

377775

377775



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. C.
CLAS. <i>607</i>
SUBCLASE <i>D</i>

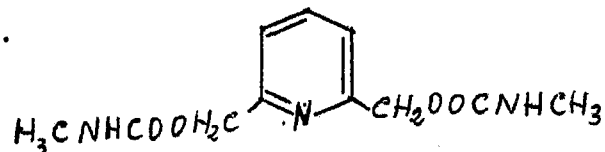
MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a una Patente de Invención por 20 años, para todo el territorio español, a favor de PRODES, S.A., entidad española, residente en Barcelona, Sepúlveda, nº 85, siendo el inventor DON ANTONIO VILA CASAS, por: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ESTER BIS-(N-METILCARBAMICO) DEL 2,6-PIRIDINDI-METANOL.

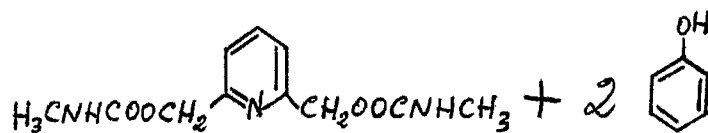
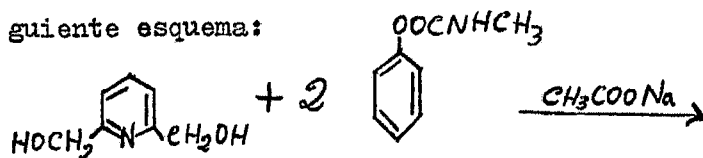
--- === : oOo : === ---

La presente patente de invención comprende un procedimiento de obtención del ester bis-(N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol de fórmula:

- 2 -  
377775



5.- Este procedimiento de obtención se basa en la reacción del 2,6-piridindimetanol con N-metil carbamato de fenilo en presencia de acetato sódico, según el siguiente esquema:



10.- Las primeras materias empleadas en este procedimiento son sustancias que se encuentran en el mercado químico y se hallan bien descritas en la literatura. Así el ester fenólico del ácido metilcarbámico se obtiene por el procedimiento descrito por I. Schreinter (J Pract Chem 21(2), 124, 1880) y el 2,6-piridindimetanol, entre otros, por el procedimiento de V. Boeckeldeide et al. (J Am Chem Soc 76, 1286, 1954).

15.- La reacción según el esquema (I) puede transcurrir en el seno de diversos disolventes y también en ausen

377775



- 20.- cia de los mismos. Cuando se emplean disolventes, éstos se eligen con un punto de ebullición alto, tal como por ejemplo el 1,2,4-triclorobenceno, ya que la reacción tiene lugar a temperatura alta, y además cuando se elimina el disolvente por destilación al vacío, una vez ha tenido lugar la reacción, se codestila el fenol formado. Otra forma de eliminar el fenol consiste en lavar las soluciones de los productos resultantes de la reacción, en disolventes inmiscibles con agua, con ayuda de soluciones acuosas diluidas de hidróxidos alcalinos. Una vez eliminado el fenol y los disolventes, el residuo resultante se cristaliza en diversos disolventes, tales como metanol, isopropanol, acetona-hexano, etc. y se obtiene el éster bis-(N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol en estado puro.
- 25.-
- 30.-

- La reacción también puede transcurrir en ausencia de disolventes. En este caso se calienta inicialmente la mezcla de la reacción durante 1 hora a unos 80-85° a un vacío de alrededor de 12 mm. de Hg. A continuación, se aplica un vacío inferior, de alrededor de 1,5-2 mm Hg. y se eleva lentamente la temperatura hasta 100-105°, manteniendo estas condiciones durante 5 horas. De esta forma a medida que va transcurriendo la reacción se va eliminando el fenol formado. A continuación la masa reaccionada, una vez enfriada se lava con agua y se recrystaliza en disolventes orgánicos.
- 35.-
- 40.-

- Por cada mol de 2,6-piridindimetanol se emplean preferentemente 2-3 moles de N-metilcarbamato de fenilo y 0,2 a 3 moles de acetato sódico.
- 45.-



377775

- Todos los productos empleados en el procedimiento de obtención objeto del presente invento son sólidos; el 2,6-piridindimetanol funde a 114-118° y el N-metilcarbamato de fenilo a 85-86°. Ello representa grandes ventajas sobre otros métodos de preparación del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol, ya que se evita la manipulación de substancias altamente tóxicas y explosivas, tales como isocianato de metilo y fósgeno.
- 50.-
- 55.- Los siguientes ejemplos facilitan la comprensión de lo anteriormente expuesto y no deben ser tomados como limitativos.
- EJEMPLO 1 -
- Se calienta durante 3 horas a 80-90° una mezcla constituida por 47 gramos de N-metilcarbamato de fenilo - (punto de fusión 86°), 2 gramos de acetato sódico, 14 gramos de 2,6-piridindimetanol (Punto de fusión 114-118°) y 150 ml. de 1,2,4-triclorobenceno. Se elimina el disolvente por destilación al vacío a 100°. El residuo se trata con solución de hidróxido sódico diluido/cloroformo, y se extrae en la fase orgánica el ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol, el cual una vez recristalizado - en metanol funde a 134°.
- 60.-
- 65.-
- EJEMPLO 2 -
- 70.- 8,7 gramos de N-metilcarbamato de fenilo se calienta junto con 4 gramos de 2,6-piridindimetanol y 4,5 - gramos de acetato sódico a 80-85° C durante 1 hora a un vacío de 12 mm. A continuación se conecta a un vacío más ba



