



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0923204-4 B1

(22) Data do Depósito: 18/12/2009

(45) Data de Concessão: 06/02/2018



(54) Título: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE O-(2,6 DICLORO-4-METIL-FENIL)-O,O-DIMETIL FOSFOROTIOATO PURIFICADO.

(51) Int.Cl.: C07F 9/18

(30) Prioridade Unionista: 22/12/2008 JP 2008-325295, 31/07/2009 JP 2009-179000

(73) Titular(es): SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

(72) Inventor(es): EIJI YAMAUCHI; RYUHEI WAKITA

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE O-(2,6-DICLORO-4-METIL-FENIL)-O,O-DIMETIL FOSFOROTIOATO PURIFICADO".

CAMPO TÉCNICO

5 A presente invenção refere-se a um processo para a produção de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato.

TÉCNICA ANTECEDENTE

O-(2,6-Dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato (aqui depois, esse composto é referido como "fosforotioato") é um composto útil como um fungicida para o solo.

Sabe-se que o fosforotioato é obtido, por exemplo, por meio de reação de 2,6-dicloro-4-metilfenol e O,O-dimetil clorofosforotioato na presença de cloreto de cobre em uma solução alcalina aquosa (Vide Publicação de Pedido de Patente Não Examinada No. 55-17324).

15 DIVULGAÇÃO DA INVENÇÃO

A presente invenção se destina a proporcionar um novo processo para a produção de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado.

O presente pedido refere-se à invenção a seguir.

20 [1] Um processo para a produção de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado, o processo compreendendo:

a primeira etapa de manter um O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto em contato com um ácido; e

25 a segunda etapa de recuperação do O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado da mistura obtida na primeira etapa.

[2] O processo de produção de acordo [1], em que o O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto contém um solvente de hidrocarboneto aromático.

30 [3] O processo de produção de acordo com [1], em que o ácido é um ácido inorgânico.

[4] O processo de produção de acordo com [1] em que a primeira etapa é realizada por meio de mistura de um O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-

dimetil fosforotioato bruto contendo um solvente de hidrocarboneto aromático com uma solução aquosa de um ácido inorgânico.

[5] O processo de produção de acordo com [1], em que o O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto é obtido mantendo 2,6-dicloro-4-metilfenol em contato com O,O-dimetil clorofosforotioato em um solvente na presença de cloreto de cobre.

[6] Um processo para produção de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato, o processo compreendendo:

a Etapa A de manter 2,6-dicloro-4-metilfenol em contato com O,O-dimetil clorofosforotioato em um solvente na presença de cloreto de cobre;

a Etapa B de manter a mistura de reação obtida na referida etapa A em contato com um ácido; e

a Etapa C de recuperação de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato da mistura obtida na referida etapa B.

15 MODO PARA REALIZAÇÃO DA INVENÇÃO

Aqui depois, a presente invenção será descrita em detalhes.

Na presente invenção, O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto (aqui depois esse é referido como "fosforotioato bruto") é uma mistura a qual contém O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato (aqui depois, esse composto é referido como "fosforotioato") e uma ou mais impurezas.

Exemplos das impurezas incluem subprodutos produzidos durante a fabricação de fosforotioato, impurezas nas matérias-primas e nas matérias-primas auxiliares utilizadas para a fabricação. O teor de pelo menos uma impureza no fosforotioato bruto é cerca de 100 ppm ou mais.

Fosforotioato bruto pode estar em qualquer forma de um pó, um cristal e uma solução, mas uma solução é preferida. Quando fosforotioato bruto está na forma de uma solução, a segunda etapa pode ser realizada por meio de operações fáceis, conforme descrito abaixo.

30 Quando fosforotioato bruto está na forma de uma solução, ele geralmente contém um solvente orgânico hidrofóbico como um solvente.

