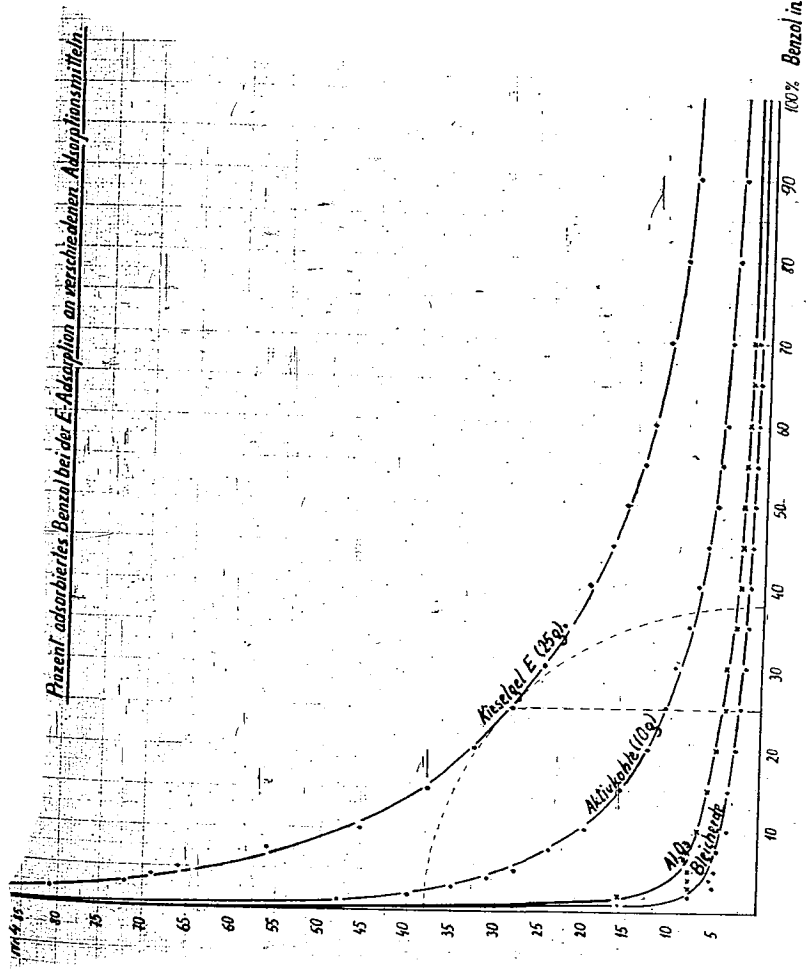


Isothermen der E-Adsorption bei wachsenden Mengen Kieselgel

Sorbent: Benzol
Lösungsmittel: Petroläther 30-60°
Sorbentmenge: 5, 10, 15, 20, 25 g Gel. • 50ccm Lösung



Prozent adsorbiertes Benzol bei der E-Adsorption an verschiedenen Adsorptionsmitteln



Benzol in Petroleumäther

Kieselgel E (25g)

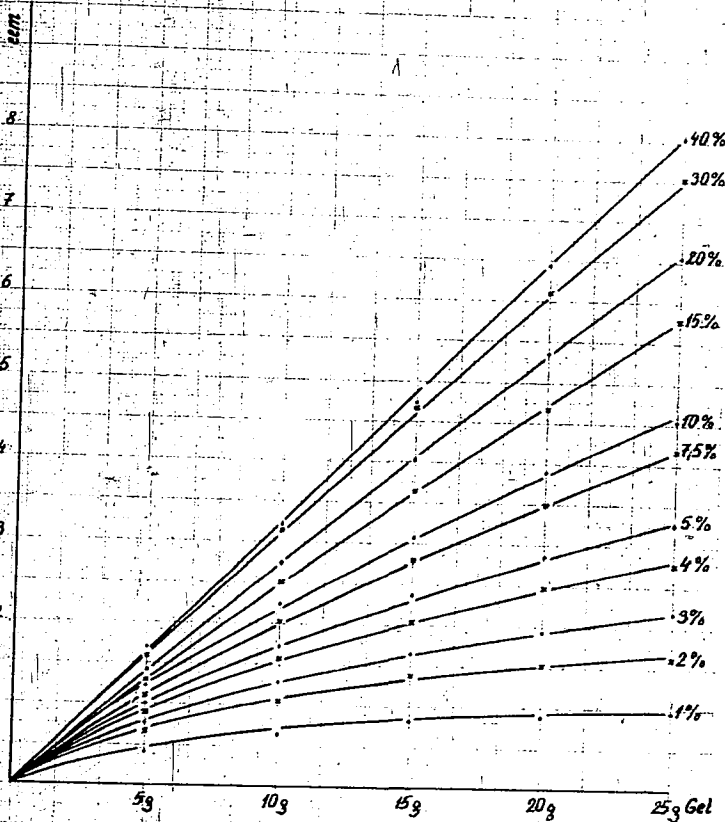
Aktivkohle (10g)

Al₂O₃
Zeolith

Zunahme der E-Adsorption bei wachsenden Mengen Kieselgel und verschiedenen Konzentrationen.

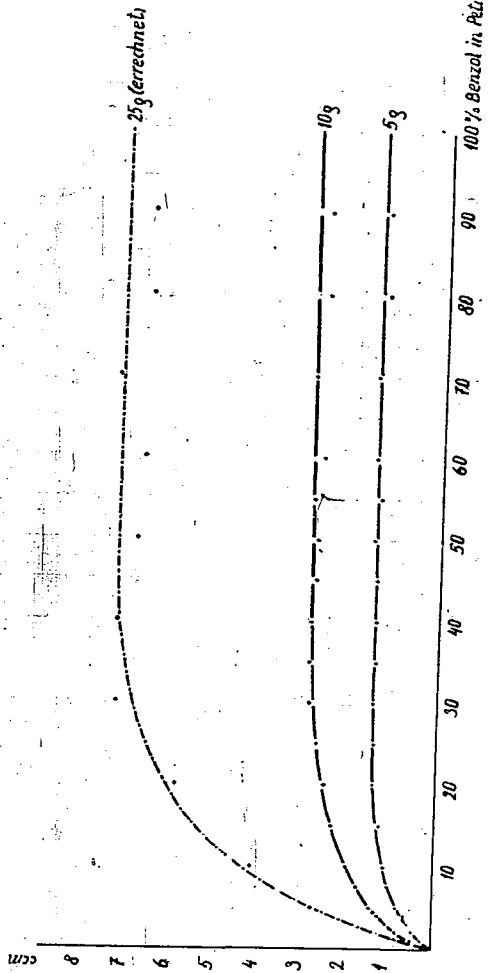
Sorbent: Benzol
 Sorbens: Kieselgel E engporig

Lsg.-mittel: Petroläther 30-60°
 Mengen: 5, 10, 15, 20, 25 g Gel + 50 g Lösung.



Isothermen der E-Adsorption bei wachsenden Mengen Aktivkohle.

Sorbent: Benzol Lsg.-mittel: Petroläther 30-60°
 Sorbens: Aktivkohle Mengen: 5 und 10 g. A-Kohle + 50 ccm Lösung.

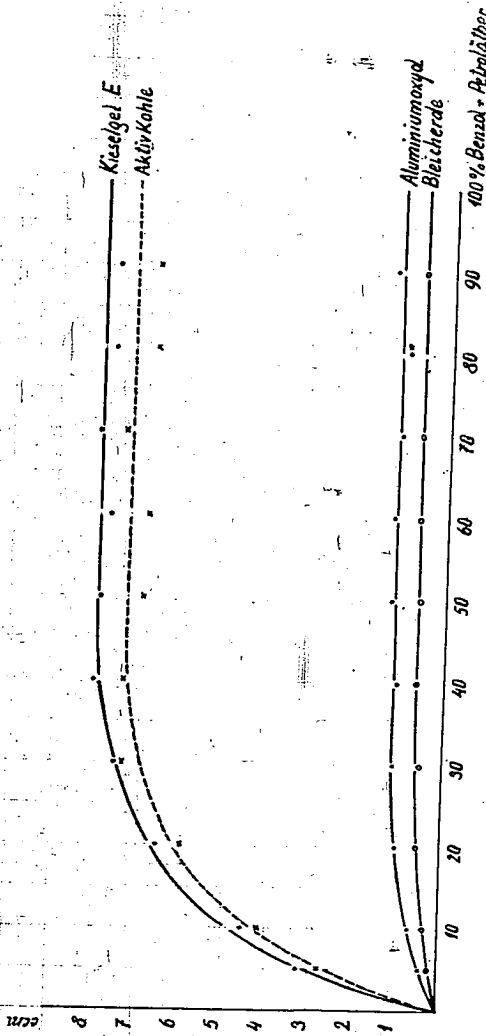


Vergleich der Isothermen der E-Adsorption bei verschiedenen Adsorptionsmitteln.

