



Int. Cl.: *CC7D*

422492

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

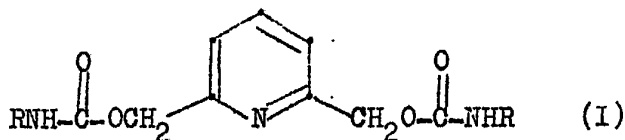
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE LA PIRIDINA", a favor de la firma española REYBA S.A., residente en RUBI (Barcelona) Poligono Industrial "CAN JARDI".

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de N-alquil carbamatos de la 2,6-di-(hidroximetil)piridina, de la fórmula general

5.



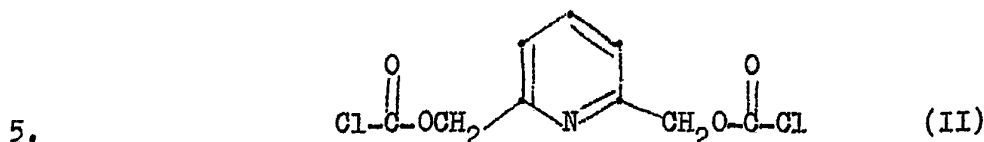
siendo R un átomo de hidrógeno o un grupo metilo o etilo.

10.

Según la invención se hace reaccionar la 2,6-di(hidroximetil)piridina con fosgeno, a baja temperatura en un medio orgánico inerte y apropiado, resultando el dicloro-



formiato de la 2,6-di(nidroximetil)piridina, de fórmula general



En una segunda fase del proceso, se hace reaccionar el citado cloroformiato (II) con amoniaco o aminas de fórmula general



10. donde R tiene el mismo significado antes expuesto, de cuya reacción resulta el producto de fórmula general (I), objeto de la invención.

15. La primera fase del proceso es conveniente sea realizada a baja temperatura, siendo recomendable en este caso trabajar a temperaturas alrededor de los $-20^{\circ}C$, adoptando las debidas precauciones dado el carácter de elevada toxicidad del fosgeno.

20. En su realización es muy importante trabajar con enérgica agitación y procurando que la entrada de gases al seno de reacción se verifique a través de placas porosas, con el fin de obtener una superficie de contacto mayor entre la fase líquida y gaseosa.

25. También es conveniente que durante el proceso se mantenga el seno reaccionante bajo atmósfera de nitrógeno y en medio completamente anhidro.

Como medio de reacción puede resultar idóneo



cualquier disolvente orgánico inerte, como éter, tetrahydrofurano, acetonitrilo, etc.

Con objeto de facilitar la explicación se dan los siguientes ejemplos, con carácter ilustrativo y no limitativo de la invención.

5.

EJEMPLO 1

10.

En un balón de vidrio, con una capacidad de 1.000 ml y provisto de dos entradas de gases, refrigerante y sistema de agitación, se introducen 600 ml de éter y 5 gr de 2,6-di(hidroximetil)piridina. La mezcla se enfría convenientemente a una temperatura de unos -20°C , mediante un baño de acetona y dióxido de carbono sólido. Cuando la solución alcanza la temperatura de -20°C se hace pasar una corriente de fosgeno durante 2 horas, manteniendo durante todo el tiempo una agitación enérgica.

15.

Transcurrido este período, se corta el paso de fosgeno y se comienza a pasar metilamina, hasta que el baño alcanza la temperatura ambiente; seguidamente se calienta a reflujo durante cuatro horas. Se destila el éter hasta sequedad total y el sólido se cristaliza en metanol.

20.

De este modo resultan 6 gr de di(N-metil-carbamato) de 2,6-di(hidroximetil)piridina, con punto de fusión $134-135^{\circ}\text{C}$, y con el siguiente análisis elemental:

25.

	<u>Calculado</u>	<u>Hallado</u>
Carbono	52,17%	52,21%
Hidrógeno	5,97%	6,00%
Nitrógeno	16,59%	16,05%

Su espectro de absorción en el UV presenta



un máximo a 271 nm.

