



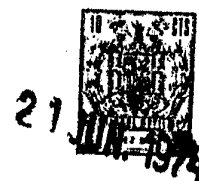
ácido de Lewis o de ácido protónico), para lo cual se actúa: a) sin agua o con menos de la cantidad equimolar de agua respecto a la acetona y en presencia de acetona y/o alcohol diacetónico, o bien b) con la cantidad equimolar, a lo menos, de agua respecto a la acetona.

Eventualmente, la reacción se realiza en presencia de acetona y/o diacetona, triacetondiamina y/o un producto ácido de condensación de la acetona.

Un producto ácido de condensación de la acetona es, por ejemplo, la forona y, sobre todo, el óxido de mesitilo, pero muy especialmente el alcohol diacetónico.

Se emplea con ventaja un disolvente orgánico.

Disolventes orgánicos particularmente aptos para el procedimiento de este invento son, por ejemplo, los hidrocarburos, como los aromáticos (por ejemplo, benceno, tolueno y xileno), lo mismo que los alifáticos (como hexano, heptano y ciclohexano) y también los clorohidrocarburos (como cloruro de metileno, tricloroetano, tetracloruro de carbono, cloroformo, cloruro de etileno y clorobenceno), al igual que los éteres (como tetrahidrofurano, dioxano y éter dietílico) y los nitrilos (como el acetonitrilo); los disolventes polares apróticos (como el sulfolano, el nitrometano, la dimetilformamida, la dimetilacetamida, la tetrametilurea, la hexametilfosforamida y el sulfóxido de dimetilo) y, con especial preferencia, los alcoholes, como los alcoholes alifáticos mono- o poli-funcionales, insustituídos o sustituidos (por ejemplo, alcanoles inferiores, como el metanol, el



etanol, el propanol, el isopropanol y el butanol terciario), lo mismo que el ciclohexanol, el alcohol bencílico, el éter monometílico de etilenglicol, el glicol y el propan-1,3-diol; e igualmente las cetonas, como la acetona, la metiletilcetona y la ciclohexanona. Principalmente aptos son un alcohol de C_1-C_4 (como el metanol), lo mismo que la acetona, el alcohol diacetónico, la forona, la diacetonaamina, la triacetondiamina y el óxido de mesitilo. También son aptas las mezclas de los disolventes mencionados.

La mejora de este procedimiento respecto al estado de la técnica consiste en que, con una cantidad de catalizador considerablemente reducida, el rendimiento en producto es mayor que con los procedimientos conocidos antes. Este es el rasgo sorprendente e inesperado de la mejora de este procedimiento.

Los catalizadores que según este invento pueden emplearse son los catalizadores de ácidos de Lewis (por ejemplo, cloruro de zinc, cloruro de estaño, cloruro de aluminio y trifluoruro de boro) o de ácidos protónicos (como, por ejemplo, ácido clorhídrico, ácido acético, ácido bórico y cloruro de amonio). Ácidos protónicos son, en términos generales, por ejemplo los ácidos sulfónicos (como el ácido bencensulfónico y el ácido p-toluensulfónico) y los ácidos carboxílicos (como el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido maleico, el ácido benzoico o el ácido cinámico).