Exemplos do solvente orgânico hidrofóbico incluem solventes de

hidrocarboneto aromático, tais como tolueno e xileno; solventes de hidrocarboneto alifático, tais como hexano e heptano; solventes de éter, tais como dietil éter e metil terc-butil éter; solventes de hidrocarboneto halogenado, tais como diclorometano, diclorobenzeno e clorobenzeno; e solventes de cetona, tal como metil isobutil cetona.

Quando fosforotioato bruto está na forma de uma solução, ele contém, de preferência, um hidrocarboneto aromático e, mais preferivelmente, tolueno. Quando fosforotioato bruto contém um hidrocarboneto aromático, cada operação pode ser realizada mais facilmente.

Fosforotioato bruto pode ser obtido por meio de processos convencionais, por exemplo, através de condensação de 2,6-dicloro-4-metilfenol e O,O-dimetil clorofosforotioato em um solvente na presença de cloreto de cobre.

Fosforotioato bruto pode estar na forma de uma solução de um produto de reação obtido por meio de uma reação sintética de fosforotioato; na forma de um cristal ou um pó recuperado da solução do produto de reação; e um produto obtido através de um pós-tratamento, tal como concentração, da solução do produto de reação. Tal pós-tratamento é, de preferência, realizado em uma faixa de temperatura na qual o fosforotioato não é degradado, por exemplo, uma faixa de 40°C a 60°C.

Na presente invenção, um O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado (aqui depois, esse é referido como "fosforotioato purificado") está na forma de um pó, um cristal ou uma solução de fosforotioato obtida por meio do processo de produção da presente invenção.

O processo para produção de um fosforotioato purificado da presente invenção inclui a primeira etapa de manter o fosforotioato bruto em contato com um ácido.

Na primeira etapa, um ou mais ácidos podem ser usados.

O ácido pode ser qualquer um de um ácido inorgânico e um ácido orgânico, mas um ácido inorgânico é preferido, uma vez que o tratamento de água descarregada produzida na segunda etapa é fácil.

Exemplos do ácido inorgânico incluem HCl, H₂SO₄ e ácido fosfórico e HCl é preferido.

Exemplos do ácido orgânico incluem ácido acético.

O ácido pode ser qualquer um de uma solução aquosa ácida e um ácido sólido.

5 Como a solução aquosa ácida, preferidas são aquelas nas quais os ácidos exemplificados acima são dissolvidos em água.

Quando o ácido é uma solução aquosa ácida, a concentração de ácido é, de preferência, 0,1 a 10% em peso e, mais preferivelmente, 0,1 a 3,5% em peso. A solução aquosa ácida pode conter um solvente orgânico, na medida em que o solvente esteja presente em uma ligeira quantidade.

10 Exemplos do ácido sólido incluem uma resina de troca de cátions. Exemplos da resina de troca de cátions incluem uma tendo um grupo ácido, tal como ácido sulfônico ou ácido fosfônico como um grupo de troca e tendo uma resina, tal como um copolímero de estireno/divinilbenzeno, como um veículo.

O ácido sólido pode ser qualquer um de um ácido sólido orgânico e um ácido sólido inorgânico.

15 Na primeira etapa, a quantidade do ácido a ser usada pode ser apropriadamente ajustada considerando-se as quantidades de fosforotioato bruto e água descarregada produzida em cada etapa e semelhantes.

O contato do fosforotioato bruto com um ácido pode ser realizado, por exemplo, através das operações (1) e (2) a seguir:

- (1) mistura de fosforotioato bruto com uma solução aquosa ácida; e
- (2) mistura de fosforotioato bruto com um ácido sólido.

25 Na operação (1), quando fosforotioato bruto está na forma de uma solução, a quantidade de uma solução aquosa ácida a ser usada é, de preferência, 0,1 parte em peso ou mais, mais preferivelmente 0,1 a 1 parte em peso e, ainda mais preferivelmente, 0,1 a 0,5 parte em peso por 1 parte em peso de fosforotioato bruto, pelo fato de que a operação de contato é fácil.