Su espectro de IR, con pastilla de bromuro potásico, dió las siguientes bandas:

3340, 2940, 1720, 1515, 1460, 1380, 1240, 1150, 1135, 1025 y 995 cm^{-1} .

5.

EJEMPLO 2

Se sigue el mismo sistema de trabajo y con los mismo agentes reactivos del ejemplo anterior, a excepción de ser usada etilamina, en lugar de la metilamina.

10.

De este modo se obtiene el di(etilcarbamato) de 2,6-di(hidroximetil)piridina, con punto de fusión de 125-126°C, y con el siguiente análisis elemental:

	<u>Calculado</u>	<u>Hallado</u>
15. Carbono	55,50%	55,40%
Hidrógeno	6,81%	6,90%
Nitrógeno	14,94%	14,62%

Su espectro de absorción en el UV presenta un máximo a 271 nm.

20.

Su espectro de IR, con pastilla de bromuro potásico, dió las siguientes bandas:

3300, 3100, 1720, 1520, 1460, 1340, 1250, 1160 y 1070 cm^{-1} .

= . =

N O T A

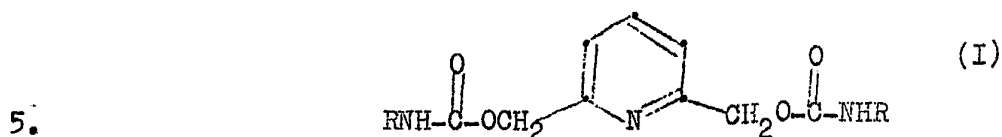
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones;

25.

1. Procedimiento para la preparación de derivados

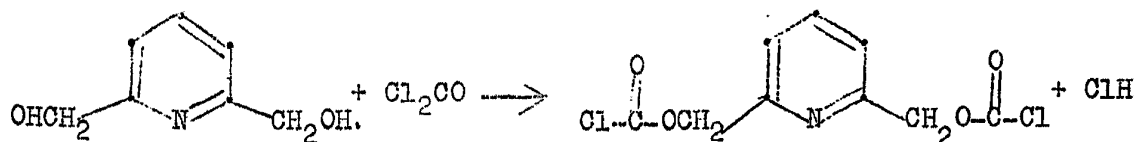


de la piridina, más concretamente de N-alquil-carbamatos de 2,6-di(hidroximetil)piridina, de la fórmula general



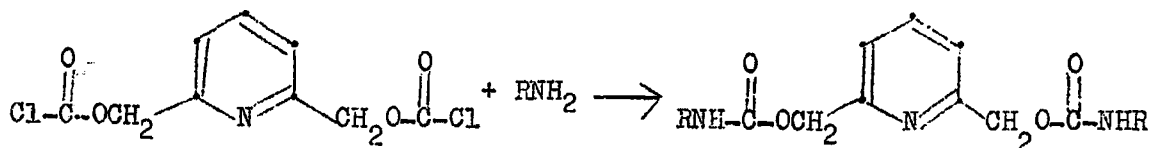
donde R representa hidrógeno, o un grupo metilo o etilo, caracterizado porque, en una primera fase, se hace reaccionar, a baja temperatura y en un medio disolvente orgánico inerte, fosgeno con 2,6-di(hidroximetil)piridina, según el esquema

10.



y, el cloroformiato obtenido se trata, en una segunda fase del proceso, con amoniaco o aminas de la fórmula general R-NH₂, donde R tiene el mismo significado expresado antes, de acuerdo con la ecuación

20.



2. Procedimiento, según la reivindicación anterior,
 25. caracterizado porque, de un modo preferente, durante la pri-

22 ENE. 1974



mera fase del proceso, se mantienen temperaturas inferiores a -10°C , conduciéndose la reacción bajo atmósfera inerte y en un medio anhidro.

3. Procedimiento para la preparación de derivados de la piridina.

5.

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

Madrid, a 21 de Enero de 1974

p.a. JAIME ISERN

p. p.



Firmado: FELIPE PRIETO

