

AM/



143476

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

SCHERING & GLATZ, INC, - domiciliada en NEW YORK (E. U.)

por:

"4.6-Diamino-2-alkil-piridinas y procedimiento para su
obtención"

=====
=====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a .

Esta invención se refiere a las diamino-piridinas y al procedimiento para obtenerlas y de una manera especial a las 4.6-diamino-2-alkil-piridinas y al procedimiento para obtenerlas.

5

Se ha observado que estos derivados de la piridina hasta ahora desconocidos pueden obtenerse por la acción de la sodamina sobre una 2-alkil-piridina por el procedimiento que se describirá a continuación:

10

Sin establecer limitación alguna a ninguna forma de aparato especial, el aparato preferido para la práctica de este procedimiento consiste en un recipiente de acero con tapa



936

- 2 -

15 provisto de un mecanismo agitador, un tubo de desprendimiento
que sale de la parte superior del recipiente y que está conectado
a un refrigerante de reflujo, comprendiendo medios para la in-
troducción de un compuesto de piridina y un tubo cerrado que lle-
ga a la parte inferior del recipiente y que contiene un termóme-
tro. Este aparato es análogo a los usualmente empleados para
operaciones análogas.

20 Damos a continuación ejemplos del procedimiento segui-
do para la obtención de estos nuevos derivados de la piridina.

EJEMPLO I.

4.6-diamino-2-metil-piridina.

95 gramos de sodamina se pulverizan finamente y se
introducen en el recipiente cuya tapa se cierra luego. La soda-
mina se calienta lentamente hasta unos 120° C. y se añaden len-
tamente 100 gramos de 2.metil-piridina. Cuando la temperatura
alcanza los 125° C. se pone el agitador en movimiento y princi-
pia el desprendimiento de hidrógeno el cual se escapa pasando
por el refrigerante de reflujo. Se continua la agitación du-
rante unas 8 horas durante cuyo periodo la temperatura se eleva
gradualmente hasta unos 220° C. Se continua luego la operaci ón
durante unas 8 á 10 horas mas o bien hasta que cesa el despren-
dimiento de hidrógeno, elevándose gradualmente la temperatura des-
de los 220° C a 310° C. aproximadamente. Se deja enfriar lue-
go la mezcla a unos 100° C. y se añaden progresivamente unos
400 cc. de agua mientras se mantiene la temperatura próxima a
la ebullición durante 1 hora o bien hasta que ha terminado la
descomposición del producto. Se enfria entonces la mezcla, po-
niéndola en hielo o en otra forma hasta que se obtiene una ma-
sa negra cristalina, mas o menos sólida, que se separa de una
solución acuosa de hidrato y de carbonato sódico. La masa cris-
talina de color obscuro se separa y se trata con benceno, tolu-
eno u otro disolvente orgánico apropiado y se calienta, se sepa-
ra la solución de los productos insolubles y se purifica fil-
trándola en caliente a través de carbón. Al enfriarse esta solu-



6

ción caliente, cristalizan placas ligeras parcialmente transparentes que se separan de la solución.

50 Estos cristales están constituidos por una mezcla de 3.6-diamino-2-metil-piridina y 4.6-diamino-2-metil-piridina en proporciones variables según las condiciones en que se ha conducido el procedimiento mencionado.

55 La 4.6-diamino-2-metil-piridina puede separarse fácilmente de la 3.6-diamino-2-metil-piridina por cristalización fraccionada o por destilación fraccionada en el vacío. Si 20 gramos de los cristales obtenidos se disuelven calentando en unos 100 cc. de tolueno o benceno y la solución obtenida se enfria a unos 10° C. se separan de la solución cristales de 3.6-diamino-2-metil-piridina y si se enfria todavía mas la solución hasta por ejemplo 1° C. se separan cristales de 4.6-diamino-2-metil-piridina.

60 Los cristales de 4.6-diamino-2-metil-piridina se presentan en forma de placas brillantes, ligeras con un punto de fusión de 52-53° C. Son solubles en agua, alcohol, acetona, benceno, tolueno, cloroformo y glicerina y son insolubles en aceites minerales y en el tetracloruro de carbono. La solución acuosa presenta reacción alcalina. La fórmula de este producto
65 es la siguiente:



EJEMPLO II.

4.6-diamino-2-propil-piridina.

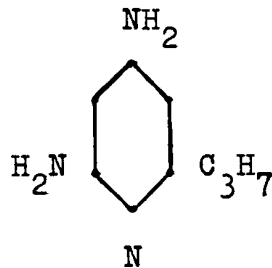
75 Este compuesto puede obtenerse substituyendo la 2-metil-piridina del ejemplo anterior por una cantidad aproximadamente igual de 2-propil-piridina y procediendo en la misma forma. El producto se presenta en forma de agujas sedosas (no placas) dispuestas a modo de pequeñas rosas. Su punto de fusión es de 106 á 107° C. Este producto es soluble en agua caliente, alcohol,
80 acetona, benceno, tolueno, eter, glicerina, y ácidos grasos, li-



geramente soluble en agua fría e insoluble en los aceites minerales.

Su fórmula es la siguiente:

85



90

Aún cuando se citan únicamente como ejemplo los compuestos metílico y propílico, la invención no se limita a estos compuestos alquílicos únicamente, ya que pueden emplearse otros compuestos 2-alquílicos análogos como el etílico, butílico, amílico y otros.

95

Todas las 4.6-diamino-2-alquíl-piridinas comprendidas en esta invención son capaces de formar valiosos colorantes al ser copuladas con aminas diazotadas y tetrazotadas de la serie aromática.

100

No debe considerarse limitación alguna en los productos químicos, cantidades, tiempos, temperaturas y fases de la operación indicadas, las cuales lo han sido únicamente como ejemplo para mejor comprensión de esta invención.

 N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

105

1) Procedimiento para la obtención de 4.6-diamino-2-alquíl-piridina caracterizado por calentar una mezcla de 2-alquíl-piridina con sodamina a temperatura no inferior a 200° C., añadir agua y aislar la 4.6-diamino-2-alquíl-piridina así formada.

110

2) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada por el hecho de que se calienta una molécula de 2-alquíl-piridina con dos moléculas de sodamina.

3) Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2 caracterizado por calentar 6-amino-2-metil-piridina con soda-



036

- 5 -

115 mina.

4) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 á 3, caracterizado por que la mezcla de 2-alkil-piridina, por ejemplo 2-metil-piridina y sodamina se calienta gradualmente hasta unos 125º C., se eleva luego la temperatura hasta aproximadamente 160º C., y después de mantener esta temperatura durante 12 horas aproximadamente, se eleva a no menos de 200º C. y esta temperatura se mantiene durante 10 horas aproximadamente.

120

125

5) 4.6-diamino-2-alkil-piridinas y procedimiento para su obtención.

Barcelona 10 diciembre 1936.

JOSÉ M. BOLIBAN
P.P.