30 Na operação (1), quando o fosforotioato bruto é um pó ou um cristal, a quantidade de uma solução aquosa ácida a ser usada é, de preferência, 1 parte em peso ou mais e, mais preferivelmente, 1 a 10 partes em peso por 1 parte em peso de fosforotioato bruto, pelo fato de que a operação de contato é fácil.

Exemplos da operação (1) incluem uma operação de mistura, com uma solução aquosa de um ácido inorgânico, um fosforotioato bruto o qual contém um solvente de hidrocarboneto aromático; e uma operação de adição de fosforotioato bruto, o qual está na forma de um pó ou um cristal, a uma solução aquosa ácida e, então, agitação dos mesmos.

O tempo de operação de (1) acima pode ser ajustado considerando-se as quantidades e tipos de fosforotioato bruto e uma solução aquosa ácida, o agitador a ser usado e semelhantes. O tempo de operação de (1) acima é, de preferência, 15 a 60 minutos.

Na operação (2), quando fosforotioato bruto está na forma de uma solução, a quantidade de um ácido sólido a ser usado é, de preferência, 0,1 a 1 parte em peso e, mais preferivelmente, 0,1 a 0,3 parte em peso por 1 parte em peso de fosforotioato bruto, pelo fato de que a recuperação do ácido sólido é fácil.

Na operação (2), quando fosforotioato bruto está na forma de um pó ou um cristal, é preferido que o contato seja realizado na presença de um solvente misturado de um solvente orgânico e um solvente aquoso ou um solvente orgânico e é mais preferido que o contato seja realizado na presença de um solvente de hidrocarboneto aromático. Na operação (2), quando o fosforotioato bruto, o qual está na forma de um pó ou um cristal, é contactado na presença do solvente misturado ou um solvente orgânico, esses são, de preferência, misturados de modo a configurar o teor do fosforotioato bruto em 0,1 a 1 parte em peso por 1 parte em peso do solvente. Na operação (2), quando fosforotioato bruto está na forma de um pó ou um cristal, a quantidade de um ácido sólido a ser usado é, de preferência, 0,1 a 1 parte em peso e, mais preferivelmente, 0,1 a 0,3 parte em peso por 1 parte em peso de fosforotioato bruto, pelo fato de que a recuperação do ácido sólido é fácil.

Exemplos da operação (2) incluem uma operação de adição de um ácido sólido ao fosforotioato bruto dissolvido em um solvente orgânico e, então, agitação dos mesmos e um método de passagem do fosforotioato bruto dissolvido em um solvente orgânico através de uma coluna cheia de um ácido sólido.

O tempo de operação de (2) acima pode ser ajustado consideran-

do-se as quantidades e tipos de fosforotioato bruto e um ácido sólido, o agitador a ser usado e semelhantes.

O contato de fosforotioato bruto com um ácido pode ser realizado dentro de uma faixa de temperatura a qual não leva à degradação de fosforotioato, evaporação de um solvente e semelhantes. A temperatura do contato é, de preferência, 0°C a 90°C e, mais preferivelmente, 40°C a 60°C.

Como a primeira etapa, uma vez que a operação é fácil, a operação (1) é preferida, uma operação de mistura, com uma solução aquosa de um ácido inorgânico, um fosforotioato bruto o qual contém um solvente de hidrocarboneto aromático é mais preferido e uma operação de mistura de um fosforotioato bruto contendo tolueno com ácido clorídrico é ainda mais preferida.

O processo para produção de um fosforotioato purificado da presente invenção inclui a segunda etapa de recuperação de fosforotioato purificado da mistura obtida na primeira etapa.

A mistura geralmente contém fosforotioato e o ácido usado na primeira etapa. A mistura pode conter um solvente orgânico hidrofóbico e água, dependendo dos tipos de fosforotioato bruto e do ácido usados na primeira etapa.

