



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

209030

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 30 01 80

(21) (PV 623-80)

(40) Zverejnené 30 01 81

(45) Vydané 01 02 84

(51) Int. Cl.³
C 07 F 9/65

(75)

Autor vynálezu

TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc.,
UNGVARSKÝ CYRIL RNDr., BRATISLAVA a
SANDTNEROVÁ ALENA, ing., MODRA

(54) Spôsob čistenia technického 0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu

Vynález sa týka nového spôsobu čistenia technického produktu 0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu, ktorý je známy ako vynikajúci insekticídny prostriedok s relatívne malou toxicitou voči teplokrvným živočíchom.

0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfát sa pripravuje známym spôsobom, reakciou 2-dietylami-4-hydroxy-6-metylpyrimidínu a 0,0-dimetylchlórtiofosfátu v prítomnosti alkalických uhličitanov, alebo z alkalického soli 2-dietylami-4-hydroxy-6-metylpyrimidínu (prípravenej reakciou uvedeného hydroxypyrimidínu a hydroxidu sodného, alebo draselného) a 0,0-dimetylchlórtiofosfátu v bezvodom prostredí. Získaný produkt je značne znečistený východnými surovinami. Ľahko sa z produktu odstraňuje nezreagovaný 2-dietylami-4-hydroxy-6-metylpyrimidín, cez sodnú soľ premývaním 3%-ným hydroxidom sodným. Obtiažnosť čistenia zostáva v odstránení nezreagovaného 0,0-dimetylchlórtiofosfátu a 0,0-trimetyltiofosfátu, ktorý vzniká ako vedľajší produkt pri výrobe 0,0-dimetylchlórtiofosfátu. Pre ich malý rozdiel v teplotách varu nedajú sa rektifikáciou oddeliť.

Spôsob čistenia technického produktu 0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu popísaný v DOS 1,445.949 a v britskom patente č. 1,019.227 je založený na oddestilovaní

0,0-dimetylchlórtiofosfátu z produktu, za zníženého tlaku – dvojhodinovým zahrievaním pri t 75–80 °C a tlaku 0,0266 kPa. Popísaný spôsob čistenia je náročný na zariadenie a nedostatočne účinný. Získaný produkt zapácha po 0,0-dimetylchlórtiofosfáte, resp. trimetyltiofosfáte. V čl. patente č. 154 596 je popísané dočisťovanie technického produktu zahrievaním v priebehu 2 hodín pri teplote 75 °C a tlaku 0,0266 kPa, aby sa odstránil nezreagovaný 0,0-dimetylchlórtiofosfát.

Teraz bol zistený spôsob čistenia surového produktu 0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu jeho stripovaním vodnou parou protiprúdne v kolónke za normálneho, alebo zníženého tlaku do 2 kPa. Z produktu sa azeotropicky oddestilujú 0,0-dimetylchlórtiofosfát a 0,0,0-trimetyltiofosfát, čím sa získa 0,0-dimetyl-0-(2-dietylami-4-metyl-6-pyrimidinyl) vo vysokej čistote.

Význam nového spôsobu čistenia podľa vynálezu spočíva v jednoduchosti použitého zariadenia na jeho prevádzanie.

Výhoda nového spôsobu čistenia podľa vynálezu spočíva v lepšej účinnosti čistiaceho spôsobu. Produkt prakticky neobsahuje 0,0-dimetylchlórtiofosfát, prípadne 0,0,0-trimetyltiofosfát.

Ďalej význam nového spôsobu čistenia podľa

209030

vynálezu spočíva v možnosti použitia technického 0,0-dimetylchlórtiofosfátu na prípravu 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu s akýmkoľvek obsahom 0,0,0-trimetyltiofosfátu.

Spôsob čistenia technického produktu 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu podľa vynálezu objasňujú ale nijako neobmedzujú nasledujúce príklady.

Príklad 1

39,5 g 76,8%-ného 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu – zvyšok do 100 % je hlavne 0,0-dimetylchlórtiofosfát a 0,0,0-trimetyltiofosfát sa rozpustí v toluéne a stripuje vodnou parou protiprúdne v kolonke za normálneho tlaku. Toluén, 0,0-dimetylchlórtiofosfát a 0,0,0-trimetyltiofosfát sa azeotropicky oddestilovávajú a z kolonky stekajúci produkt sa extrahuje benzénom. Po odparení benzénu do sucha získa sa 30 g 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu o čistote 99,2 %, stanovenej plynovou chromatografiou.

Príklad 2

39,5 g 75,8 %-ného 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu rozpusteného v toluéne sa stripuje vodnou parou ako v príklade 1, ale za zníženého tlaku 2 kPa. Získa sa 30,7 g produktu o čistote 96,9 %.

Príklad 3

39,5 g 76,8%-ného 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu bez použitia rozpúšťadla sa stripuje vodnou parou v kolonke za normálneho tlaku. Získa sa 30,5 g produktu o čistote 97,5%-nej.

Príklad 4 (porovnávací, podľa čsl. pat. č. 154 596)

Znáмым spôsobom z 2-dietylamino-4-metyl-6-hydroxypyrimidínu a 0,0-dimetylchlórtiofosfátu sa získa 239,5 g 12,6%-ného toluénového roztoku 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-hydroxypyrimidinyl)-tiofosfátu. Po odparení rozpúšťadla toluénu surový produkt sa zahrieva 2 h pri 75 °C, za tlaku 0,0266 kPa, aby sa odstránil 0,0-dimetylchlórtiofosfát. Získa sa 31,5 g produktu o čistote 91%-nej.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob čistenia technického 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfátu znečisteného 0,0-dimetylchlórtiofosfátom a 0,0,0-trimetyltiofosfátom vyznačeného tým, že sa tech-

nický produkt 0,0-dimetyl-0-(2-dietylamino-4-metyl-6-pyrimidinyl)-tiofosfát stripuje vodnou parou protiprúdne za normálneho, alebo zníženého tlaku do 2 kPa.