

P.- 43.161

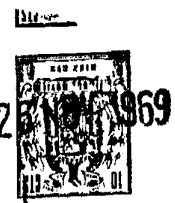
Kie.  
Pos. GW 1453

C07D 91/62, 91/00

373517

26 NOV. 1969

**Memoria descriptiva**



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
C-07
SUBCLASE B

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de GLANZSTOFF AG.

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld,  
República Federal Alemana

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 2,2'-BIS  
[1,3,4-TIADIAZOLIN-5-TIONA]".  
(Clase Internacional C07d)





en exceso uno de los dos componentes de la reacción; la reacción también se puede llevar a cabo con cantidades estequiométricas.

5 En calidad de disolvente inerte son apropiados especialmente aquellos que poseen un poder disolvente suficientemente alto para bisamidrazona de ácido oxálico o para la 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona $\sqrt{}$  resultante, tales como por ejemplo agua, dimetilformamida. Por razones económicas, se prefiere la utilización de agua en  
10 calidad de disolvente.

El mantenimiento de una temperatura de reacción determinada no es necesario en esta síntesis. Sin embargo, es favorable trabajar a temperaturas entre la temperatura ambiente y la temperatura de ebullición del sulfuro de  
15 carbono, dado que a temperaturas más bajas es pequeña la solubilidad de la bisamidrazona del ácido oxálico. Por el contrario, a altas temperaturas aumenta en gran medida el daño térmico para la bisamidrazona de ácido oxálico y con ello disminuyen correspondientemente el rendimiento y el grado de pureza de la 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona $\sqrt{}$ .  
20

La 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona $\sqrt{}$  forma, con el amoníaco resultante en la reacción, parcialmente una sal de amonio y está presente en la mezcla de reac-  
25 ción juntamente con el compuesto libre. Al acidificar la mezcla de reacción se pone en libertad a partir de la sal de amonio la 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona $\sqrt{}$ .

La síntesis se puede llevar a cabo por ejemplo, disolviendo bisamidrazona de ácido oxálico en agua desti-  
30 lada y agitando intensamente durante algunas horas con

373517

26 NOV 1969



5 sulfuro de carbono en exceso. Después de separar por destilación el sulfuro de carbono restante, la solución de reacción que contiene la sal de amonio y el compuesto libre es acidificada con ácido clorhídrico, precipitando la 2,2'-bis-[1,3,4-tiadiazolin-5-tiona]. El producto bruto es filtrado con succión, es lavado con agua hasta quedar libre de ácido, y puede ser recristalizado eventualmente a partir de un disolvente apropiado, por ejemplo dimetilformamida.

10 Según el procedimiento del invento se obtiene la sustancia deseada con rendimiento prácticamente cuantitativo y con un grado de pureza sorprendente. La sustancia pura según el punto de fusión se descompone a 293°C, y el producto bruto obtenido según el procedimiento del invento ya muestra un punto de descomposición de 15 293°C.

20 El procedimiento según el invento no solamente abre otra posibilidad para la preparación de la 2,2'-bis-[1,3,4-tiadiazolin-5-tiona] sino que, en comparación con el procedimiento conocido, se caracteriza por varias ventajas.

25 El rendimiento, en el procedimiento según el invento, es cuantitativo, mientras que en el procedimiento conocido es esencialmente menor. Además, el procedimiento según el invento se caracteriza también porque la formación de la 2,2'-bis-[1,3,4-tiadiazolin-5-tiona] tiene lugar en una única etapa de reacción, mientras que en el procedimiento conocido resulta en primer lugar un producto intermedio, que debe ser sometido a cierre de ciclo en 30 ácido sulfúrico concentrado. Además, el producto de la

373517

26 NOV



reacción resulta en estado puro según el punto de fusión.

La 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona es una sustancia valiosa que se utiliza en la producción de formas de impresión planográfica. Además, este compuesto es utilizado en la fotografía como aditivo a soluciones reveladoras, ya que posee la propiedad de impedir la coloración y el enturbiamiento de la solución reveladora a causa de una deposición de compuestos de plata.

5

10

15

20

Ejemplo. 5,8 g de bisamidrazona de ácido oxálico son disueltos a la temperatura ambiente en 300 ml. de agua destilada y son agitados intensamente durante 12 horas con 15 g de sulfuro de carbono, precipitando ya una parte de la 2,2'-bis- $\sqrt{1,3,4}$ -tiadiazolin-5-tiona resultante. Después, se separa el sulfuro de carbono en exceso y se acidifica el residuo con ácido clorhídrico acuoso. El producto de reacción, que precipita totalmente en este caso, es filtrado con succión, es lavado con agua hasta quedar libre de ácido, y es secado. El rendimiento es de 11,65 g (99,5% de la teoría). La sustancia funde con descomposición a 293°C.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana el 14 de Diciembre de 1.968, Nº P 18 14 772.3, se acoge a los beneficios del artº 51 del vigente estatuto sobre Propiedad Industrial.

373517

21.XI.69

26



## REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de esta solicitud de  
Patente de Invención en España, por VEINTE años son los  
siguientes:

10 1.- Procedimiento para la preparación de 2,2'  
-bis-[1,3,4-tiadiazolin-5-tiona], caracterizado porque  
se hacen reaccionar entre si bisamidrazona de ácido  
oxálico y sulfuro de carbono.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1,  
caracterizado porque se hacen reaccionar bisamidrazona  
de ácido oxálico y sulfuro de carbono en la proporción  
molecular de 1:2 hasta 1:4 en un disolvente inerte a  
temperaturas de 20 hasta 80°C.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2,  
caracterizado porque el disolvente inerte es agua.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 3,  
caracterizado porque se lleva a cabo la reacción entre  
la temperatura ambiente y la temperatura de ebullición  
del CS<sub>2</sub>.

25 5.- Procedimiento para la preparación de 2,2'  
-bis-[1,3,4-tiadiazolin-5-tiona].

Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a  
máquina por una sola cara.

. 26 NOV. 1969

Madrid,

p.a.

373517