Sorbaf: Benzol

Lsg-mittel: Petroläther 20-60°

Sorbens: Kieselgel E, A-Kohle, Al₂O₃, Bleicherde Mengen: 25g Sorbens • 50cm Lösung



Aluminiumoxid
Bleicherde

Kieselgel E
Aktivkohle

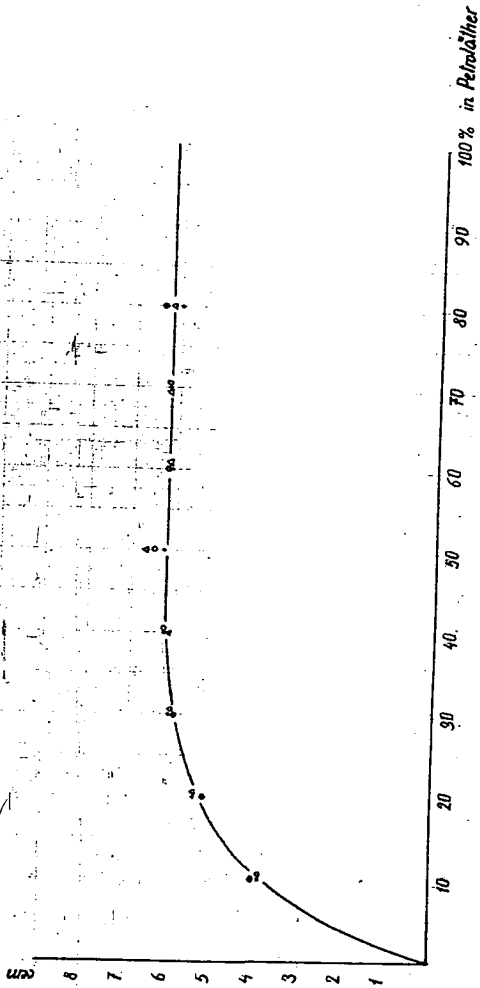
400% Benzol + Petroläther

Vergleichsreihe der Selektivität von Kieselgel bei der E-Absorption von Benzolhomologen.

Subst.: Benzol, Toluol, o-Xylol =

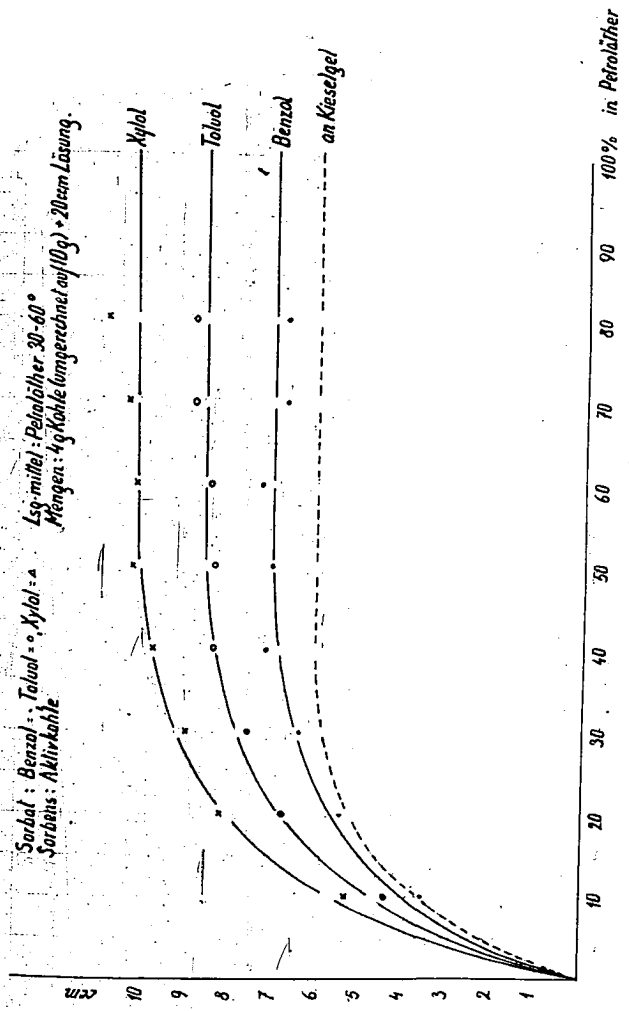
Lsg.-mittel: Petroläther 30-60°

Mengen: Kieselgel 1 g, Benzol 0,1 ml



Prüfung der Aktivkohle auf selektives Verhalten bei der E-Adsorption von Benzolmolekülen.

Substanz: Benzol Δ ; Toluol \circ ; Xylol \times
Lösungsmittel: Petroläther 30-60°
Menge: 4g Kohle (umgerechnet auf 10g) + 20cm Lösung.



Prüfung verschiedenporiger, geladener Gele auf selektives Verhalten bei der E-Adsorption von Benzolhomologen.

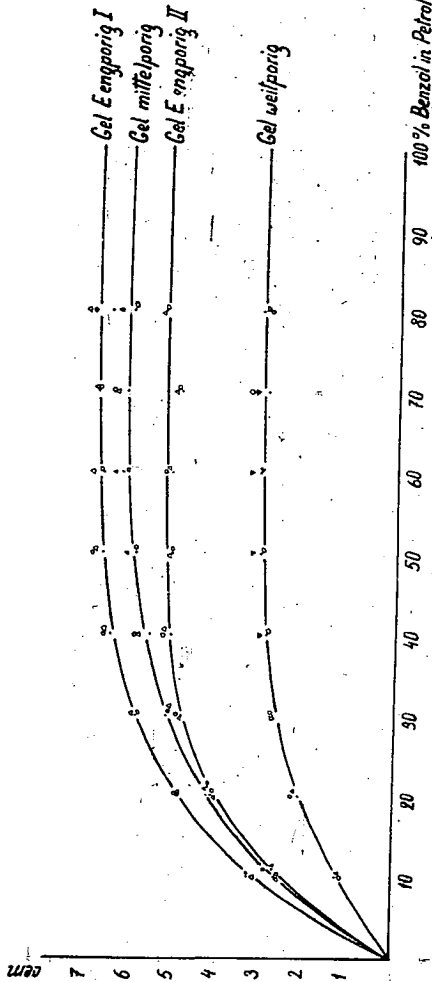
Sorbent: Benzol = , Toluol = o, Xylol = m
 Sorbens: Gel E engporig u. u, Gel mittelporig, Gel weiporig
 Lsg-mittel: Petroläther 30-60°
 Mengen: 10 g Gel + 20 cm Lösung



Prüfung verschiedenporiger ungeladener Gele auf selektives Verhalten bei der E-Adsorption von Benzolhomologen.