Fosforotioato purificado pode ser recuperado como uma solução, por exemplo, através de separação de camada e uma operação de separação de líquido.

A separação de camada pode ser realizada deixando a mistura obtida na primeira etapa descansar. A separação de camada pode ser realizada após adição de um solvente orgânico hidrofóbico e água à mistura, conforme requerido.

Uma camada de fosforotioato purificado e uma camada aquosa contendo um ácido são formadas pela separação de camada. Pode ser visualmente confirmado que a camada de fosforotioato purificado e a camada aquosa são formadas. O tempo de descanso adicional até que a camada de fosforotioato purificado e a camada aquosa sejam separadas pode também ser determinado antecipadamente através de um experimento preliminar.

A camada de fosforotioato purificado pode ser recuperada através

de um processo conhecido, tal como uma operação de separação de líquido. A separação de camada e separação de líquido na segunda etapa podem ser realizadas repetidamente. Quando a separação de camada e separação de líquido são realizadas repetidamente, em geral, após adição de mais água à camada recuperada através da operação de separação de líquido, o produto resultante é agitado, deixado descansar e o líquido separado.

Na segunda etapa, fosforotioato purificado pode ser também recuperado realizando operações tais como concentração, reprecipitação ou recristalização, além das operações de separação de camada e separação de líquido.

10 O processo para produção de fosforotioato da presente invenção inclui:

Etapa A de condensação de 2,6-dicloro-4-metilfenol e O,O-dimetil clorofosforotioato em um solvente na presença de cloreto de cobre;

15 Etapa B de manter a mistura de reação obtida na etapa A em contato com um ácido; e

Etapa C de recuperação de fosforotioato da mistura obtida na etapa B.

Um solvente na etapa A é, de preferência, um solvente orgânico, mais preferivelmente um solvente orgânico hidrofóbico e, ainda mais preferivelmente, um solvente de hidrocarboneto aromático. Como o solvente de hidrocarboneto aromático, tolueno é preferido.

Na etapa A, a quantidade de cloreto de cobre a ser usada é, de preferência, 0,005 a 0,02 mol por 1 mol de 2,6-dicloro-4-metilfenol.

25 A quantidade do 2,6-dicloro-4-metilfenol a ser usada é, de preferência, 1 a 1,5 mol e, mais preferivelmente, 1 a 1,1 mol por 1 mol de O,O-dimetil clorofosforotioato.

Ainda, a etapa A é, de preferência, realizada na presença de uma base. Cloreto de hidrogênio produzido como um subproduto pode ser neutralizado realizando a etapa A na presença de uma base. A base é, de preferência, uma base inorgânica, mais preferivelmente uma base contendo um metal alcalino ou um metal alcalinoterroso e, ainda mais preferivelmente, hidróxido de sódio e hidróxido de potássio. A quantidade da base a ser usada pode ser adequadamente selecionada, por exemplo, pelo tipo e escala de reação da base.

De preferência, uma solução aquosa a 10 a 40% em peso da base é preparada antecipadamente e, então, adicionada à mistura contendo 2,6-dicloro-4-metilfenol e O,O-dimetil clorofosforotioato.

5 A etapa A pode ser realizada sob uma temperatura, em geral, de 40°C a 70°C e, de preferência, 40°C a 60°C.

Fosforotioato é produzido realizando a etapa A.

A mistura de reação obtida na etapa A contém fosforotioato e um solvente.

10 O ácido na etapa B inclui os mesmos ácidos conforme aqueles usados no processo de produção de fosforotioato purificado.

O contato da mistura de reação obtida na etapa A com um ácido, por exemplo, pode ser realizado através das operações (I) e (II) a seguir:

(I) mistura da mistura de reação com uma solução aquosa ácida e

(II) mistura da mistura de reação com um ácido sólido.

15 Na operação (I), a quantidade de uma solução aquosa ácida a ser usada é, de preferência, 0,1 parte em peso ou mais, mais preferivelmente 0,1 a 1 parte em peso e, ainda mais preferivelmente, 0,1 a 0,5 parte em peso por 1 parte em peso da mistura de reação, pelo fato de que a operação de contato é fácil.