Catalizadores son además las sales de ácidos



- protónicos con amoníaco o con bases orgánicas. Bases orgánicas son sobre todo las bases de nitrógeno orgánico, en particular las bases de nitrógeno primarias, secundarias o terciarias. Ejemplos de tales ácidos protónicos y respectivamente de los componentes ácidos en las sales empleadas como catalizadores ácidos son en particular:
5. los ácidos minerales, como el ácido clorhídrico, el ácido bromhídrico, el ácido nítrico, el ácido sulfúrico y el ácido fosfórico, lo mismo que los ácidos sulfónicos, como
10. los ácidos sulfónicos alifáticos o aromáticos (por ejemplo, ácido metansulfónico, ácido bencensulfónico, ácido p-toluen-sulfónico o ácido naftalin-sulfónico), los ácidos fosfónicos y fosfínicos, como los alifáticos o aromáticos (por ejemplo, ácido metil-, bencil- o fenil-fosfónico y ácido dimetil-,
15. dietil- o fenil-fosfínico) y los ácidos carboxílicos, como los ácidos carboxílicos monobásicos, dibásicos o tribásicos alifáticos o aromáticos; por ejemplo, ácidos carboxílicos alifáticos monobásicos de 1 a 18 átomos de carbono, saturados o insaturados (como el ácido fórmico, el ácido
20. acético, el ácido cloroacético, el ácido dicloroacético, el ácido tricloroacético, el ácido cianoacético, el ácido propiónico, el ácido butírico, el ácido láurico, el ácido palmítico, el ácido esteárico, el ácido acrílico, el ácido metacrílico y el ácido cinámico), los ácidos car-
25. boxílicos alifáticos bibásicos, saturados e insaturados (como el ácido oxálico, el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido adípico, el ácido sebácico, el ácido tartárico, el ácido málico, el ácido fumárico y el ácido maleico), los ácidos carboxílicos alifáticos tribásicos



- (como el ácido cítrico), los ácidos carboxílicos aromáticos monobásicos (como el ácido benzoico y el naftoico, eventualmente substituidos) y los ácidos carboxílicos aromáticos dibásicos (como el ácido ftálico y el tereftálico).
5. Se prefieren los ácidos carboxílicos alifáticos o aromáticos monobásicos y dibásicos y los ácidos sulfónicos aromáticos monobásicos, como el ácido acético, el ácido succínico, el ácido maleico, el ácido benzoico, el ácido meta-metilbenzoico, el ácido para-tercibutilbenzoico, el ácido para-toluensulfónico y el ácido cinámico. En calidad de bases orgánicas son aptas: las aminas primarias, secundarias y terciarias de las series alifática, alicíclica y aromática; las bases de nitrógeno saturadas y las insaturadas, la urea, la tiourea y las resinas básicas
10. cambiadoras de iones. Así, son aminas alifáticas primarias, por ejemplo, la metilamina, la etilamina, la n-butilamina, la octilamina, la dodecilamina y la hexameten-diamina; aminas alifáticas secundarias, por ejemplo, la dimetilamina, la dietilamina, la di-n-propilamina y la di-isobutilamina; aminas alifáticas terciarias, por ejemplo, la trietilamina; aminas alicíclicas primarias, por ejemplo, la ciclohexilamina; aminas aromáticas primarias, por ejemplo, la anilina, la toluidina, la naftilamina y la bencidina; aminas aromáticas secundarias, por ejemplo, la N-metil-anilina y la difenilamina; aminas aromáticas terciarias, por ejemplo, la N,N-dietil-anilina; bases de nitrógeno saturadas e insaturadas, por ejemplo, las bases heterocíclicas, como la pirrolidina, la piperidina, la N-metil-2-pirrolidona,
- 15.
- 20.
- 25.



- la pirazolidina, la piperacina, la piridina, la picolina, el indol, la quinuclidina, la morfolina, la N-metil-morfolina, el 1,4-diazabicyclo(2,2,2)-octano y la triacetona, la urea, la tiourea y resinas cambiadoras de iones, fuertemente básicas y débilmente básicas. Se prefieren también la acetona y asimismo la diacetona y la triacetona. Ejemplos de sales preferidas son: el formiato de ciclohexilamina, el formiato de piridina, el para-toluensulfonato de piridina, el acetato de di-n-butilamina, el benzoato de di-n-butilamina, el succinato de morfolina, el maleato de morfolina, el acetato de trietilamina, el succinato de trietilamina, el maleato de trietilamina, el acetato de anilina, el para-toluensulfonato de triacetona y el clorhidrato de acetona.
- 5.
- 10.
- 15.