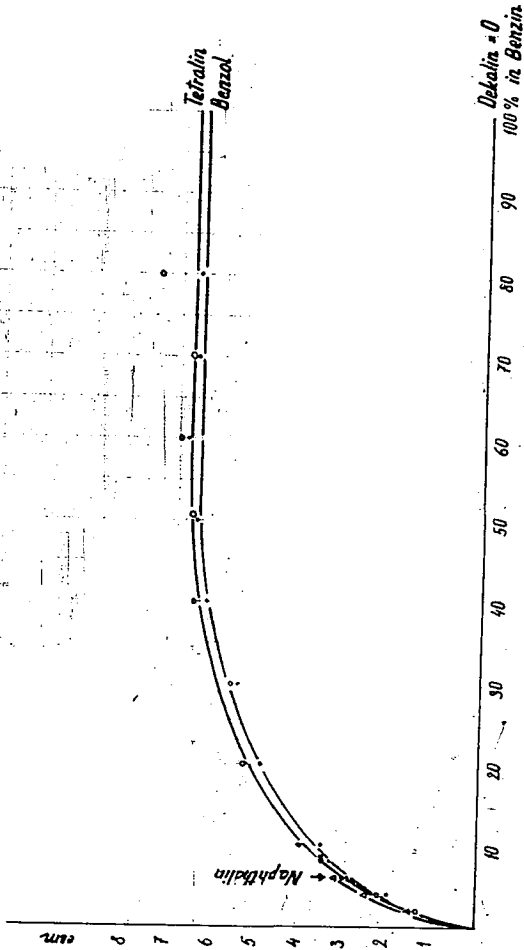
Sorbid: Benzol-, Toluol-, Xylol- +
 Sorbens: Gel Engporig u. II, Gel mittelporig, Gel weisporig

Lsg-mittel: Petroläther 30-60°
 Mengen: 10g Gel + 20cm Lösung



Prüfung des Einflusses der Doppelbindungen bei der E-Adsorption an Gel.

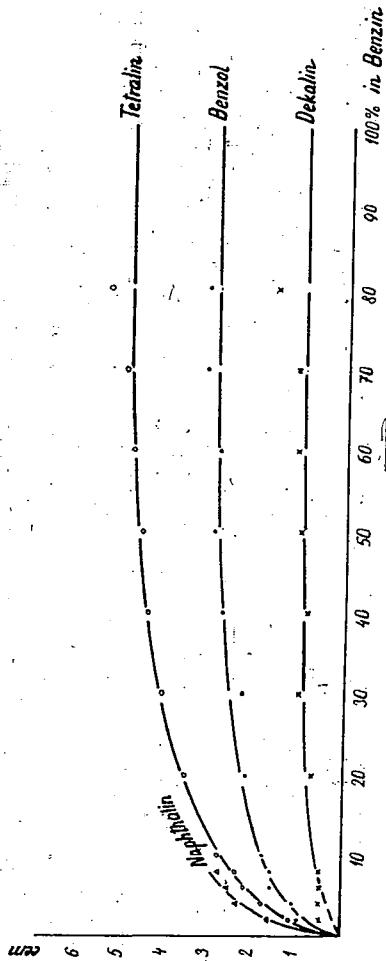
Sorten: Benzol, Tetralin, Naphthalin
 Lösungsmittel: Benzol 50-100°
 Sorbens: Kieselgel Engporeng V
 Mengen: 10g Gel; 20cm Lösung.



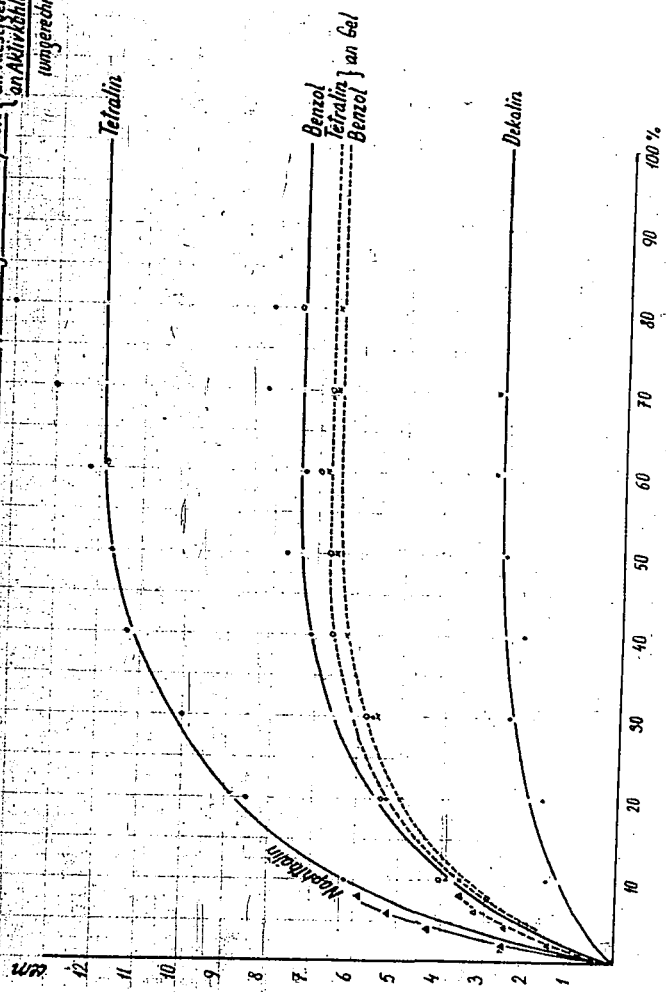
Prüfung des Einflusses der Doppelbindungen bei der E-Adsorption an Aktivkohle.

Sorbat: Benzol - Dekalin - Naphthalin - Tetralin - Xylole
 Sorptionsmittel: Benzol 50-100°

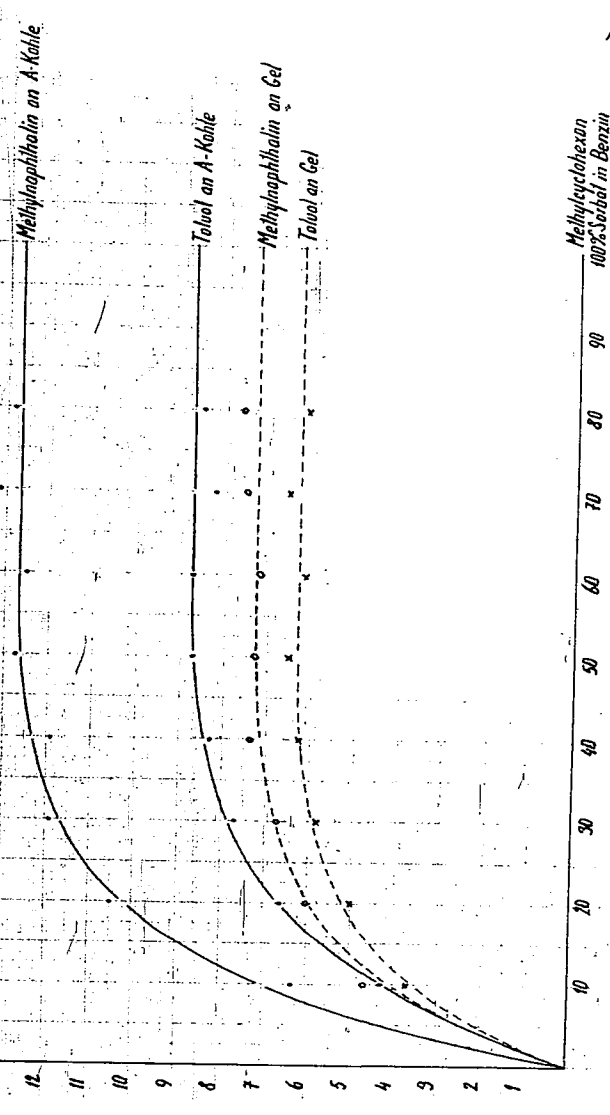
Sorbens: Aktivkohle (Merck)
 Mengen: 4 g A-Kohle • 20 cm Lösung



Vergleich der E-Isoliemen von Ringkohlenwasserstoffen, verschiedener Doppelbindungen bei Adsorption (an Kieselgel) an Aktivkohle (ungeachtet).