20 Exemplos da operação (I) incluem uma operação de mistura da mistura de reação com uma solução aquosa de um ácido inorgânico.

O tempo de operação de (I) acima pode ser ajustado considerando-se as quantidades e tipos da mistura de reação e da solução aquosa ácida, o agitador a ser usado e semelhantes. O tempo de operação de (I) acima é, de preferência, 15 a 60 minutos.

Na operação (II), a quantidade de um ácido sólido a ser usado é, de preferência, 0,1 a 1 parte em peso e, mais preferivelmente, 0,1 a 0,3 parte em peso por 1 parte em peso da mistura de reação obtida na etapa A, pelo fato de que a recuperação do ácido sólido é fácil.

30 Exemplos da operação (II) incluem uma operação de adição de um ácido sólido à mistura de reação obtida na etapa A e, então, agitação dos mesmos e um processo de passagem da mistura de reação através de uma

coluna cheia de um ácido sólido.

O tempo de operação de (II) acima pode ser ajustado considerando-se as quantidades e tipos da mistura de reação e do ácido sólido, um agitador a ser usado e semelhantes.

5 O contato da mistura de reação com um ácido pode ser realizada dentro de uma faixa de temperatura a qual não leva à degradação de fosforotioato, evaporação de um solvente e semelhantes. A temperatura do contato é, de preferência, 0°C a 90°C e, mais preferivelmente, 40°C a 60°C.

10 Como a etapa B, uma vez que a operação é fácil, a operação (I) é preferida e uma operação de mistura da mistura de reação obtida na etapa A com uma solução aquosa de um ácido inorgânico é mais preferida.

A mistura obtida na etapa B geralmente contém fosforotioato e o ácido usado na etapa B.

15 Na etapa C, o fosforotioato pode ser recuperado, por exemplo, através de separação de camada e uma operação de separação de líquido. Na etapa C, operações tais como concentração, reprecipitação ou recristalização, além das operações de separação de camada e separação de líquido, também podem ser empregadas. Especificamente, cada operação pode ser realizada por meio dos procedimentos descritos acima para o processo de produção de
20 fosforotioato purificado da presente invenção.

A solução, cristal e pó de fosforotioato obtidos através de cada processo de produção da presente invenção (aqui depois, esses são referidos como "fosforotioato na presente invenção") têm estabilidade térmica mais excelente do que a solução, cristal e pó do fosforotioato obtidos através de um processo de produção convencional (aqui depois, a solução, cristal e pó são referidos como "fosforotioato convencional").
25

Presume-se que as razões pelas quais o fosforotioato na presente invenção exibe excelente estabilidade térmica sejam as seguintes. Isto é, fosforotioato convencional é facilmente convertido em O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,S-dimetil fosfato (aqui depois referido como "forma de S-metila") através de um tratamento de aquecimento. Por outro lado, fosforotioato na presente invenção é difícil de ser convertido na forma de S-metila através de tratamento térmico.
30

co. Isto é, a estrutura do fosforotioato na presente invenção não é convertida mesmo através de tratamento térmico.

Se, por exemplo, fosforotioato na presente invenção é aquecido em uma temperatura de 60°C durante 20 horas ou mais, a proporção aumentada das taxas de teor de forma de S-metila (C1/C0) é usualmente 5 ou menos, proporção a qual é calculada com a taxa de teor da forma de S-metila antes de aquecimento (C0) e aquela da forma de S-metila após aquecimento (C1).

A taxa de teor de cada forma de S-metila é determinada por meio de cromatografia gasosa.

A estrutura do fosforotioato na presente invenção dificilmente é convertida, mesmo através de tratamento térmico durante formulação e armazenamento sob uma temperatura elevada.

