



21 NOV

262984



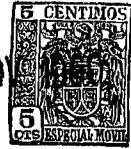
sivamente largos y onerosos, derivándose de ello un en-  
carcimiento notable de dicho producto.

El procedimiento perfeccionado objeto de la in-  
vención permite la obtención en forma rápida, mucho  
más barata y con rendimientos altamente satisfactorios,  
llevándose a cabo todas las fases del proceso en un mis-  
mo reactor, sin necesidad de separar ni purificar los  
productos intermedios formados, consiguiéndose así una  
simplificación notable en el trabajo y un rendimiento  
mucho mejor.

Dicho procedimiento se basa en el hallazgo de  
que el producto bruto resultante de la reacción entre  
la tiosenicarboxida y el sulfuro de carbono en medio  
alcalino permite ser acetilado en medio acuoso sin ne-  
cesidad de separarlo y purificarlo, y asimismo, este  
acetil derivado, sin separarlo del medio acuoso-acéti-  
co en que ha sido obtenido, se puede oxidar con cloro,  
dando directamente el 2-sulfocloro-5-acetamido-1,3,4-  
tiodiazol, el cual, por tratamiento con amoníaco acuo-  
so nos da el 2-sulfamido-5-acetamido-1,3,3-tiodiazol.

Como puede verse, esta manera de proceder re-  
presenta una variación substancial de todos los proce-  
dimientos hasta ahora en uso, pues según la invención  
no se obtienen ni separan el 2-mercapto-5-amino-1,3,4-  
tiodiazol ni el disulfuro de di-(5-amino-1,3,4-tiodia-  
zol), que son las materias primas normalmente usadas  
en los procedimientos conocidos hasta la fecha, sino  
que se pasa directamente del producto resultante de

21 NOV  
262984



la reacción entre la tiosemicarbazida y el sulfuro de carbono al 2-sulfocloro-5-acetamido-1,3,4-tioadiazol, en una sola operación y separación.

5. Para mejor comprensión de cuanto queda expuesto, y tan solo a título ilustrativo y de ejemplo, sin carácter limitativo alguno, se expone a continuación un ejemplo práctico de realización del procedimiento descrito:

10. EJEMPLO.— En un reactor apropiado, provisto de agitador, termómetro, tubo de entrada de gas y condensador de reflujo y destilación, se introducen 30 kg. de tiosemicarbazida, 300 litros de alcohol de 96°. Se pone a continuación el agitador en marcha y se adicionan en frío 20,8 kg. de potasa cáustica o su equivalente de sosa cáustica y 38 kg. de sulfuro de carbono. Una vez se halla todo homogeneizado, se empieza a calentar y se procede de acuerdo con las indicaciones de P. G. 15. Gana, dadas en J. A. Ch. Soc. 44-1502-1922.

20. Una vez completada la reacción, se separa el disolvente por destilación y se substituye por la cantidad equivalente de agua caliente, para disolver el residuo. Se deja enfriar a aproximadamente 20° C. y se introducen 40 kg. de anhídrido acético, agitamos vigorosamente, con lo que la temperatura asciende a 50-60° 25. C. y la masa de cuaja y, finalmente, se fluidifica. Se mantiene a esta temperatura por espacio de una hora y a continuación se enfría a aproximadamente 0° C. Una vez alcanzada esta temperatura, y sin dejar de

21 NO



262984

- agitar, se empieza a introducir cloro lo más rápidamente posible que permita el sistema de refrigeración, a fin de mantener la temperatura entre 5 y 10° C. Se continúa el paso de cloro hasta que éste no reaccione más, lo que se aprecia por una falta de absorción del mismo y por una disminución de la temperatura. Una vez ha terminado el paso de cloro se saca el producto del aparato se filtra, se lava con agua helada y se escurre. La torta obtenida, se vierte a porciones sobre 105 kg. de amoníaco acuoso enfriado con hielo directamente, para evitar que la temperatura suba de 10°, y con fuerte agitación. Una vez se ha completado la adición, se filtra y el líquido claro resultante se precipita con ácido hasta pH 6. El producto obtenido se filtra, se lava, escurre y seca, dando una vez purificado p.f. 258.259° dex.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se comprende que será independiente del objeto de la invención el orden de las fases del proceso, aparatos o dispositivos utilizados para la realización del mismo, aplicaciones posteriores del producto obtenido y, en general, todos cuantos detalles accesorios puedan presentarse, siempre que no aparten al conjunto de su esencialidad.
- 20.

21 NOV. 1960



H O F A

262984

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

5. 1. Procedimiento perfeccionado para obtención de 2-sulfamido-5-acetamido-1,3,4-tiofiazol, que consiste esencialmente en la aminación del producto resultante de la oxidación clorurante del producto de la reacción entre la tiosemicarbasida y el sulfuro de carbono, previamente acetilado, sin que medie separación ni purificación alguna de los productos intermedios formados.
10. 2. Procedimiento perfeccionado para obtención de 2-sulfamido-5-acetamido-1,3,4-tiofiazol, según la reivindicación anterior, que se caracteriza por el hecho de que se hacen reaccionar la tiosemicarbasida y el sulfuro de carbono y, en el mismo reactor en que ha tenido lugar dicha reacción, se elimina por destilación el disolvente utilizado, sea alcohol etílico, metílico, propílico, acetona u otro, substituyéndolo por la cantidad equivalente de agua, procediendo seguidamente a calentar en este mismo medio acuoso con anhídrido acético
15. 20. o con cualquier otro anhídrido de ácido, según el producto final que desee obtenerse, pasando finalmente a oxidar-clorurar en el propio medio acuoso-acético resultante, con cloro gaseoso, y procediendo finalmente a aminorar el sulfocloruro resultante con amoníaco gaseoso,
25. dando como resultado la 2-sulfamido-5-acetamido-



21 NOV  
262984

1,3,4-tiodiazol.

3. Procedimiento perfeccionado para obtención de 2-sulfamido-5-acetamido-1,3,4-tiodiazol.

La presente memoria descriptiva consta de seis  
5. hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, a 21 de noviembre de 1960.

Santiago PLANELLA ROS

p.a.