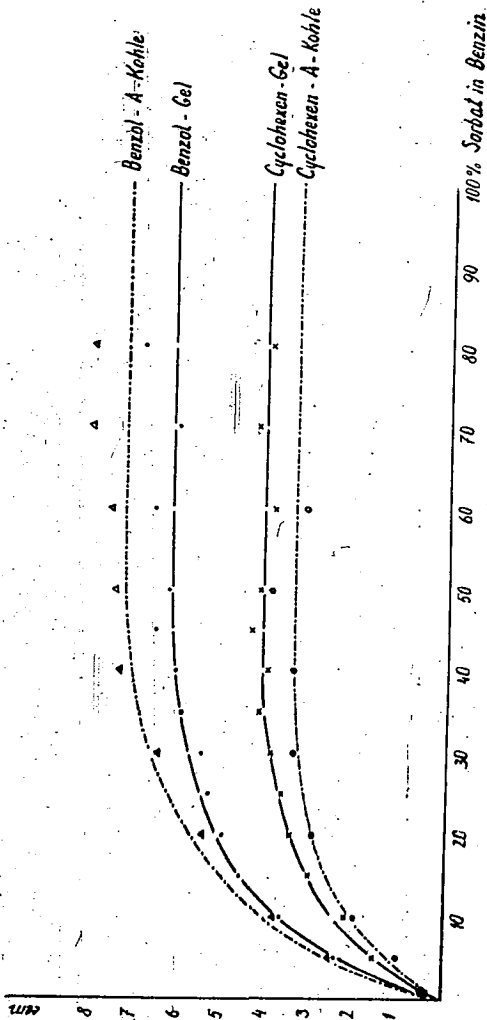


Vergleich der E-Lothemen von Ringkohlenwasserstoffen verschiedener Doppelbindungen mit Seitenketten (Methylcyclohexan, Toluol, Methylphenylalanin) an Kiesel E(10) und Aktivkohle.



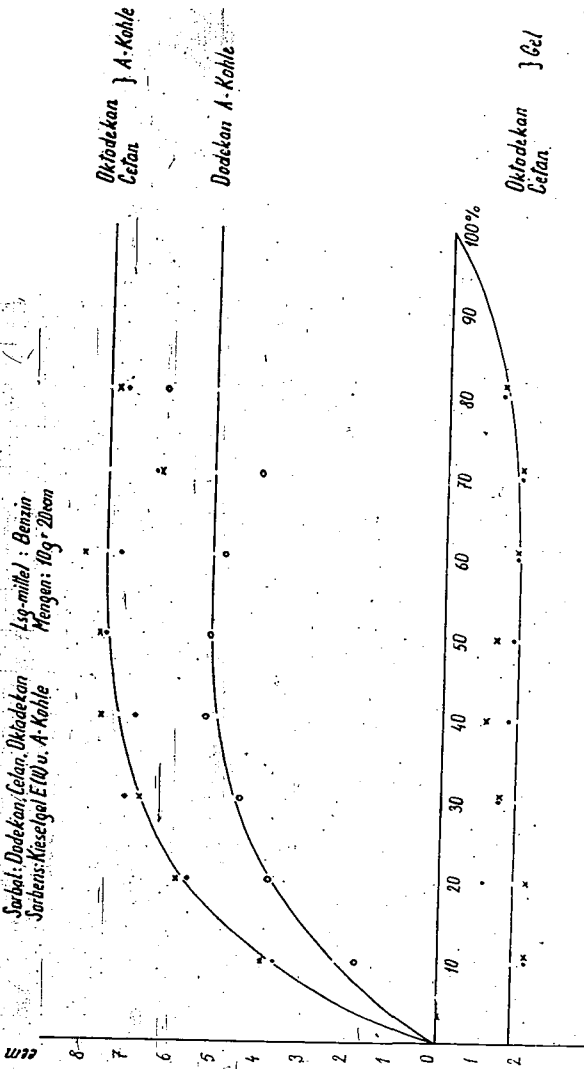
Vergleich der E-Säuremengen von 6C-Ringkohlenwasserstoffen, versuch: Doppelbindungen bei Adsorption an Kieselgel und Aktivkohle.

Sorbat: Cyclohexen, Cyclohexen, Benzol
 Sorbers: — = Kieselgel E (II), --- = Aktivkohle (umgerechnet auf 10g) — Mengen: 10g · 20cm.



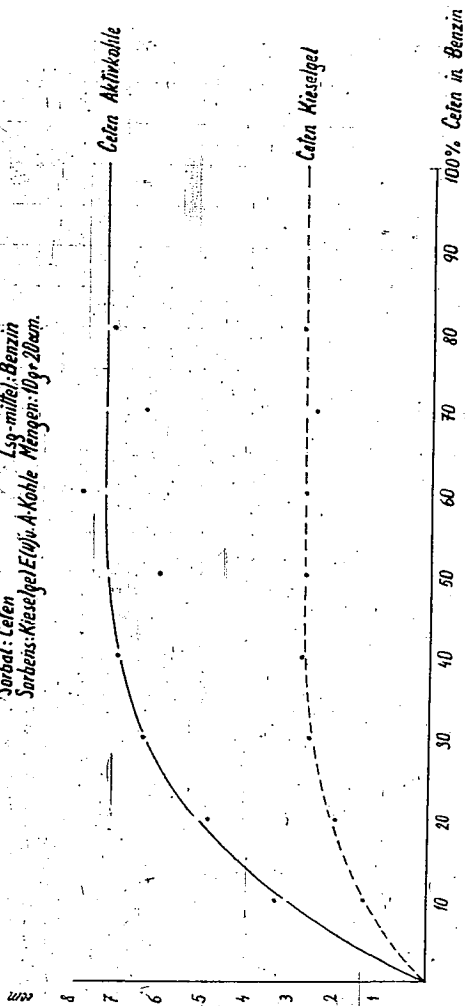
Einfluss der Kettenlänge von n-Paraffinen bei der E-Adsorption an Kieselsägel und Aktivkohle.

Subst.: Dodekan, Cefan, Oktodekan
 Lösungsmittel: Benzin
 Sorbens: Kieselsägel E(W) u. A-Kohle
 Mengen: 10gr 20ccm

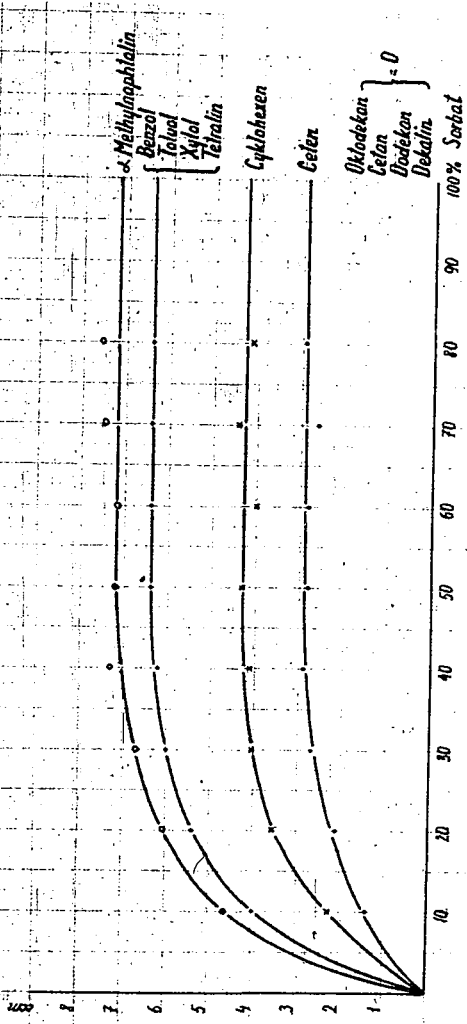


Einfluss der Doppelbindung von höheren K. W. Stoffen bei E-Adsorption an Kieselgel und Aktivkohle.

