



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 229 405 A1

4(51) C 07 D 285/12

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 D / 270 323 1

(22) 05.12.84

(44) 06.11.85

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, DD

(72) Jauer, Ernst-Adolf, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Thiel, Wilfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Mayer, Roland, Prof. Dr. rer. nat. habil. Dipl.-Chem.; Dost, Hermann, Dipl.-Chem.; Pötsch, Winfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden, die als biocide Substanzen oder für Folgeprodukte z. B. biocide Sulfonyl- oder Sulfoxylverbindungen von Interesse sind. Ziel der Erfindung ist ein neues, einfaches Verfahren zur Herstellung genannter Verbindungen, das diese in einem Schritt aus geeigneten Oxalsäureverbindungen zugänglich macht. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß 1,1-Dithiooxalester-amide in Gegenwart eines Lösungsmittels mit S-Alkyldithiokohlensäurehydraziden cyclisiert werden.

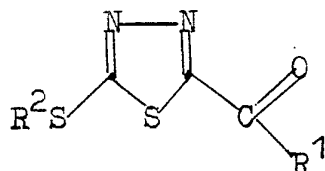
VEB CHEMIEKOMBINAT BITTERFELD

2692

Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden
=====

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden der Formel



I

in der $R^1 = NH_2, NHR, NR_2$ ($R = \text{Alkyl, Aryl}$) und
 $R^2 = \text{Alkyl}$ bedeuten, die als biocide Substanzen oder
für Folgeprodukte z.B. biocide Sulfonyl- oder Sulfoxylverbindungen von Interesse sind.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verbindungen der Formel I wurden bislang durch Cyclisierung von Oxalester-hydraziden mit Schwefelkohlenstoff, Alkylierung am Schwefel und Aminolyse des Thiadiazolcarbonsäureesters dargestellt (DE-OS 2853196).

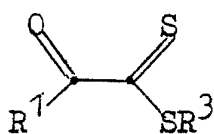
Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden zu entwickeln, das die Verbindungen der Formel I auf neuem Wege einfach zugänglich macht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung war es, 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamide der Formel I aus geeigneten Oxalsäurederivaten in einem Schritt zugänglich zu machen.

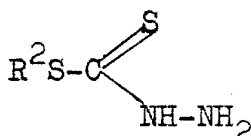
Erfindungsgemäß wurde die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein 1,1-Dithiooxalesteramid der Formel



II,

in der $\text{R}^1 = \text{NH}_2, \text{NHR}, \text{NR}_2$ ($\text{R} = \text{Alkyl}, \text{Aryl}$) und

$\text{R}^3 = \text{Alkyl}$ bedeuten in einem Lösungsmittel mit einem S-Alkyldithiooxalsäurehydrazid der Formel



III,

cyclisiert wird. Diese Umsetzung liefert in hoher Ausbeute und meist auch hoher Reinheit die Verbindungen I, so daß kaum weitere Reinigungsoperationen erforderlich sind.

Als Lösungsmittel eignen sich besonders aliphatische Alkohole.

Ausführungsbeispiel

Allgemeine Vorschrift

0,01 Mol einer Verbindung der Formel II, in der R^1 die ange-

gebene Bedeutung hat und $R^3 = CH_3$ ist, werden mit 0,01 Mol einer Verbindung der Formel III, in der $R^2 = CH_3$ ist, in 30 ml Ethanol solange erhitzt, bis die H_2S - und Mercaptanentwicklung beendet ist (5 bis 8 Stunden). Nach dem Abkühlen wird der ausgefallene Feststoff der Formel I, in der R^1 die oben angegebene Bedeutung hat, abgesaugt und gegebenenfalls umkristallisiert.

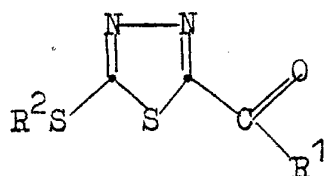
Tabelle: Substituenten R^1 , Ausbeuten und Schmelzpunkte von Verbindungen der Formel I

Bei- spiel	R^1	Ausbeute (% der Theorie)	Schmelzpunkt (° C)
1	NH_2	80	189 - 190
2	C_6H_5NH	85	178 - 180
3	$4-CH_3OC_6H_4NH$	90	180 - 182
4	$4-CH_3C_6H_4NH$	95	168 - 170
5	$C-C_6H_{11}NH$	85	147 - 149
6	$1-C_{10}H_7NH$	85	125 - 138 137 - 139/ C_2H_5OH
7	$4-C_6H_5-N_2-C_6H_4NH$	90	218 - 225 224 - 226/Xylol

$R^2 = CH_3, R^3 = CH_3$

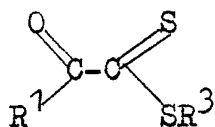
Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von 2-Alkylthio-1,3,4-thiadiazol-5-carbonsäureamiden der Formel



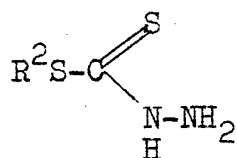
(I),

in der $R^1 = NH_2, NHR, NR_2$ ($R = \text{Alkyl, Aryl}$) und
 $R^2 = \text{Alkyl}$ bedeuten, gekennzeichnet dadurch, daß ein
 1,1-Dithiooxalsäureester-amid der Formel



(II),

in der R^1 die oben genannte Bedeutung hat und
 $R^3 = \text{Alkyl}$ ist, in einem Lösungsmittel mit einem
 S-Alkyldithiokohlensäurehydrazid der Formel



(III),

in der $R^2 = \text{Alkyl}$ bedeutet, cyclisiert wird.