- Suplementariamente pueden emplearse con el catalizador ácido cocatalizadores distintos de éste, particularmente en cantidades de 0,01 a 0,5 moles % respecto a la acetona; por ejemplo, yoduro potásico, yoduro sódico, bromuro de litio, yoduro de litio, sulfocianuro de litio, sulfocianuro de amonio, cianuro de litio, nitrato de litio, sulfuro de amonio, bromo, yodo o un bromuro, yoduro, nitrato, metansulfonato, bencensulfonato o p-toluensulfonato de amoníaco, trietilamina, urea o tiourea.
- 20.
- 25.

Catalizadores preferidos son el cloruro de amonio y el trifluoruro de amonio. La cantidad de catalizador que se emplea importa de 0,2 a 12 moles %, respecto al material de partida piridinico, y preferentemente



- se halla entre 0,2 y 7 moles %, y particularmente entre 2 y 4 moles %. La reacción se lleva a cabo especialmente entre 40 y 120°C, y preferentemente entre 50 y 100°C. En presencia de acetona, la temperatura preferida para
5. la reacción es de 40 a 65° C, y en particular de 50 a 55° C; en presencia de alcohol diacetónico u óxido de mesitilo, de 90 a 100°C; y sin adición de correactivos, preferentemente de 50 a 100° C. Si se emplean otras cetonas que:
10. a) la acetona o respectivamente b) sus productos de autocondensación ácida, es ventajoso que la temperatura de reacción sea de -15°C a +40°C. Por último, puede ser también ventajoso actuar bajo presión; por ejemplo, a 1-30, en particular 1-10 y sobre todo 1-3 atmósferas de sobrepresión.
15. El tiempo de reacción es preferentemente de 1/2 hora a 15 horas con acetona como correactivo, preferentemente de 7 a 14 horas y en especial de 8 a 12 horas; y con alcohol diacetónico como correactivo, preferentemente de 1/2 a 2 horas y en particular de 1 a 1 1/2 horas.
20. La cantidad que se ha de emplear de acetona, diacetonamina, triacetonamina o respectivamente producto de condensación es como mínimo de 1,5 moles por mol del material piridínico de partida, pero puede llegar hasta 10 moles. Por motivos prácticos, el intervalo preferido
25. es el de 1 a 6 moles, y en especial 3 a 4 moles. Pero también es posible emplear con ventaja menos de 1,5 moles del correactivo.

Muy apropiado resulta el empleo de alcohol diacetónico como correactivo, porque se facilita una



realización más rápida de la reacción, a causa de la posibilidad de una temperatura de reacción más alta.

- La elaboración final puede efectuarse de manera ya conocida; por ejemplo, mediante adición de
5. agua y separación del hidrato, o bien mediante adición de ácido (como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido oxálico) y separación en forma de sal; o también por adición de un exceso de lejía (en particular, lejía concentrada, como la lejía acuosa de sosa cáustica o
10. de potasa) y separación en forma de capa orgánica; o aún, especialmente, por destilación, eventualmente después de neutralizar el catalizador por adición de una base (como hidróxido sódico, hidróxido potásico o carbonato sódico).
15. Es ventajoso emplear en la reacción según este invento un poco de agua, en forma de agua de hidratación de la pirimidina y/o en forma de una pequeña cantidad de agua añadida. Si se actúa según a), sin agua, en calidad de catalizadores de ácido protónico se emplean
20. preferentemente ácidos débiles o sales de éstos; si se actúa según b), con agua, en calidad de catalizadores de ácido protónico se emplean preferentemente ácidos fuertes, como los ácidos minerales o los sulfónicos. En concepto de donador de agua puede emplearse también un
25. hidrato de una sal.

Los ejemplos que siguen ilustran este invento.

