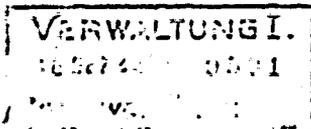


3439 - 30/5 01 - 83

2,081

Oberhausen-Holteln, den 16. Dezember 1944  
Cl/86.

Herren Professor Dr. Martin  
Direktor Dr. Hagemann  
Dr. Schuff  
Dr. Goethel



Betrifft: Einfluß des Eisengehaltes im Aluminiumchlorid  
auf die Polymerisation des Crackbenzins.

In der Ölanlage, desgleichen auch normalerweise bei unseren Laboratoriumsversuchen, wird als Katalysator für die Gewinnung von synthetischem Öl ein Aluminiumchlorid von nur technischer Reinheit angewandt, d.h., ein Produkt, das einige Prozent  $FeCl_3$  enthält. Wir haben im Laboratorium bis jetzt durch Einzelbeobachtungen nicht feststellen können, daß die Verwendung eines eisenfreien, chemisch reinen Produktes bezgl. Ausbeute oder Qualität des erzeugten Öles besondere Vorteile böte.

Die systematischen Versuchsreihen zur Klärung dieses Fragenkomplexes konnten noch nicht abgeschlossen werden; was bis jetzt an Material vorliegt, ist im Nachfolgenden zusammengestellt.

Vergleich eines eisenfreien mit einem eisenarmen Katalysator.

(Anlage 1)

In einer Versuchsgruppe 3560, 3561, die je 7 Synthesen umfaßt, wurde ein chemisch reines  $AlCl_3$  mit einem Chlorid verglichen, dem 0,1 %  $FeCl_3/100 AlCl_3$  zugesetzt waren. Wie die Zahlen der Anlage 1 erkennen lassen, werden Ausbeute und Viskosität des erhaltenen n-Öles nicht beeinflusst. Die Zahlen zeigen, auch hinsichtlich Kontaktölerzeugung und Vakuumdestillat II (150 - 200° bei 5 mm Hg) weitgehende Übereinstimmung.

21083

Sobald es die Verhältnisse erlauben, werden analoge Reihen mit 1 - 5 % Eisenchloridgehalt im Polymerisationskatalysator durchgeführt.

2.

Stufenweiser Ersatz des AlCl<sub>3</sub> durch FeCl<sub>3</sub>.  
(Anlage 2)

In dieser Gruppe, die nur Einzelsynthesen umfaßt, haben wir das Aluminiumchlorid gestaffelt durch das entsprechende Eisen-salz ersetzt; die Menge des Katalysators war, da es sich um die Herstellung eines höchstviskosen Öles in der Kälte handelt, an sich hoch, nämlich in Summe stets gleich = 6 T./100 T. Benzin, entsprechend 9 T./100 T. Olefine. Man ersieht aus der Anlage 2, daß 20 % des AlCl<sub>3</sub> durch FeCl<sub>3</sub> ersetzt werden können, ohne daß die V<sub>50</sub> des n-Öles zurückgeht; sie betrug immer noch ca. 35°E. Dagegen läßt die Kontaktölbildung stetig nach.

Eisenchlorid ist eben kein Polymerisationskatalysator; dies zeigt der zuletzt aufgeführte Versuch 116: Hier wurden mit 6 % FeCl<sub>3</sub> allein je 100 Benzin nur 4,6 % n-Öl gebildet. Die Bestätigung hierfür gibt der aus dem November 1940 stammende Versuch 3017/1:

Benzin	Fraktion bis 200°
FeCl <sub>3</sub>	5 %
Synthese	10 Stunden 95°
n-Öl Ausbeute	nur 5,5 %.

Unsere Vermutung, wir würden auf diesem Wege ein niedrigviskoses Öldestillat in besonders hoher Ausbeute erhalten können, erfüllte sich damals nicht:

Vakuum I bis 150°	Ausbeute = 7,2 %	V <sub>20</sub> = 1,07
" II 150-200°	" = 2,1 %	" = 1,51

Ganz ähnlich negativ verhielt sich BiCl<sub>3</sub>.