Sorbat: Ceten
 Sorbens: Kieselgel (E) / A-Kohle
 Lsg.-mittel: Benzin
 Mengen: 10g / 20cm³

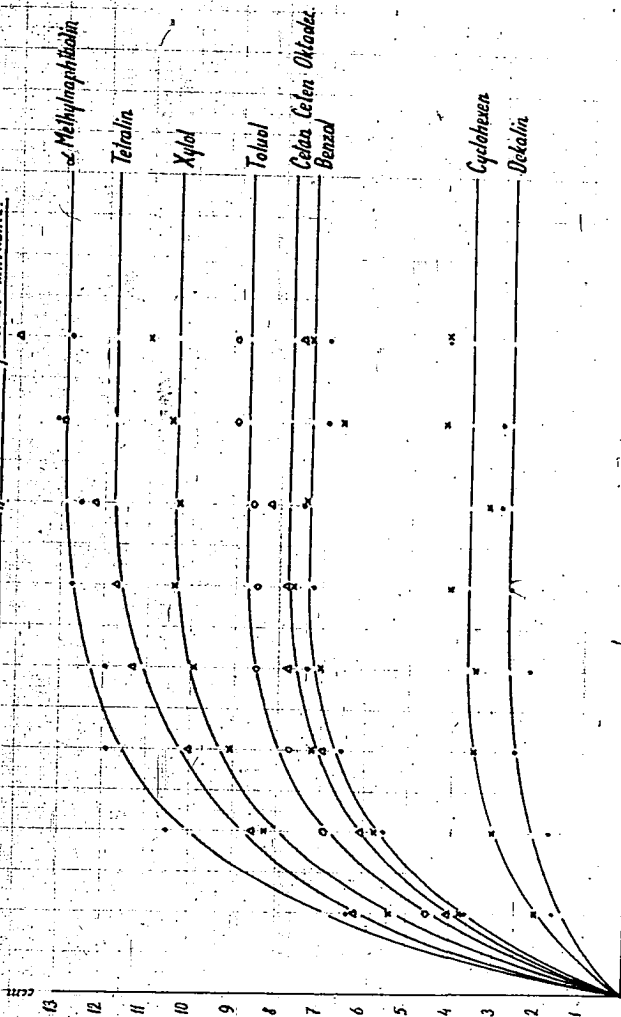


Vergleich der E-Isotermen verschiedener Kohlenwasserstoffe bei der E-Adsorption an Kieselerdeengung



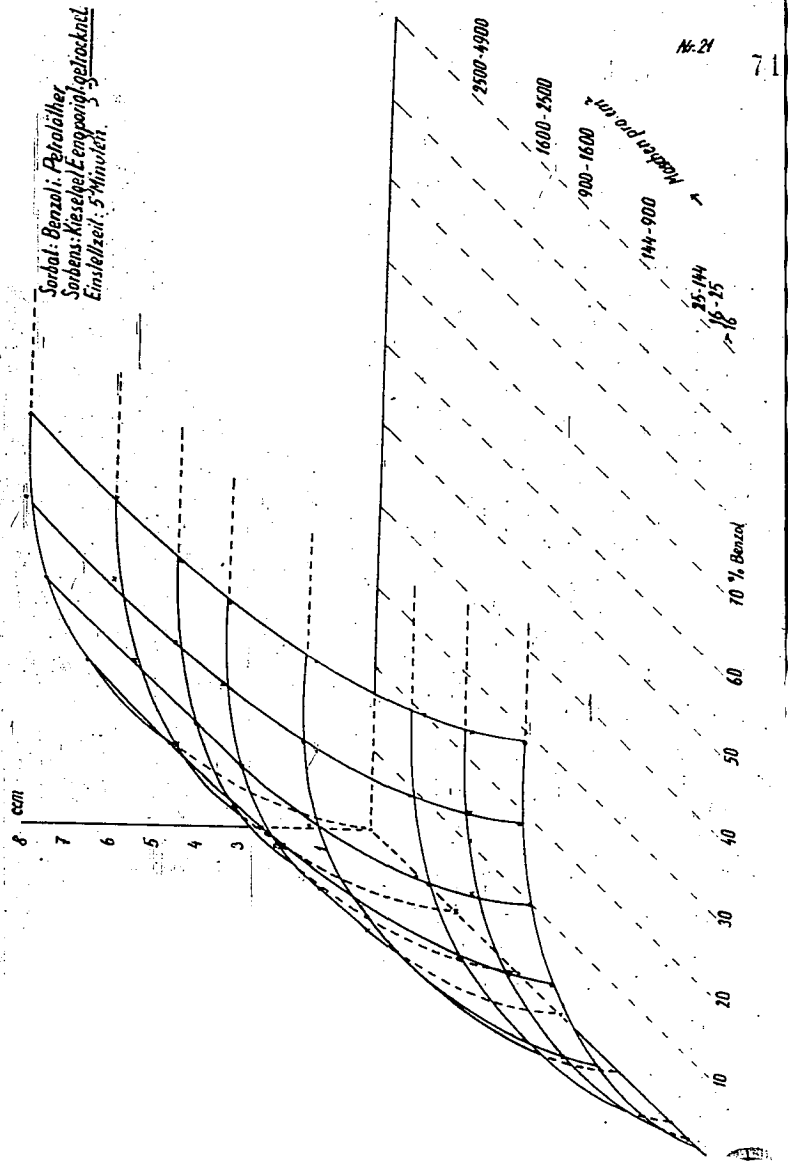
Nr. 19

Vergleich der E. isothermen verschiedener Kohlenwasserstoffe bei der E-Adsorption an Aktivkohle.



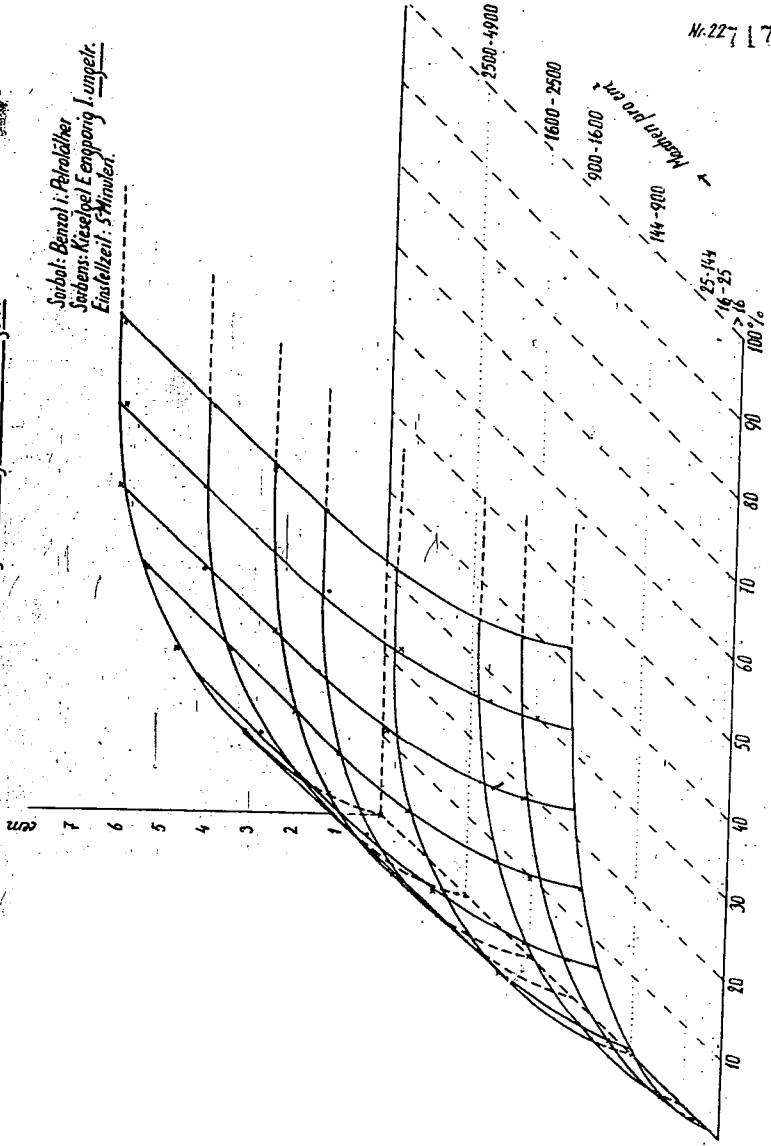
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100% Sorbat i. Lsg.-mittel

Nr. 21 Gegenüberstellung der Isothermen bei verschiedener Korngröße des getrockneten Kieselgels.