EJEMPLO 1

Se añaden a una mezcla de 300 g de acetona, 40 g de metanol y 0,4 g de trifluoruro de boro en solución



5. etérea 172 g de hidrato de 2,2,4,4,6-pentametil-2,3,4,5-tetrahidropirimidina, preparado según las indicaciones de J. Chem. Soc. 1947, 1394. Se agita la solución resultante durante 12 horas, a temperatura de 50 a 55°C, y a continuación se la concentra en vacío y se destila en vacío el aceite resultante. Se obtienen 246 g de un aceite ligeramente amarillento y parcialmente cristalizante, de punto de ebullición 80-86°C / 12, el cual contiene 228 g de 2,2,6,6-tetrametil-4-oxopiperidina (determinado por GLC).
- 10.

EJEMPLO 2

15. Se procede tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, salvo que se reemplaza el trifluoruro de boro por cloruro de amonio y el producto de la reacción se separa en forma de hidrato, de punto de fusión 55-60°C, por adición de 1 mol de agua por mol de producto, en lugar de destilar el producto como en el Ejemplo 1.

20. En otro experimento, se separa el producto en forma de sal de oxalato neutralizando con ácido oxálico la solución reaccional. En esta forma, el producto presenta un punto de descomposición de > 180°C.

EJEMPLO 3

25. Se mezclan 10 g de hidrato de acetoina, 10 g de alcohol diacetónico y 0,3 g de cloruro de amonio y se calienta la mezcla a unos 100°C. A intervalos regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetoina o respectivamente triacetoinamina. Al cabo de una hora de reacción a 90-100°C se percibe menos del 5 % de la cantidad ori-



ginal de acetona. El resto se ha transpuesto a triacetona, la cual se aísla por destilación fraccionada.

EJEMPLO 4

5. Se calientan a 55° 10 g de hidrato de acetona, 10 g de acetona y 0,3 g de cloruro de amonio. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente triacetona. Después de 12 horas de reacción a 55°, se percibe menos del 3 %
10. de la cantidad original de acetona. El resto se ha convertido por transposición en triacetona, la cual se aísla por destilación fraccionada.

15. Si en este ejemplo se emplea, en lugar de 0,3 g de cloruro de amonio, una mezcla de 0,3 g de cloruro de amonio y 0,1 moles % (respecto al hidrato de acetona) de uno de los cocatalizadores siguientes: NH_4Br , NH_4NO_3 , NH_4I , LiBr , LiNO_3 , LiI , NaI , KI , J_2 nitrato de urea, p-toluensulfonato de trietilamonio, NH_4SCN , LiSCN o $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, la reacción, con rendimientos igualmente buenos, queda ya terminada al cabo de unas 5 horas.
- 20.

EJEMPLO 5

25. Se calientan a unos 100° 10 g de hidrato de acetona, 10 g de óxido de mesitilo y 0,3 g de cloruro de amonio. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente en triacetona. Después de 5 horas de reacción a 90-100° se percibe menos del 5% de la cantidad original de acetona. La triacetona originada se aísla por destilación frac-



cionada:

EJEMPLO 6

5. Se calientan a 55° 10 g de hidrato de acetona, 5 g de óxido de mesitilo, 2,6 g de acetona y 0,3 g de cloruro de amonio y a intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente en triacetona. Al cabo de 12 horas de reacción a 55°, se percibe menos del 5 % de la cantidad original de acetona.
10. El resto se ha transpuesto a triacetona, la cual se aísla por destilación fraccionada.

EJEMPLO 7

15. Se calientan a 100° 10 g de hidrato de acetona con 0,3 g de cloruro de amonio. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente en triacetona. Al cabo de 3 horas de reacción a 100°, es demostrable menos del 5 % de la cantidad original de acetona; el resto se ha convertido por transposición en triacetona, la cual se aísla por destilación fraccionada.
- 20.

EJEMPLO 8

25. Se calientan a 55° C 15,4 g de acetona anhidra, 20 g de acetona y 0,4 g de cloruro de amonio. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente triacetona. Después de 15 horas de reacción a 55° C, se ha originado a lo menos 95 % de triacetona, respecto a la cantidad incluida

21 JUN 1974



de acetona. Después de neutralizar el catalizador con hidróxido sódico, se aísla por destilación fraccionada la triacetona formada.