Bei einem stärkeren Einsatz von FeCl<sub>3</sub> müssen deshalb Ausbeute und Viskosität des n-Öles zurückgehen (Versuch 3650):

Katalysator	6 % AlCl <sub>3</sub>	1/4 AlCl <sub>3</sub> + 3/4 FeCl <sub>3</sub>
n-Öl Ausbeute	54, - %	18,6 %
" V <sub>50</sub>	30,7°E	18,8°E

21075

Zusammenfassung

$\text{AlCl}_3$  kann in der Synthese ohne Schaden bis zu 20 % Anteil durch  $\text{FeCl}_3$  bei reichlichem Einsatz ersetzt werden. Das Eisensalz allein wirkt nicht als normaler Polymerisationskontakt.

Ergänzende Reihensynthesen mit einem  $\text{AlCl}_3$ , das etwa 5 % Eisensalz enthält, stehen noch aus.

Clay

Anlagen

D. C. 24

Anlage 1

Vergleich eines eisenfreien mit einem eisenarmen Katalysator.

Ausgangsmaterial war Crackbenzin (65 % Olefine), es wurde kalt mit Tonsil und Natronkalk gereinigt. Synthese: 8 Std. 65°.

	1	2	3	4	5	6	7	Ø
<b>1) Chemisch reines AlCl<sub>3</sub> (Nr. 3560)</b>								
AlCl <sub>3</sub> /100 Bz.	6	3	4	4	4	4	4	4,14
Kontaktöl neu	15,8	-3,2	6,4	13,4	10,8	14,4	13,6	10,2
Gesamtkontaktöl	-	21,8	21,6	32,-	49,4	64,2	82,6	-
Restolefine -	4	9	5	2	2	3	3	4,-
Vak. Destl. II	2,8	2,8	2,2	2,2	2,6	2,4	2,2	2,5
n-Öl Ausbeute	44,8	57,6	53,2	47,6	49,6	47,4	48,6	49,8 x)
" V <sub>50</sub> °E	24,2	16,8	20,5	24,2	21,5	22,3	20,8	21,5
" VP	1,62	1,66	1,63	1,63	1,61	1,60	1,64	1,63
<b>2) Zusatz von 0,1 % FeCl<sub>3</sub>/100 AlCl<sub>3</sub> (Nr. 3561)</b>								
AlCl <sub>3</sub> /100 Bz.	6	3	4	4	4	4	4	4,14
FeCl <sub>3</sub> /100 Bz.	0,06	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
Kontaktöl neu	14,-	0,2	5,8	13,2	13,8	14,6	13,8	10,8
Gesamtkontaktöl	-	20,-	23,2	33,-	50,2	68,-	86,6	-
Restolefine	2	6	8	2	2	2	4	3,7
Vak. Destl. II	1,6	2,6	2,2	2,-	2,4	2,2	2,6	2,2
n-Öl Ausbeute	46,6	58,4	53,4	47,-	47,-	47,-	48,4	49,7 x)
" V <sub>50</sub> °E	25,2	17,1	21,-	25,4	21,7	21,3	21,5	21,9
" VP	1,62	1,64	1,63	1,60	1,61	1,62	1,67	1,63

x) Ausbeute aus 100 Olefinen: Nr. 3560 = 76,5  
 Nr. 3561 = 76,6

ll

5085

Anlage 2

Stufenweiser Ersatz des  $\text{AlCl}_3$  durch  $\text{FeCl}_3$  in der Einzelsynthese.

Ausgangscrackbenzin hatte ca. 67 % Olefine; es wurde kalt mit Tonsil und Natronkalk geschüttelt. Synthese: 24 Std.  $15^\circ\text{C}$ .  
Der Gesamtzusatz an Katalysator betrug 6 T./100 T. Benzin = 9 T./100 T. Olefine.

3417

Nr. →	100	101	102	103	110	116
$\text{AlCl}_3$ /100 Benzin	6,-	5,94	5,7	5,4	4,8	0
$\text{FeCl}_3$ / " "	0	0,06	0,3	0,6	1,2	6,-
$\text{AlCl}_3$ Anteil %	100	99	95	90	80	0
$\text{FeCl}_3$ " %	0	1	5	10	20	100
Kontaktöl neu %	11,4	10,8	8,6	9,-	8,6	6,4
Restolefine %	7	10	5	3	2,5	58
n-Öl Ausbeute %	50,2	49,6	51,-	53,-	51,2	4,6
" V <sub>50</sub>	33,8	35,3	36,6	34,5	34,9	15,8
" VP	1,60	1,60	1,62	1,62	1,64	-
" Flammpt.	287°	293°	282°	272°	285°	-