

3307

Oberhausen-Holten, den 16.9.1944
VL - Ka/Schr.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann
Dr. Kolling
Dr. Rottig

Sekretariat Hg.	
Eingang:	20.9.44
Lfd. Nr.:	1227
Beaufw.:	

Betrifft: Herstellung von 2,2 Dimethylbutanol (3)

Es sollte die Möglichkeit überprüft werden obigen Alkohol aus Stoffen herzustellen, die bei der Fischer-Synthese anfallen. Unser erstes Ziel bestand darin, den C_6 Alkohol auf irgend einem labormässigen Wege zu gewinnen und seine Eigenschaften zu studieren. Alsdann sollten solche Reaktionen gesucht werden, die sich für eine wirtschaftlich tragbare Produktion eignen würden. Die Herstellung wurde zunächst in mehrere Teilreaktionen zerlegt. Als Ausgangsprodukt sollte Isopropylalkohol dienen, der in bekannter Weise aus Propylen mit Schwefelsäure hergestellt wird. Der Isopropylalkohol kann in fast quantitativer Ausbeute über einen Cu-Zn Kontakt in Aceton umgesetzt werden. Die Apparatur ist denkbar einfach. Die Reaktion lässt sich ohne weiteres im grossen Massstabe ausführen.

Die Reaktion von Aceton mit amalgamiertem Magnesium zu Pinakon ist bereits in der Literatur angegeben. Ausbeuten von etwa 50 % wurden von uns erreicht. Die einzusetzende Menge Magnesium und Quecksilberchlorid ist verhältnismässig gross, sodass eine Produktion auf diesem Wege nicht in Frage kommt. Unsere Versuche sollten klären, ob Magnesium durch Aluminium oder gar durch Zink vertretbar ist und ob die zur Amalgamierung benötigte Menge Quecksilber vermindert werden kann. Die begonnenen Versuche haben gezeigt, dass Al mit Erfolg eingesetzt werden kann. Sollte kein anderer Weg zur Herstellung von Pinakon gefunden werden, so hätte die Frage der Regenerierung des Amalgams geprüft werden müssen.

Es liegt ein D.R.P. aus dem Jahre 1915 vor, bei dem obige Reaktion unter dem Einfluss von Licht verlaufen soll. Bei der Nachprüfung mit einer 100 Watt Glühbirne im versilberten 5 l Kolben konnte nach 48 Std. keine Umwandlung festgestellt werden. Versuche mit ultraviolettem Licht waren vorbereitet.

Pinakon ist ein Kondensationsprodukt von 50 % Isopropylalkohol und 50 % Aceton. Eine solche Mischung wurde mit Alkali

versetzt und bei erhöhtem Druck einer Wärmebehandlung unterzogen. Die Analyse ergab im ersten Versuch, daß sämtliches Aceton verschwunden war und wahrscheinlich hochmolekulare Kondensationsprodukte gebildet hat. Der Isopropylalkohol wurde unverändert vorgefunden. Durch Variation von Druck, Temperatur und Alkalikonzentration sollte eine Kondensation zu Pinakon erreicht werden.

Pinakon wird durch Säureeinfluss in Pinakolin umgelagert. Mit 25 %iger Schwefelsäure wurde eine 50 - 60 %ige Ausbeute an Pinakolin erhalten. In einer Versuchsreihe die von Pinakonhydrat ausging wurde 50 %ige, 25 %ige und 5 %ige Schwefelsäure verwendet. Während mit 5 %iger Schwefelsäure geringe Umwandlung erzielt wurde, war die Umwandlungshöhe bei 50%iger und 25 %iger Schwefelsäure gleich gross.

Phosphorsäure wurde in zwei Konzentrationen angewendet. Während mit 5 %iger Phosphorsäure keine Umwandlung beobachtet wurde ergab 25 %ige Phosphorsäure etwas geringere Ausbeute als mit Schwefelsäure entsprechender Konzentration. Mit Oxalsäure wurde ebenfalls Pinakon in guter Ausbeute zu Pinakolin umgelagert. Kohlensäure sollte versucht werden, vor allem darum, weil eventuell die Kohlensäure im Kreis hätte umgepumpt werden können.

Die Reduktion von Pinakolin zu Pinakolin-Alkohol (2,2-Dimethylbutanol (3)) wurde mit Kupfer-Chrom Kontakt in guter Ausbeute im Autoklaven ausgeführt.

Zusammenfassend kann gesagt werden: Die Herstellung von Pinakolin-Alkohol ist aus Isopropylalkohol möglich. Bis auf die Teilreaktion Aceton - Pinakon verlaufen alle Reaktionen mit befriedigender Ausbeute, und sind auch in einen grösseren Massstab übertragbar. Die Reaktion Aceton - Pinakon müsste studiert werden und festgestellt werden, ob durch Druckkondensation usw. die Verhältnisse verbessert werden könnten.

Die Arbeiten wurden eingestellt, weil der C₆-Alkohol oder ein ähnlicher C₇- bzw. C₈-Alkohol nach Isolierung aus Poly-Benzin durch Hydratisierung des entsprechenden verzweigten Olefins hergestellt werden soll.