5. Si en lugar de acetona se emplea la misma cantidad de alcohol diacetónico o una mezcla de 20 g de acetona y 0,9 g de agua y se procede en lo demás igual que se ha descrito antes, se obtiene una transposición más o menos igualmente buena de la acetona a triacetona.
10. EJEMPLO 9
Se calientan a 55° C 17,2 g de hidrato de acetona, 20 g de acetona y 0,5 g de ácido acético. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente triacetona. Al cabo de 12 horas de reacción, el hidrato de acetona incluído se ha transpuesto, con rendimiento del 95 % a lo menos, a triacetona, la cual se aísla por destilación fraccionada.
15. Si en lugar de ácido acético se emplea una cantidad correspondiente de ácido fórmico, ácido benzoico, ácido dicloroacético, ácido maleico, ácido cinámico, ácido tricloroacético, ácido p-toluensulfónico, ácido metansulfónico o de una sal como el bromuro de amonio,
20. el p-toluensulfonato de trietilamina, el formiato de piridina, el nitrato de urea, el clorhidrato de triacetona, el clorhidrato de tiourea, el acetato de amonio, el clorhidrato de trietilamina o el tosilato de amonio y se procede en lo demás tal como se ha descrito
- 25.



antes, se obtiene la triacetonamina con rendimientos igualmente buenos.

EJEMPLO 10

5. Se calientan a 60° C 17,2 g de hidrato de acetona, 50 g de dimetilformamida y 0,5 g de cloruro de amonio. A intervalos de tiempo regulares se determina por cromatografía de gases el contenido de la mezcla reaccional en acetona o respectivamente triacetonamina. al cabo de 15 horas de reacción es demostrable menos del
10. 5 % de la cantidad original de acetona. El resto se ha convertido por transposición en triacetonamina, que se aísla por destilación fraccionada.

15. Si en lugar de la dimetilformamida se emplean 40 g de dioxano, 20 g de isopropanol, 15 g de éter monometílico de etilenglicol o una mezcla de 30 g de benceno y 20 g de acetona y se procede en lo demás tal como se ha descrito antes, se obtiene la triacetonamina con rendimientos igualmente buenos.

EJEMPLO 11

20. Se agitan a 40°C durante 24 horas 17,2 g de hidrato de acetona, 30 g de metiletiletona y 0,5 g de bromuro de amonio. Transcurrido dicho tiempo de reacción, alrededor del 70% de la cantidad incluida de acetona ha transpuesto, según demuestra un análisis por
25. cromatografía gaseosa, a triacetonamina, que se aísla por destilación.

EJEMPLO 12

Se calientan a 55°C 17,2 g de hidrato de acetona, 20 g de acetona, 1,8 g de agua y 0,4 g de

21 JUN



cloruro de amonio. Al cabo de 12 horas de reacción, al menos 95% de la acetoina incluida se ha convertido por transposición, según demuestra un análisis por cromatografía gaseosa, en triacetoinamina, que se aísla por destilación.

5.

Si en lugar de los 1,8 g de agua se incluyen 3,6 g ó 5,4 g de agua en la mezcla reaccional anterior y se procede de la misma manera que se ha descrito antes, se obtiene la triacetoinamina prácticamente con rendimientos igualmente buenos.

10.

EJEMPLO 13

Se calientan a 60°C 17,2 g de hidrato de acetoina, 3 g de metanol y 0,5 g de cloruro de amonio. Al cabo de 12 horas de reacción, alrededor del 80%, según demuestra un análisis por cromatografía de gases, de la acetoina incluida se ha convertido por transposición en triacetoinamina, que se aísla por destilación.

15.

Si en lugar de los 3 g de metanol se incluyen 2 g de agua en la mezcla reaccional anterior y se procede en lo demás tal como se ha descrito antes, se obtiene la triacetoinamina prácticamente con el mismo rendimiento.

20.