Exemplos

Aqui depois, a presente invenção será descrita por meio de Exemplos, mas a presente invenção não está limitada aos mesmos.

Nos Exemplos e Exemplos Comparativos, cada taxa de teor de fosforotioato e forma de S-metila foi determinada por meio de análise por cromatografia gasosa das soluções, as quais foram preparadas através de diluição de 0,5 g de uma amostra com 10 ml de clorofórmio, sob as seguintes condições.

(Condições de Análise)

Coluna: coluna capilar (veículo: fenilmetilpoli-siloxano a 5%)

Gás veículo: hélio

- O teor de fosforotioato é um valor de análise pelo método com padrão interno.

- A taxa de teor da forma de S-metila foi calculada com base no espectro de cromatografia gasosa obtida através da fórmula a seguir:

$$\text{Taxa de teor de forma de S-metila} = \text{Asm}/(\text{Asm} + \text{Apt})$$

(em que Asm representa o valor da área de pico da forma de S-metila e Apt representa o valor da área de pico de fosforotioato).

30 Exemplo 1

Ao fosforotioato bruto contendo fosforotioato e tolueno (teor de fosforotioato: 48,2% em peso, cerca de 180 g), 42,3 g de ácido clorídrico a 0,6%

em peso foram adicionados, seguido por agitação dos mesmos durante 30 minutos. O líquido misturado resultante foi separado em camadas ao ser deixado descansar e a camada aquosa formada foi removida para obter fosforotioato purificado (teor de fosforotioato: 48,7% em peso).

5 A taxa de teor da forma de S-metila no fosforotioato purificado foi de 0,02% (C0).

O fosforotioato purificado foi tratado por meio de aquecimento em uma temperatura de 60°C durante 96 horas. A taxa de teor da forma de S-metila no fosforotioato purificado após aquecimento foi de 0,09% (C1) e a proporção aumentada das taxas de teor da forma de S-metila (C1/C0) foi 4,5.

Exemplo 2

15 Ao fosforotioato bruto contendo fosforotioato e tolueno (teor de fosforotioato: 48,2% em peso, cerca de 180 g), 42,3 g de ácido clorídrico a 0,3% em peso foram adicionados, seguido por agitação dos mesmos durante 30 minutos. O líquido misturado resultante foi separado em camadas ao ser deixado descansar e a camada aquosa formada foi removida para obter fosforotioato purificado (teor de fosforotioato: 48,7% em peso).

A taxa de teor da forma de S-metila no fosforotioato purificado foi de 0,03% (C0).

20 O fosforotioato purificado foi tratado por meio de aquecimento em uma temperatura de 60°C durante 23 horas.

A taxa de teor da forma de S-metila no fosforotioato purificado após aquecimento foi de 0,04% (C1) e a proporção aumentada das taxas de teor da forma de S-metila (C1/C0) foi 1,3.

Exemplo Comparativo 1

25 Os mesmos experimentos conforme no Exemplo 1 foram repetidos, exceto que água foi usada em lugar de ácido clorídrico a 0,6% em peso. Para a solução de tolueno obtida contendo fosforotioato, a taxa de teor da forma de S-metila foi de 0,02% (C0), a taxa de teor da forma de S-metila após tratamento

30 térmico em uma temperatura de 60°C durante 96 horas foi de 1,99% (C1) e a proporção aumentada das taxas de teor da forma de S-metila (C1/C0) foi 99,5.

Exemplo Comparativo 2

Os mesmos experimentos conforme no Exemplo 2 foram repetidos, exceto que água foi usada em lugar de ácido clorídrico a 0,3% em peso. Para a solução de tolueno obtida contendo fosforotioato, a taxa de teor da forma de S-
5 metila foi de 0,04% (C0), a taxa de teor da forma de S-metila após tratamento térmico em uma temperatura de 60°C durante 23 horas foi de 0,85% (C1) e a proporção aumentada das taxas de teor da forma de S-metila (C1/C0) foi 21,3.