Nr. 22

Gegenüberstellung der Isothermen bei verschiedener Korngröße des ungelatneten Kieselgels.

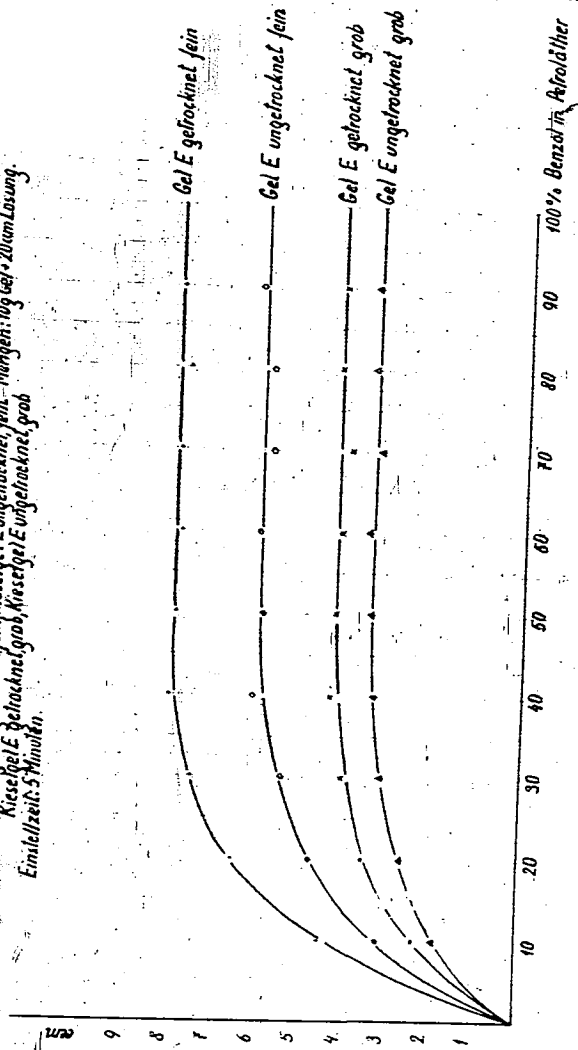


Nr. 22 17

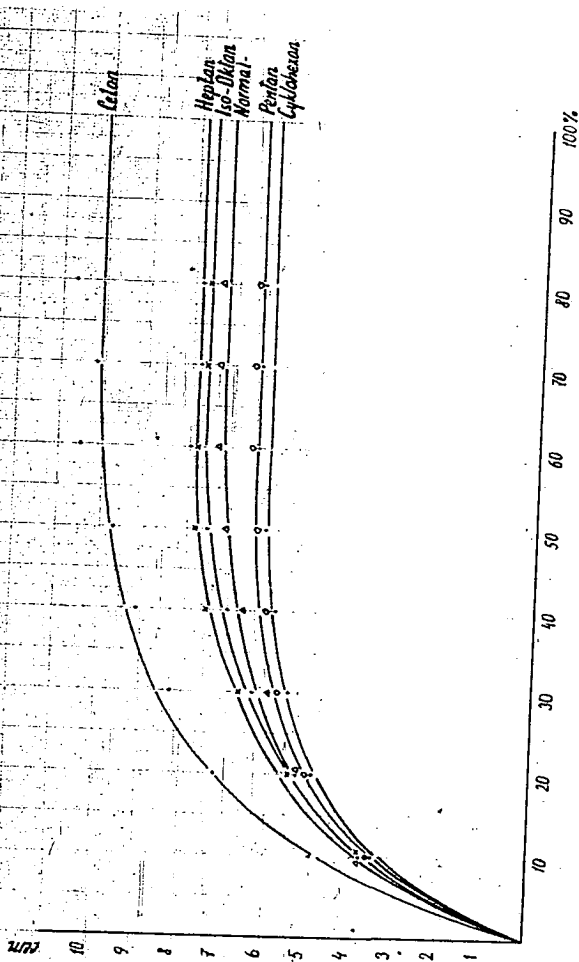
Vergleich der E-Isalthermen für Adsorption bei verschiedener Korngröße des Kieselgels.

Sorbent: Benzol

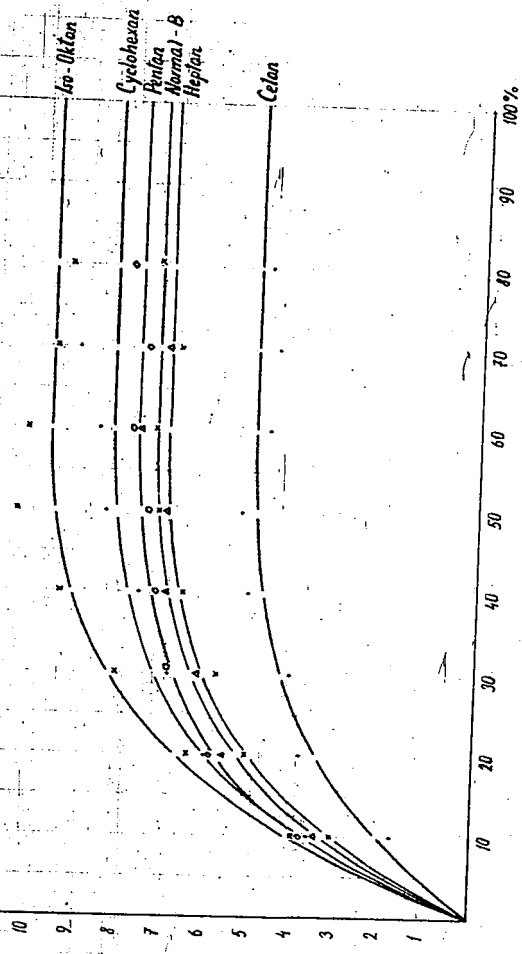
Sorbens: Kieselgel E, getrocknet fein, Kieselgel E, ungetrocknet, fein. — Mängeln: 10 g Gel + 20 cm Lösung.
Einstellzeit: 5 Minuten.



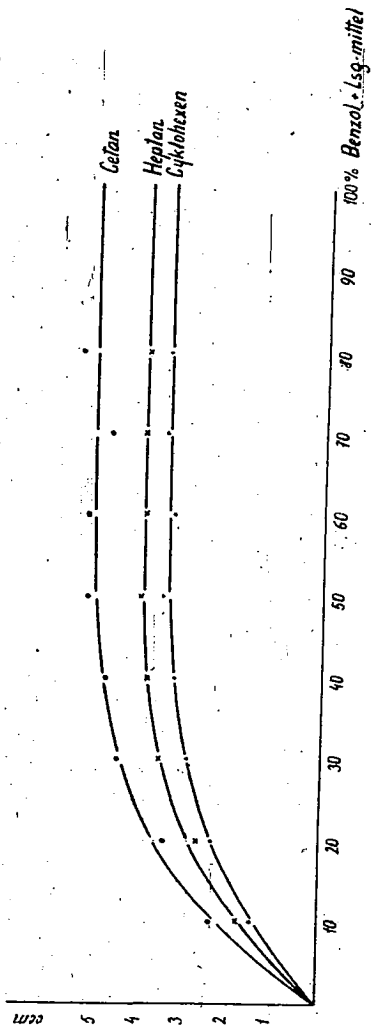
Vergleich der E-Isothermen für Benzol in verschiedenen Lösungsmitteln bei der Adsorption an Kieselgel-E-sorption



Vergleich der *t*-Isothermen für Benzol in verschiedenen Lösungsmitteln bei der Adsorption an Aktivkohle