EJEMPLO 14

Se calientan a 45°C durante 6 horas 17,2 g de hidrato de acetoina, 30 g de acetona y 0,5 g de cloruro de amonio, en el tubo de inclusión. Transcurrido dicho tiempo, 95 % a lo menos, según demuestra un análisis por cromatografía de gases, de la acetoina incluida se ha convertido por transposición en triacetoinamina, que se aísla por destilación.

25.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 9240/73 del 25.6.73, 5438/74 del 19.4.74 y 7017/74 del 22.5.74.

5.

1. Procedimiento para la preparación de 2,2,6,6-tetrametil-4-oxopiperidina esencialmente a partir de 2,2,4,4,6-pentametil-2,3,4,5-tetrahidropirimidina (acetoinina), caracterizado por tratarse la acetoinina con 0,2 a 12 moles % (respecto al material acetoinico de partida) de un catalizador ácido, para lo cual se actúa : a) sin agua, o con menos de la cantidad equimolar (respecto a la acetoinina) de agua, y en presencia de acetona y/o alcohol diacetónico, y opcionalmente, b) con la cantidad equimolar, a lo menos, de agua respecto a la acetoinina.

10.

15.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por efectuarse la reacción en presencia de un disolvente orgánico o una mezcla de disolventes orgánicos.

20.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse como disolventes cetonas como a) la acetona o b) sus productos de autocondensación ácida diacetonamina, óxido de mesitilo, alcohol diacetónico, triacetondiamina o forona y por efectuarse la reacción a temperatura de -15° a +40°C.

25.



4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse como disolvente acetona, alcohol diacetónico, óxido de mositilo, diacetona, triacetondiamina, forona, un alcohol de C_1-C_4 , éter monometílico de etilenglicol o mezclas de éstos.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado en que el alcohol de C_1-C_4 es el metanol.

6. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado en que especialmente el disolvente es la acetona.

7. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado en que especialmente el disolvente es el alcohol diacetónico.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por efectuarse la reacción con presión alta, como 1 a 30, especialmente 1 a 10 y sobre todo 1 a 3 atmósferas.

9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en concepto de catalizador ácido, una sal de un ácido protónico con amoníaco o con una base de nitrógeno orgánica.

10. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por emplearse un ácido mineral, sulfónico o carboxílico.

11. Procedimiento según la reivindicación 10,



caracterizado por emplearse una sal amónica.

12. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por emplearse una sal de una base de nitrógeno orgánica.

5. 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado en que la base de nitrógeno orgánica es la triacetonamina, la trietilamina, la hexametildiamina, el 1,4-diazabicyclo(2,2,2)octano, la urea o la tiourea.

10. 14. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que el ácido protónico es el ácido clorhídrico, el ácido bromhídrico, el ácido yodhídrico, el ácido nítrico, un ácido sulfónico orgánico, el ácido fórmico o un ácido haloacético.

15. 15. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que la sal del ácido protónico es una sal amónica del ácido clorhídrico, del ácido bromhídrico, del ácido yodhídrico, del ácido nítrico, del ácido bencensulfónico, del ácido p-toluensulfónico, del ácido metansulfónico, del ácido fórmico, del ácido dicloroacético, 20. del ácido tricloroacético o del ácido cianoacético.

25. 16. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que la sal es una sal del ácido clorhídrico, del ácido bromhídrico, del ácido yodhídrico, del ácido nítrico, del ácido bencensulfónico, del ácido p-toluensulfónico, del ácido metansulfónico, del ácido dicloroacético o del ácido tricloroacético, como ácido,



y la triacetonamina, la trietilamina, la hexametilendiamina, el 1,4-diazabicyclo(2,2,2)octano, la urea o la tiourea, como base.

5. 17. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que especialmente la sal es el cloruro de amonio, el bromuro de amonio, el yoduro de amonio, el formiato de amonio, el tosilato de amonio, el nitrato de urea, el tosilato de urea, el clorhidrato de tiourea, el clorhidrato de hexametilendiamina o el clorhidrato de triacetonamina.
- 10.

18. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que la sal es preferentemente de hexametilendiamina.

15. 19. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el catalizador ácido es un catalizador de ácido de Lewis.

20. Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado en que el catalizador de ácido de Lewis es el trifluoruro de boro.

20. 21. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por emplearse, en concepto de catalizador ácido, un catalizador de ácido protónico.

25. 22. Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado por emplearse, en concepto de ácido protónico, un ácido mineral.



23. Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado por emplearse, en concepto de ácido protónico, un ácido sulfónico o carboxílico.

5. 24. Procedimiento según la reivindicación 23, caracterizado por emplearse ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, ácido yodhídrico, ácido nítrico, ácido fórmico, ácido acético, ácido dicloroacético, ácido tricloroacético, ácido malónico, ácido succínico, ácido maleico, ácido benzoico, ácido cinámico, ácido metansulfónico, ácido bencensulfónico o ácido para-toluensulfónico.

10.

25. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la opcionalidad se emplea la acetona respecto al agua en la proporción de 1:1 a 1:5,

15. 26. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 25, caracterizado por emplearse suplementariamente además del catalizador, como cocatalizador, yoduro potásico, yoduro sódico, yoduro lítico, bromuro lítico, sulfocianuro lítico, sulfocianuro amónico, cianuro lítico, litrato lítico, sulfuro amónico, bromo, yodo o un bromuro, yoduro, nitrato, metansulfonato, bencensulfonato o para-toluensulfonato de amoníaco, trietilamina, urea o tiourca.

20.

27. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por efectuarse la reacción en presencia de acetona y/o diacetnamina, triacetondiamina y/o un producto de condensación ácido de la acetona.

25.

28. Procedimiento según la reivindicación 27,



caracterizado por emplearse, en concepto de producto de condensación ácido de la acetona, alcohol dia etónico y/o óxido de mesitilo.

5. 29. Procedimiento según la reivindicación 27, caracterizado por efectuarse la reacción con el hidrato de acetona en 1,5 moles, a lo menos, de acetona por mol de material de partida acetónico, en presencia de 0,2 a 7 moles % (respecto al material de partida acetónico) de un catalizador de ácido de Lewis o ácido protónico, a temperaturas entre 40 y 65°C y en un disolvente orgánico prótico.

10. 30. Procedimiento según la reivindicación 29, caracterizado en que el catalizador es 0,2 a 7 moles % de trifluoruro de boro y la reacción se efectúa en 3 a 4 moles de acetona por mol del material acetónico de partida, en un disolvente orgánico prótico.

15. 31. Procedimiento según la reivindicación 30, caracterizado por emplearse, en lugar del trifluoruro de boro, de 0,2 a 7 moles % de cloruro de amonio.

20. 32. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 2 y 4 a 31, caracterizado por efectuarse la reacción a temperatura de 40 a 120°C.

25. 33. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 2 y 4 a 28, caracterizado por efectuarse la reacción a temperatura de 40 a 65°C.



34. Procedimiento según una de las reivindicaciones 29 a 31, caracterizado por efectuarse la reacción a temperatura de 40 a 65°C.

5. 35. Procedimiento según una de las reivindicaciones 27 y 28, caracterizado por efectuarse la reacción en alcohol diacetónico.

10. 36. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse suplementariamente, además del catalizador ácido, de 0,01 a 0,5 moles % (respecto a la acetona) de un cocatalizador distinto de éste.

37. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por efectuarse la reacción bajo presión, por ejemplo con 1 a 30, sobre todo 1 a 10 y en especial 1 a 3 atmósferas de sobrepresión.

15. 38. Procedimiento para la preparación de 2,2,6,6-tetrametil-4-oxopiperidina.

Según se describe y reivindica en la presente nota reivindicatoria que consta de 21 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 21 Junio 1974

p.a. JAMME ISENN

Firmado: JOSE L. MORA