



388005

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE 07
SUBCLASE D

**CANCELADO**

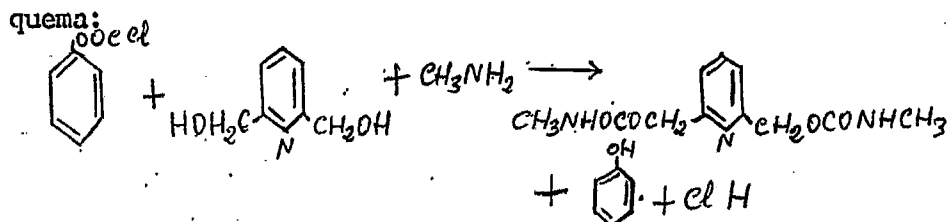
MEMORIA DESCRIPTIVA

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-(METILCARBAMICO) DEL 2,6-PIRIDINDIMETANOL.

-----:oOo:-----

La presente patente de invención comprende un nuevo proceso de fabricación del di-(N-metilcarbamato) de 2,6 -dihidroximetilpiridina. La obtención se basa en la reacción del fenilcloroformiato con 2,6 dihidroximetilpiridina y con la metilamina, según el siguiente es-

388005



10

La reacción se lleva a cabo en medio de disolventes inertes y también en ausencia de los mismos. La metilamina empleada puede incorporarse a la mezcla de reacción en forma de metilamina gas y también en forma de clorhidrato de metilamina. El cloroformiato de fenilo puede incorporarse en solución y también en forma gaseosa.

15

Los siguientes ejemplos facilitan la comprensión de lo anteriormente expuesto y no suponen ninguna limitación en cuanto a condiciones experimentales.

Ejemplo 1

20

En un reactor se disuelven 1,39 Kg. de 2,6 dihidroximetilpiridina en 50 litros de tolueno, se añade 2 Kg. de trimetilamina y se añaden a continuación 3,8 Kg. de cloroformiato de fenilo. Se calienta la mezcla a unos 40º durante una hora y se deja enfriar. Dentro del mismo reactor se lava la mezcla reaccionante con agua y, a continuación, con agua alcalinizada. Las aguas del lavado se separan por decantación, dejando en el interior del reactor la fase orgánica. A esta se hace llegar muy despacio y por espacio de 3 horas 700 gramos de metilamina en forma de gas. Se dejan transcurrir tres horas y se elimina el disolvente por destilación lenta. A partir del residuo una vez lavado con agua alcalinizada y agua, se obtiene el di-(N-metilcarbamato) de 2,6 -dihidroximetilpiridina por cristalización en metanol,

25

30



Rendimiento: 76%

Ejemplo 2

35                    En un reactor se mezclan 6,75 Kg. de clorhidra  
to de metilamina suspendidos en 50 litros de benceno con  
una solución de 15,66 Kg. de cloroformiato de fenilo di-  
sueltos en 15 litros de benceno. A la mezcla resultante  
se le añade una solución acuosa de 8 Kg. de hidróxido só-  
40                    dico en 35 litros de agua. Las dos capas formadas se agi-  
tan, con ayuda del agitador del reactor, por espacio de  
4 horas, al cabo de las cuales se decanta la capa acuosa  
y se deja en el reactor la capa orgánica. Esta se lava -  
con agua hasta neutralidad y las aguas de lavado se sepa-  
45                    ran por decantación, la fase orgánica permanece siempre  
en el interior del reactor. A continuación, se elimina -  
el disolvente por destilación al vacío y se añade al re-  
siduo resultante 4,9 Kg. de 2,6 -dihidroximetilpiridina  
y 4,5 Kg. de acetato sódico, se calienta la mezcla a - -  
50                    80-85º durante una hora al vacío de 12 mm Hg. Pasado di-  
cho tiempo se conecta a un vacío inferior, de 1,5-2 mm -  
Hg, y se eleva lentamente la temperatura hasta 100-105º  
manteniendo estas condiciones durante cinco horas, pasa-  
das las cuales se enfría la masa resultante y previo la-  
55                    vado con agua se recristaliza en acetona-hexano, dando -  
lugar al di-(N-metilcarbomato) de 2,6 -dihidroximetilpi-  
ridina con un rendimiento del 65%. p.f: 135-137º.

En el trap se recoge el fenol desprendido du-  
rante la reacción.

60

= N O T A =

Se declaran de novedad y propia invención las

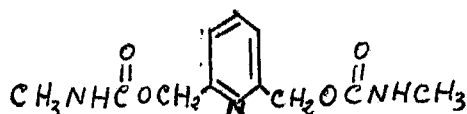
388005



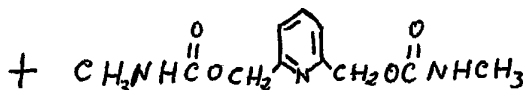
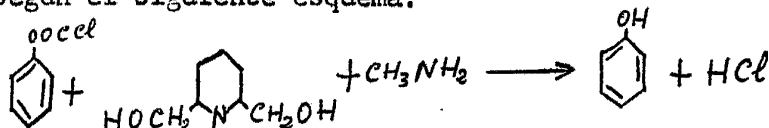
siguientes:

= REIVINDICACIONES =

65 1ª - Procedimiento de obtención del ester bis (N-metilcarbámico del 2,6 - piridindimetanol de formula



caracterizado por la reacción del cloroformiato de felino con la 2,6-dihidroximetilpiridina y con metilamina, según el siguiente esquema:



70 2ª - Procedimiento de obtención, según reivindicación 1ª, caracterizado por la introducción de la metilamina a la mezcla de reacción en forma gaseosa.

3ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, - caracterizado por la adición de la metilamina en forma de clorhidrato.

75 4ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, - caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en medio de disolventes orgánicos.

80 5ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, - caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en ausencia de disolventes orgánicos.

6ª - Procedimiento de obtención según reivindicación 1ª, caracterizado por la adición del fenilclo-

*D*

388005



roformiato en forma gaseosa.

85 7ª - Procedimiento de obtención, según reivin-  
dicación 1ª, caracterizado por la adición del fenilclo-  
roformiato en forma de solución en disolventes organi-  
cos.

8ª - PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ESTES BIS  
-(N- METILCARBAMICO) DEL 2,6-PIRIDINDIMETANOL.

90 Todo ello según se describe y reivindica en -  
la presente Memoria Descriptiva, que consta de cinco ho-  
jas mecanografiadas por una sola de sus caras y debida-  
mente numeradas.

Madrid, 6 de Febrero de 1.971

VICENTE OCHOA  
P.P.

107