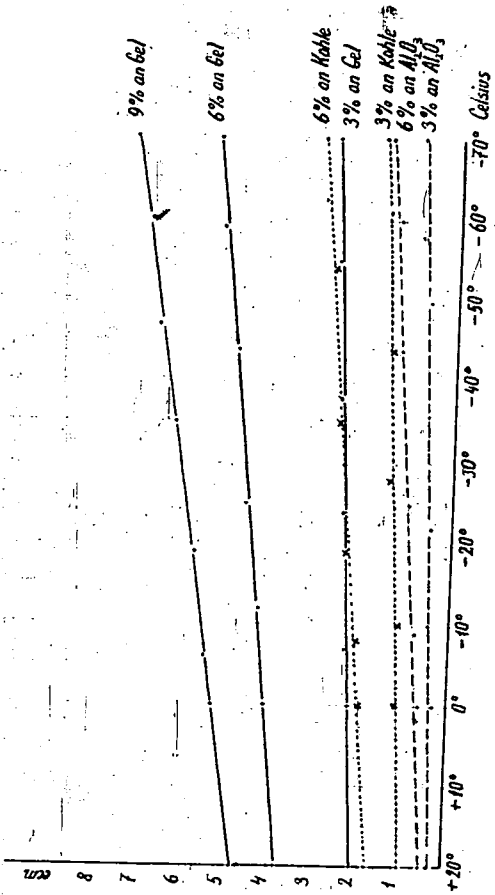


Vergleich der Isothermen für Benzol in verschiedenen Lösungsmitteln bei der Adsorption an Kieselgelweibung



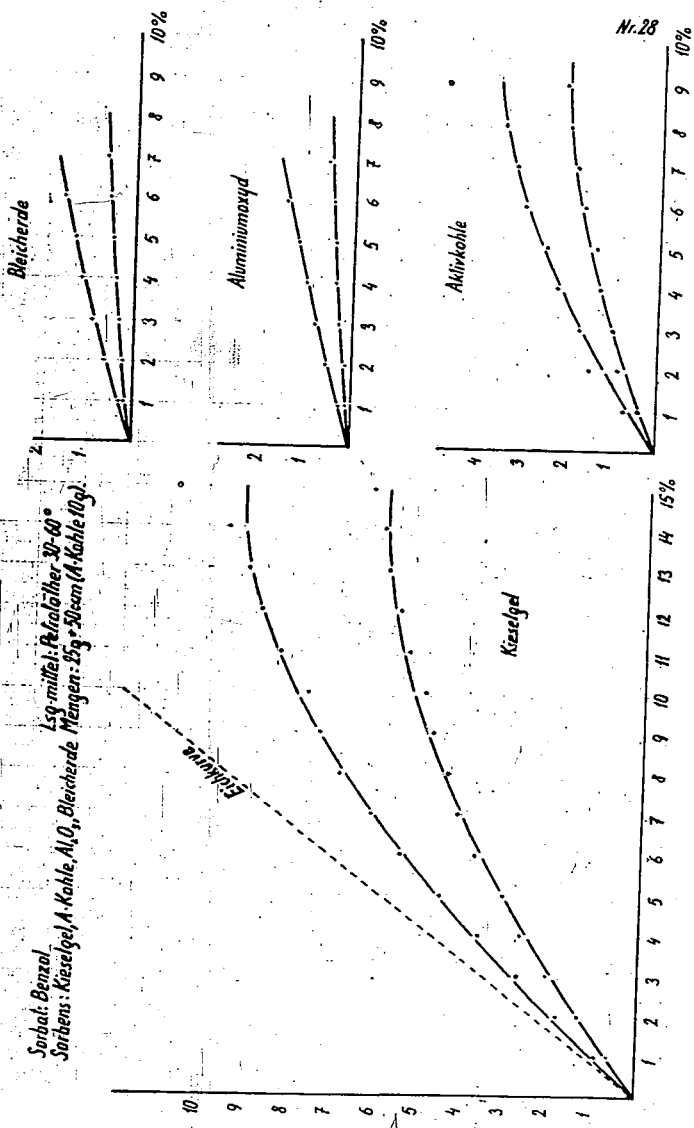
Vergleich der Temperaturabhängigkeit der Adsorption bei verschiedenen Adsorptionsmitteln.

Subst.: Benzol
 Lösungsmit.: Kohlenäur. (g.) --- A.D., Mengen: 25-50 ccm.
 Lösungsmittel: Petroläther 30-60°



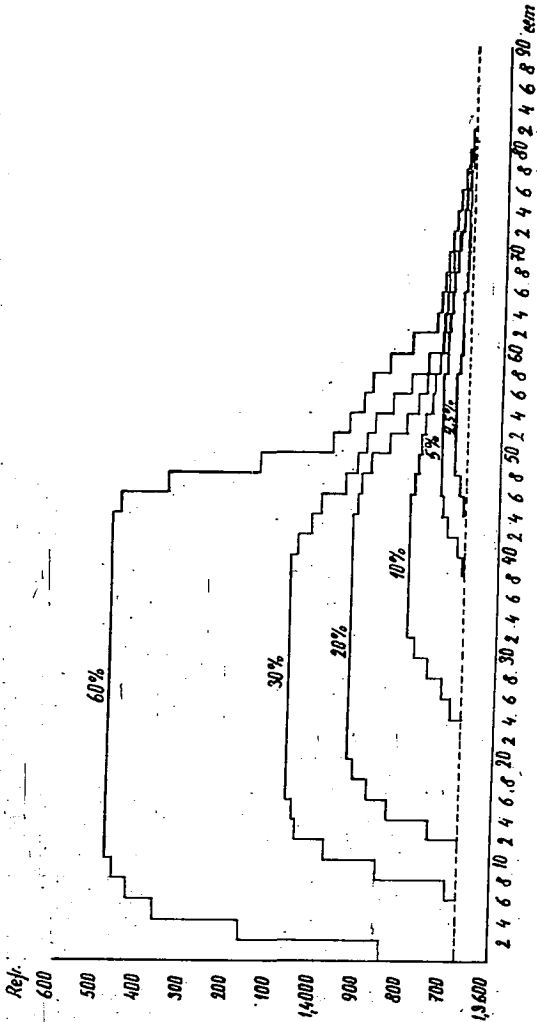
Gegenüberstellung von E-Isalthermen bei +20° und -70° Celsius

Sorbent: Benzol
 Sorbens: Kieselgel, A-Kohle, Al₂O₃, Bleicherde, Mengen: 25g + 50cm³ Steam (A-Kohle 10g).



Refraktionsdiagramm der Sulfenadsorption von Benzol-Pentanolösungen an Kieselgel Engporig (I)

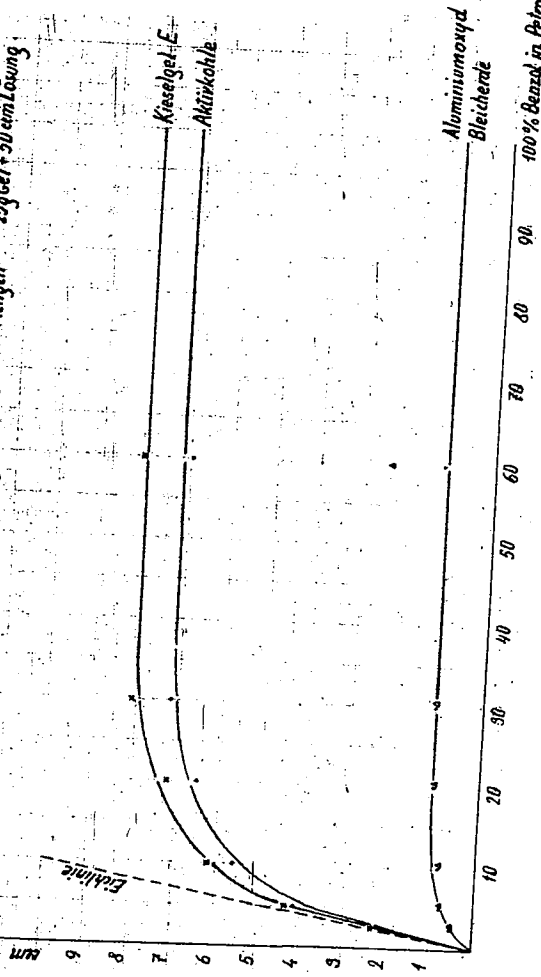
Sorbent: Benzol; Pentanolöser Mengen: 5% Kieselgel + 30cm Lösung
 Sorbens: Kieselgel Engporig. anrichtend reines Lösungsmittel.



