

412.573

412.573

| |
|------------------------|
| SECCION TECNICA |
| CLASIFICACION I. P. C. |
| CLASE <u>C07</u> |
| SUBCLASE <u>D</u> |

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DI-N-METILCARBAMATO DE 2,6-BIS-HIDROXIMETILPIRIDINA", a favor de D. PEDRO COLL ALIER, de nacionalidad española, residente en BARCELONA, Provenza, 323, pral 1^a.

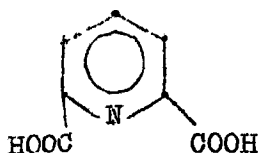
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención del producto di-N-metilcarbamato de 2,6-bis-hidroximetilpiridina a partir del ácido piridin 2,6-dicarboxílico y que se caracteriza por su elevado rendimiento y la simplicidad operativa comparado con los métodos hasta el presente conocidos y la reducción significativa en la cantidad de reactivos de elevado coste utilizados, los cual repercute de un modo fundamental en el precio de coste del producto.

10.

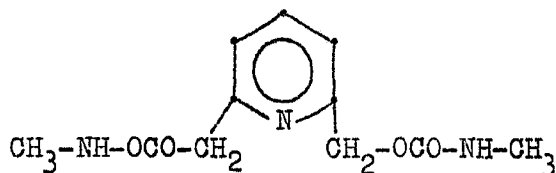
Se parte del ácido piridin 2,6-dicarboxílico, de fórmula:



del cual se obtiene el ester dietílico, tratando con bromuro de etilo en medio metanólico.

5. Obtenido el ester dietílico y sin necesidad de aislarlo se reduce con borohidruro de sodio, en la proporción de 1 de ester 0,62 BH_4Na , se trata con solución diluida débilmente alcalina, se evapora a casi sequedad y extrae el producto de reducción con acetona.
10. Se obtiene así el producto 2,6-bis-hidroximetilpiridina con rendimientos prácticamente cuantitativos, y de una pureza suficiente para poder utilizarlo en la siguiente reacción.

15. La 2,6-bis-hidroximetilpiridina se hace reaccionar con isocianato de metilo en medio de piridina en la proporción en peso de 1 de 2,6-bis-hidroximetilpiridina y 2 de piridina. El producto resultante se aísla añadiendo agua a la mezcla de reacción y enfriando. Se obtiene así el di-N-metilcarbamato de 2,6-hidroximetilpiridina de fórmula
- 20.



25. Para ilustrar lo anteriormente indicado se detallan los siguientes ejemplos:

Ejemplo 1.- En un reactor de vidrio de 200 litros provisto de camisa calefactora, agitador recubierto de teflón, y de refrigerante que pueda utilizarse para

reflujo y condensador de destilación, se introducen: 16,7 Kgs. de ácido piridin-2,6-dicarboxílico 25Kgs. de bromuro de etilo y 100 litros de metanol y calienta la mezcla hasta reflujo que mantiene 12 horas.

5. Se destila luego $1/4$ del metanol utilizado para eliminar el bromuro de etilo en exceso y el residuo que queda en el reactor contiene el ester dietílico del ácido piridin 2,6-dicarboxílico, el cual sin aislarlo del medio de reacción se utiliza para el paso siguiente.

10. Ejemplo 2.- La solución metanólica obtenida anteriormente se enfría en el mismo reactor a $5 - 7^{\circ}\text{C}$ y se le añade 14 Kgs. de borohidruro de sodio (BH_4Na) terminada la adición, se calienta la mezcla hasta reflujo el cual se mantiene 10 horas.

15. Se destila luego el metanol hasta prácticamente sequedad y se adicionan 40 litros de una solución al 10% de carbonato potásico. La mezcla se mantiene dos horas a reflujo y se destila al vacío el agua hasta casi sequedad. El residuo se extrae tres veces con acetona. Se destila la acetona y se obtienen 14 Kgs. de piridino-2,6-dimetanol de punto de fusión $112-113^{\circ}\text{C}$. El rendimiento de estas dos reacciones encadenadas (Ejemplos 1 y 2) ha resultado cuantitativo.

20. Ejemplo 3.- En un reactor de vidrio de 200 litros provisto de camisa calefactora/refrigerante, agitador, depósito de adición de vidrio y refrigerante potente de reflujo-destilación se ponen 27 Kgs. de piridina-2,6-dimetanol y enfría a $5-10^{\circ}\text{C}$. Manteniendo esta temperatura se adiciona a través del depósito de adición 23 Kgs. de isocianato de metilo. Una vez adicionado el isocianato

25.

30.

de metilo se añaden lentamente hasta 40 Kgs. de piridina vigilando que la temperatura no suba de 5-10°C. Una vez añadida toda la piridina se mantiene esta temperatura durante 5 horas y luego se deja 5 horas más a temperatura ambiente.

5.

Transcurrido este tiempo se calienta hasta 110°C y se mantiene esta temperatura durante 2 horas y luego se adicionan 120 litros de agua. Se enfría el conjunto y cristaliza el producto di-(N-metilcarbamato) de 2,6-bis-hidroximetilpiridina, que centrifuga.

10.

El producto obtenido se purifica disolviéndolo en 4 veces su peso en agua caliente y dejando cristalizar.

Rendimiento 45 Kgs., punto de fusión 135-137°C.

15.

= . =

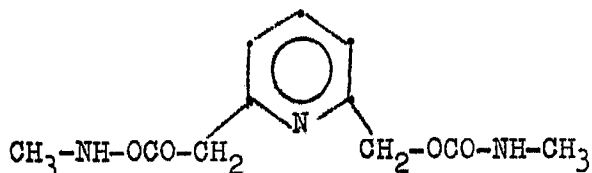
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

20.

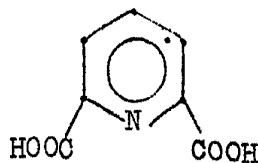
1.- Procedimiento para la preparación de di-N-metilcarbamato de 2,6-bis-hidroximetilpiridina, de la fórmula

25.



caracterizado por comprender las siguientes etapas

a) hacerse reaccionar, en medio metanólico, el ácido piridin-2,6-dicarboxílico, de fórmula



5. con un exceso de bromuro de etilo, respecto a la estequiometría de la reacción,
- b) tratarse la masa resultante de la etapa a), desprovista del bromuro de etilo en exceso por destilación, con bromohidruro de sodio, en una fase de reducción, y, alcalinizarse posteriormente el producto, una vez separado el metanol, extrayendo con acetona la 2,6-bis-hidroximetilpiridina formada,
10. c) hacerse reaccionar la 2,6-bis-hidroximetilpiridina separada con isocianato de metilo, a temperaturas no superiores a 10°C, en presencia de 2 partes en peso de piridina por 1 parte de 2,6-bis-hidroximetilpiridina, y
15. d) elevar la temperatura de la masa reaccionante, cristalizando el producto insolubilizado con agua.

20. 2.- Procedimiento para la preparación de di-N-metilcarbamato de 2,6-bis-hidroximetilpiridina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 13 de Marzo 1973

p.a. JAIME ISERN
p.p.



Firmado: JOSE E. NIETO