

372928



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>-07</u>
SUBCLASE <u>D</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a una patente de invención por 20 años, para todo el territorio español y territorios africanos, a favor de PRODES, S.A., entidad española residente en Barcelona, calle Sepúlveda, 85, siendo el inventor DON ANTONIO VILA CASAS, por: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ESTER BIS (N-METILCARBAMICO) DEL 2,6-PIRIDINDIMETANOL.

== ¶ ==

La presente patente de invención comprende el proceso de fabricación del ester 2,6-piridindimetilénico del ácido metilcarbámico. La obtención se basa:

5

- A) Reacción del cloruro de metilcarbamoilo con el 2,6-piridindimetanol.
- B) Reacción del 2,6-piridindimetanol bis-cloroformato con metilamina.
- C) Reacción del 2,6-piridindimetanol con cloruro de carbonilo y metilamina.

372928



10 Las reacciones se llevan a cabo en medio anhidro.
El producto 2,6-piridindimetanol es conocido en la literatura química desde hace muchos años y se obtiene a partir de la lutidina por procedimientos clásicos.

15 Los siguientes ejemplos facilitan la comprensión de lo anteriormente expuesto.

Ejemplo nº 1.- 14 gr. de Cloruro de metilcarbamoilo disueltos en 150 ml. de tetracloruro de carbono se añaden gota a gota, por espacio de 10 minutos, a una solución, mantenida en agitación y a 80°C, constituida por 5gr. de 20 2,6-piridindimetanol (punto de fusión 114 - 118°) y 60 ml. de piridina. Se mantiene la agitación y la temperatura de 80°C durante 4 horas y, a continuación, se eliminan los disolventes por destilación al vacío. El residuo se trata con solución de carbonato sódico y se extrae con cloroformo. Este se elimina y se cristaliza el 2,6-piridindimetanol bis-(N-metilcarbamato) en alcohol isopropílico. 25 El producto obtenido funde a 135 - 138°.

Ejemplo nº 2.- A través de 250ml. de clorobenceno contenido 14 gr. de 2,6-piridindimetanol, y manteniendo 30 la temperatura de 130°, se hace pasar en forma de gas cloruro de carbonilo y metilamina, de forma que a las dos horas hayan pasado 9 gr. de metilamina y 50 gr. de cloruro de carbonilo. Se elimina el disolvente y del residuo se obtiene el 2,6-piridindimetanol bis-(metilcarbamato).

35 Ejemplo nº 3.- 30 gr. de 2,6-piridindimetanol, disueltos en piridina se añaden gota a gota y con agitación a una solución de 100 gr. de cloruro de carbonilo en 600 ml. de benceno. Se agita una hora a 12°C y se elimina el cloruro de carbonilo al vacío. A continuación, se trata

372928



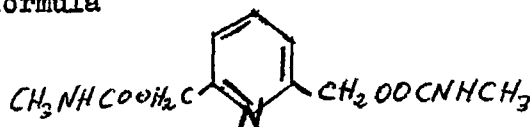
40 con 25 gr. de metilamina, se elimina el disolvente y del re-
siduo se obtiene en estado puro el 2,6-piridindimetanol bis-
(N-metilcarbamato).

- N O T A -

45 Descrito suficientemente el procedimiento objeto de
esta patente, se declaran de novedad las siguientes

R E I V I N D I C A C I O N E S :

50 1ª Procedimiento de obtención del ester bis (N-metil
carbamico del 2,6-piridindimetanol, caracterizado por la
preparación del 2,6-piridindimetanol bis-(N-metilcarbama-
to) de la formula



55 2ª Procedimiento de obtención del ester bis (N-metil
carbamico) del 2,6-piridindimetanol, caracterizado porque
la preparación se lleva a cabo por reacción del 2,6-piridin-
dimetanol con el cloruro de metil-carbamoilo.

60 3ª Procedimiento de obtención del ester bis (N-metil
carbamico del 2,6-piridindimetanol, caracterizado por la
preparación por reacción simultanea del cloruro de carboni-
lo y metilamina con el 2,6-piridindimetanol.

65 4ª Procedimiento de obtención del ester bis (N-metil
carbamico) del 2,6-piridindimetanol, caracterizado por reac-
ción del 2,6-piridindimetanol con cloruro de carbonilo. El
2,6-piridindimetanol bis-cloroformato reacciona con la meti-
lamina para dar lugar al 2,6-piridindimetanol bis-(N-metil
carbamato).

5ª PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ESTER BIS (N-METIL
CARBAMICO) DEL 2,6-PIRIDINDIMETANOL.

Madrid, 27 de Octubre de 1,969

VICENTE OCHOA
P. A.