Vergleich der Isothermen bei der Säulensorption an verschiedenen Sorbentien

Sorbat : Benzol
Sorbens : Kieselgel, A-Kohle, Al₂O₃, Bleicherde

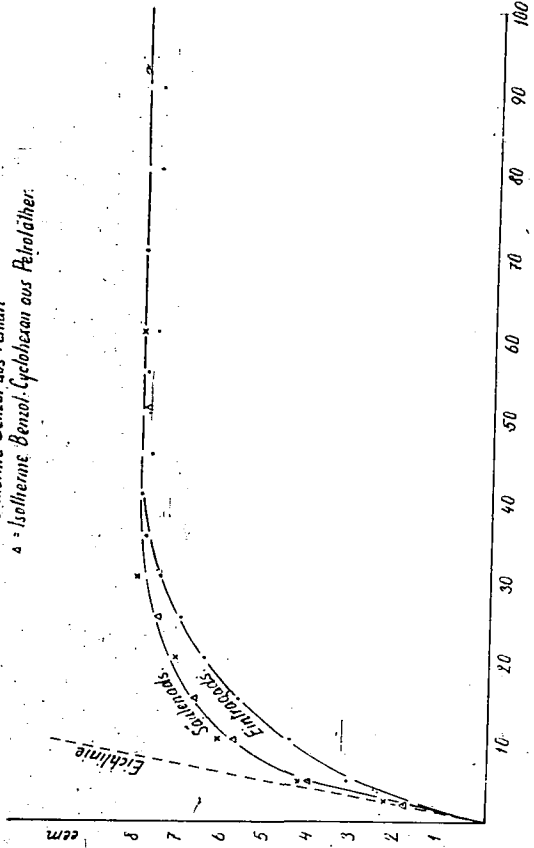
Lsg.-mittel: Petroläther
Mengen: 25g Gel + 50 cm Lösung



Vergleich der Isothermen der Eintrag- und Säulenadsorption.

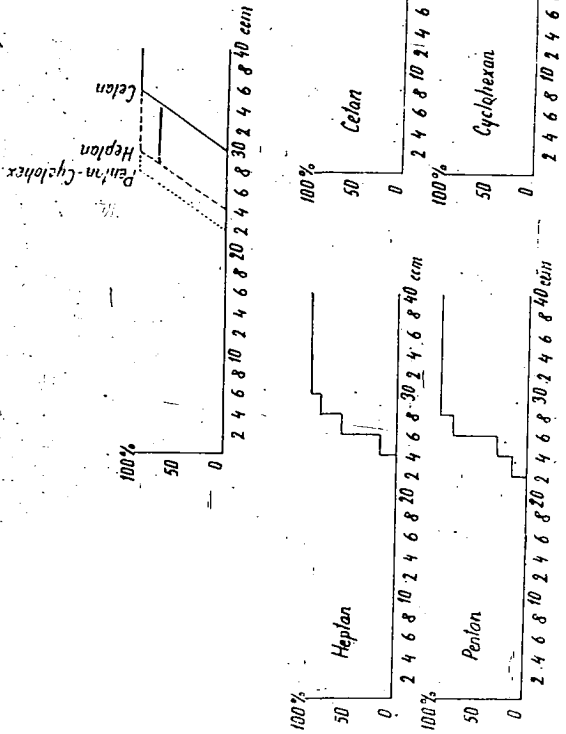
Sorbat: Benzol
 Lsg.-mittel: Petroläther 30-60°
 Sorbens: Kieselgel E engporig Mengen: 25 g Gel + 50 cm Lsg.

x = Isotherme Benzol aus Pentan
 Δ = Isotherme Benzol-Cyclohexan aus Petroläther.



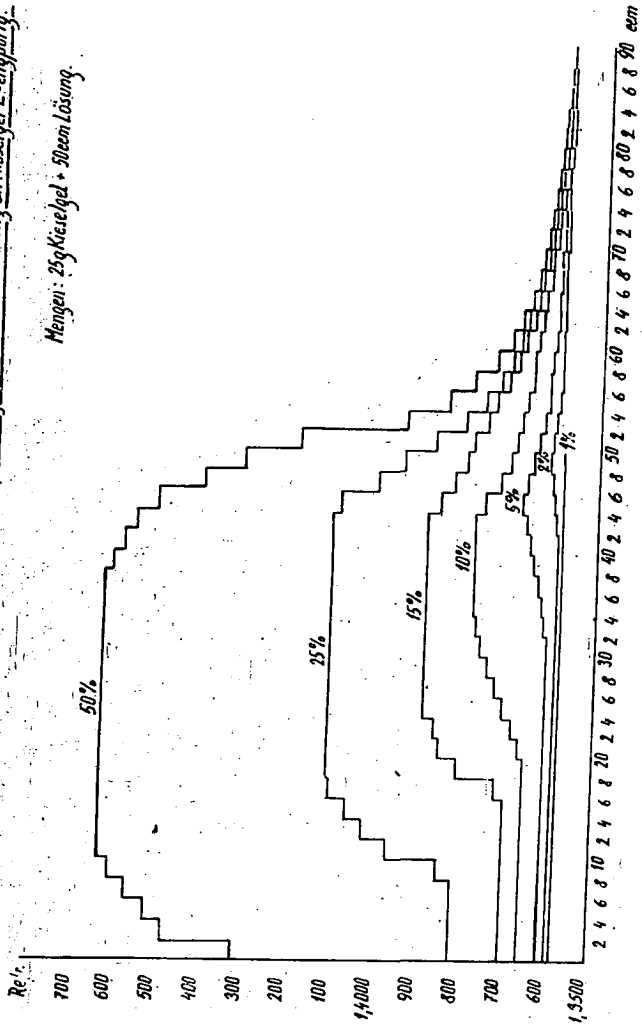
Vergleich des Einflusses des Lösungsmittels bei der Säulenadsorption.

Sorbent: Benzol
 Lösungsmittel: Heptan, Celan, Pentan, Cyclohexan
 Sorbens: Kieselgel, Mengengehalt: 25g Kieselgel + 50ccm Lösung.



Refraktionsdiagramm der Sautendosorption eines 50/50 Benzol-Cyclohexangemisches in Pentanlösung; an Kieselgel-Z-angporig.

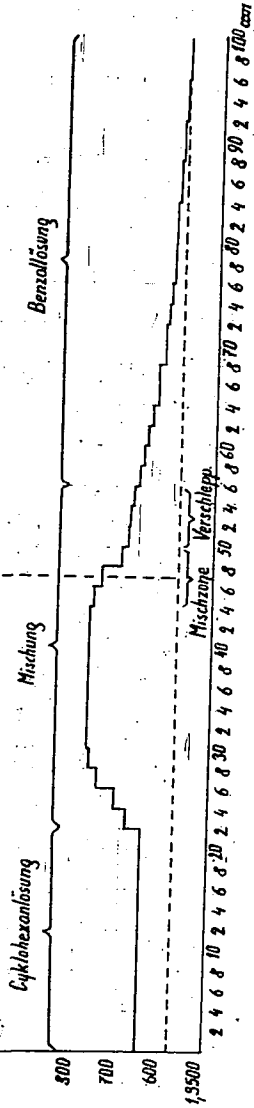
Mengen: 25g Kieselgel + 50ccm Lösung.



Charakteristische Verlauf der Adsorptionskurve bei der Säulenaufspaltung

Sonde: Benzol-Cyclohexan / Mengen: 25 Kieselgel + 50 cm Lösung
 Sorbens: Kieselgel E organophil, abschliessend mit reines Lösungsmittel.
 Lösungsmittel: Petroläther.

Ref:



Nr. 35

Beim Lösung des Kurvenraums einer Isotherme durch ein unvollständig gereinigtes Lösungsmittel bzw. durch unreines Subst.

