

催化、动力学与反应器

## 2,2-二羟甲基丁醛的催化合成与表征

方莉, 赵永祥, 曲济方, 王永钊, 刘滇生

山西大学化学化工学院, 山西 太原 030006

收稿日期 2003-12-29 修回日期 2004-4-6 网络版发布日期 2008-9-1 接受日期

**摘要** 采用新制的正丁醛 (NBAL) 和多聚甲醛 (PFA) 在三乙胺 (TEA) 催化下制备了合成三羟甲基丙烷 (TMP) 的中间产物 2,2-二羟甲基丁醛 (DMB). 探讨了原料配比和反应时间对 DMB 收率的影响, 以及催化剂与含水量对反应体系升温速率及 DMB 收率的影响. 最佳工艺条件为:  $N_2$  保护下,  $n_{NBAL} : n_{PFA} : n_{TEA}$  为 1 : 3 : (0.05~0.1), 含水量为 10%~15% (以总量计), 反应温度为 50~80 °C, 反应时间为 2h. 通过 IR、GC、GC-MS、 $^1H$ NMR 对 DMB 的结构进行了表征; 经过 GC 分析, NBAL 在上述条件下可反应完全 (>99%), DMB 收率达 88% 以上.

**关键词** [三羟甲基丙烷](#) [2,2-二羟甲基丁醛](#) [三乙胺](#) [羟醛缩合](#)

分类号

## CATALYZED SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF 2, 2-DIMETHYLOL-1-BUTANAL

FANG Li, ZHAO Yongxiang, QU Jifang, WANG Yongzhao, LIU Diansheng

### Abstract

2,2-dimethylol-1-butanal (DMB) was synthesized by *n*-butyraldehyde (NBAL) with paraformaldehyde (PFA) in the existence of triethylamine (TEA). NBAL reacted completely (>99%) and the yield of DMB reached 88%. The structure of DMB was characterized by IR, GC, GC-MS,  $^1H$ NMR. It was found that the concentration of TEA and  $H_2O$  greatly affected the rate of temperature rise of the reaction system and the yield of DMB. The optimized reaction conditions were as follows: under the nitrogen atmosphere,  $n_{NBAL} : n_{PFA} : n_{TEA} = 1 : 3 : (0.05-0.1)$  and 10%—15% water by weight, temperature 50—80 °C, reaction time 2h.

**Key words** [trimethylolpropane](#) [2,2-dimethylol-1-butanol](#) [triethylamine](#) [aldolization](#)

DOI:

通讯作者 刘滇生

### 扩展功能

#### 本文信息

▶ [Supporting info](#)

▶ [PDF\(465KB\)](#)

▶ [\[HTML全文\]\(0KB\)](#)

▶ [参考文献](#)

#### 服务与反馈

▶ [把本文推荐给朋友](#)

▶ [加入我的书架](#)

▶ [加入引用管理器](#)

▶ [复制索引](#)

▶ [Email Alert](#)

▶ [文章反馈](#)

▶ [浏览反馈信息](#)

#### 相关信息

▶ 本刊中 包含 [“三羟甲基丙烷”](#) 的相关文章

▶ 本文作者相关文章

- [方莉](#)
- [赵永祥](#)
- [曲济方](#)
- [王永钊](#)
- [刘滇生](#)