

G

2226

Verfahren zur Herstellung von Dimethylolaceton und seinen Homologen.

Es ist bekannt, dass bei der Kondensation von Aceton mit Formaldehyd unter Einwirkung von Alkalien ein wasserunlösliches, festes, harzartiges, von der Summenformel $C_4H_8O_5$ erhalten wird, das offenbar ein Acetonharz darstellt (vgl. Chem. Zentralblatt 1906, Band 1, Seite 221). Es ist ferner bekannt, dass bei der Einwirkung von Formaldehyd oder Formaldehyd abgespaltenen Mitteln auf Ketone wie Aceton und seinen Homologen unter Anwendung gelinde wirkender alkalischer Kondensationsmittel wie Soda, Pottasche, Magnesie, Natriumphosphat, Borax u.a. die Monomethylolverbindungen der Ketone, also die Ketoalkohole, erhalten wird (vgl. DRP 223 207). Diese Ketoalkohole stellen zumeist farblose ölige Körper dar.

Es ist ferner bekannt, dass bei der Kondensation von Ketonen mit Formaldehyd bzw. von ^{Form-}aldehyd abgespaltenen Mitteln auch die Dimethylolverbindungen, ausgehend von Aceton zum Beispiel das Dimethylolaceton, erhalten werden können, wenn man als Kondensationsmittel Alkalien in erheblicher Menge bzw. Kondensation anwendet, als sie zur Bildung von Monomethylolaceton erforderlich sind und gleichzeitig dafür Sorge trägt, dass trotz der ~~stark~~ ^{unter} eingesetzten stark exothermen Reaktion die Temperatur auf keinen Fall 60° übersteigt. Bei diesem bekannten Verfahren wird die Menge an Alkalien so gross gewählt, dass die Hydroxylionenkonzentration der Lösung einen pH-Wert von

mindestens 10 entspricht (vgl. DRP 544 887).

Es wurde nun gefunden, dass die ^{Kondensation} Konzentration von Ketonen wie Aceton und seinen Homologen, mit Formaldehyd zu Dimethylolketon auch ohne Anwendung von Atzalkalien gelingt. Es ge-

nügt vielmehr, anstelle der Atzalkalien stark alkalisch reagierende Salze, zum Beispiel, konzentrierte Lösungen von Pottasche, Soda oder tertiärem Alkali phosphat zu verwenden. Auch bei Anwendung dieser Salze als Mittel ist es erforderlich, niedrige Umsetzungstemperaturen einzuhalten und zwar soll die Reaktionstemperatur 30° nicht übersteigen.

Das Erfindungsgemäße Verfahren hat vor allem den Vorteil, dass es das Arbeiten mit starken Lösungen von Atzalkalien ent-

behrlich macht. Es hat sich ferner ergeben, dass die so hergestellten Dimethylolketone einer anschließenden Aufhydrierung oder Ketogruppe unter Bildung von dreiwertigen Alkoholen besonders zugänglich sind und daher ein geeignetes Ausgangsmaterial zur Herstellung dreiwertiger Alkohole darstellen, die als Glycerin austauschstoffe von hoher technischer Bedeutung sind.

Die Erfindung sei anhand nachfolgender Beispiele näher erläutert:

- 1.) Aceton, Formaldehyd, $F_2 PO_3$
- 2.) Methyläthylketon, Triäthyläthylol oder Paraformaldehyd, $K_2 PO_3$
- 3.) Aceton, Formaldehyd, $Na_3 PO_4$

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Dimethylolaceton und seinen Homologen durch Kondensation von Ketonen wie Aceton und seinen Homologen, mit Formaldehyd oder Formaldehyd abspaltenden Mitt-

unter Anwendung ⁻³⁻alkalischer Kondensationsmittel / 2228

bei niedrigen Temperaturen, dadurch gekennzeichnet, dass die Kondensation bei Temperaturen von nicht mehr als 30° in Gegenwart so grosser Mengen stark alkalisch reagierender Salze wie Pottasche, Soda, Natriumphosphat u.a. erfolgt, dass das Umsetzungsgemisch zu Beginn der Reaktion einen p_H -Wert von 9 nicht ~~übersteigt~~ ^{unter}schreitet.