- 75.- jo de 1,5 mm y se eleva la temperatura a 100-105°, manteniéndose estas condiciones durante 5 horas, pasadas - las cuales se enfría la masa reaccionante y previo lavado con agua se recristaliza en metanol obteniéndose 4,3 gramos del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol que funde a 134°. El rendimiento es del orden del 60%.

80.-

EJEMPLO 3 -

85.-

8,7 gramos de N-metilcarbamato de fenilo se calientan en un reactor junto con 4 gramos de 2,6-piridindimetanol y 4,5 gramos de acetato sódico durante 1 hora a 80-85° y a un vacío de 12 mm. Se baja el vacío a 1,4-1,5 mm y se deja subir la temperatura interior a 98°. Manteniendo esta temperatura y vacío se codestilan 50 gramos - de 1,2,4-triclorobenceno durante 5 horas. La temperatura del destilado es de 48-50°.

90.-

En el destilado se recoge el fenol. El producto de la reacción, que se encuentra en el reactor se disuelve en cloroformo y se extrae con solución diluida de hidróxido sódico. En la capa acuosa se separan restos de fenol. La solución clorofórmica se evapora a sequedad al vacío y el residuo una vez recristalizado en metanol da lugar a 4,35 gramos del ester bis-(N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol que funde a 134°. El rendimiento es del orden del 60%.

95.-

En el destilado se recoge el fenol. El producto de la reacción, que se encuentra en el reactor se disuelve en cloroformo y se extrae con solución diluida de hidróxido sódico. En la capa acuosa se separan restos de fenol. La solución clorofórmica se evapora a sequedad al vacío y el residuo una vez recristalizado en metanol da lugar a 4,35 gramos del ester bis-(N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol que funde a 134°. El rendimiento es del orden del 60%.

= N O T A =

100.-

Se declaran de novedad y propia invención las siguientes

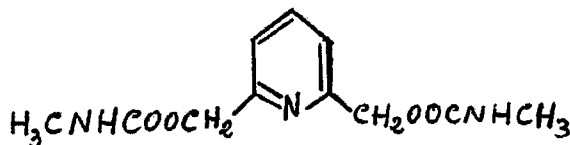


377775

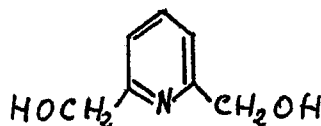
= REIVINDICACIONES =

105.-

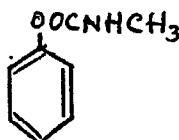
1ª - Un procedimiento de obtención del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol cuya fórmula es:



caracterizado por hacer reaccionar el 2,6-piridindimetanol de fórmula:



con el N-metilcarbamato de fenilo de fórmula:



en presencia de acetato sódico.

110.-

2ª - Un procedimiento de obtención del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol, según reivindicación 1ª, caracterizado por llevar a cabo la reacción en el seno de disolventes orgánicos, de preferencia de punto de ebullición elevado, tales como 1,2,4-triclorobenceno.

115.-

3ª - Un procedimiento de obtención del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol, según reivindicación 1ª, caracterizado por llevarse a cabo la reacción en ausencia de disolventes.

120.-

4ª - Procedimiento de obtención del ester bis (N-metilcarbámico) del 2,6-piridindimetanol, según reivin-

ME

377775

- 7 -

377775



dicación 1ª, 2ª y 3ª caracterizado porque para cada mol de 2,6-piridindimetanol se emplean preferentemente 2 a 3 moles de N-metilcarbamato de fenilo y 0,2 a 3 moles de acetato sódico.

125.-

5ª - Procedimiento de obtención según reivindicación 1ª, 2ª, 3ª y 4ª caracterizado porque el fenol formado durante la reacción se separa de la masa reaccionante por destilación al vacío directamente, o por destilación al vacío simultánea con un disolvente de punto de ebullición elevado tal como el 1,2,4-triclorobenceno, o por lavado de soluciones de la masa reaccionada, en disolventes inmiscibles en agua, con ayuda de soluciones acuosas de hidróxidos alcalinos.

130.-

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

135.-

Madrid, 21 de Marzo de 1.970.

VICENTE OCHOA  
P. P.

ME