Exemplo 3

Em um frasco separável com cinco gargalos equipado com um agi-
10 tador, um termômetro e um condensador, 69,7 g de uma solução de O,O-dimetil clorofosforotioato (solução em tolueno, teor de 76,5% em peso), 98,1 g de uma solução de 2,4-dicloro-4-metilfenol (solução em tolueno, teor de 64,6% em peso) e 24,4 g de tolueno foram carregados e, então, aquecidos a 45°C. Após o
15 que, 0,2 g de cloreto de cobre (I) foi carregado e, então, 50,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 27% em peso foram gotejados nos mesmos em uma temperatura interna de 45°C a 50°C durante 3 horas. O produto resultante foi mantido na mesma temperatura durante uma hora e, então, 3,7 g de água, 38,0 g de tolueno e 60,0 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 27%
20 em peso foram adicionados, seguido por manutenção do produto resultante na mesma temperatura durante mais 30 minutos. A solução de reação foi transferida para um funil de separação e a camada aquosa foi removida através de separação de líquido para recuperar a camada aquosa. Foi confirmado que a camada orgânica continha 48,2% em peso de fosforotioato.

A cerca de 180 g da camada orgânica, 42,3 g de ácido clorídrico a
25 0,6% em peso foram adicionados, seguido por agitação dos mesmos durante 30 minutos. O líquido misturado resultante foi separado em camadas ao ser deixado descansar. A camada aquosa formada foi removida para obter uma solução de tolueno contendo 48,7% em peso de fosforotioato.

Exemplo 4

30 Em um frasco separável com cinco gargalos equipado com um agitador, um termômetro e um condensador, 69,7 g de uma solução de O,O-dimetil clorofosforotioato (solução em tolueno, teor de 76,5% em peso), 112,2 g de

uma solução de 2,4-dicloro-4-metilfenol (solução em tolueno, teor de 58,3% em peso) e 10,0 g de tolueno foram carregados e, então, aquecidos a 45°C. Após o que, 0,2 g de cloreto de cobre (I) foi carregado e, então, 50,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 27% em peso foram gotejados nos mesmos em
5 uma temperatura interna de 45°C a 50°C durante 3 horas. O produto resultante foi mantido na mesma temperatura durante uma hora e, então, 3,7 g de água, 38,0 g de tolueno e 53,2 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 27% em peso foram adicionados, seguido por manutenção do produto resultante na mesma temperatura durante mais 30 minutos. A solução de reação foi transfe-
10 rida para um funil de separação e a camada aquosa foi removida através de separação de líquido para recuperar a camada orgânica. Foi confirmado que a camada orgânica continha 48,2% em peso de fosforotioato.

A cerca de 180 g da camada orgânica, 42,3 g de ácido clorídrico a 0,3% em peso foram adicionados, seguido por agitação dos mesmos durante
15 30 minutos. Aos mesmos, 42,3 g de ácido clorídrico a 0,3% em peso foram adicionados, seguido por agitação dos mesmos durante 30 minutos. O líquido misturado resultante foi separado em camadas ao ser deixado descansar. A camada aquosa formada foi removida para obter uma solução de tolueno contendo 48,7% em peso de fosforotioato.

20 Aplicabilidade Industrial

Fosforotioato obtido pela presente invenção exhibe excelente estabilidade térmica. Assim, a formulação de um fungicida para o solo e semelhantes pode ser mais facilmente realizada.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado, caracterizado pelo fato de que compreende:

5 a primeira etapa de manter um O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto em contato com um ácido; e

a segunda etapa de recuperação de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato purificado da mistura obtida na primeira etapa.

2. Processo de produção de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto contém um solvente de hidrocarboneto aromático.

3. Processo de produção de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido inorgânico.

4. Processo de produção de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a primeira etapa é realizada por meio de mistura
15 de um O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto contendo um solvente de hidrocarboneto aromático com uma solução aquosa de um ácido inorgânico.

5. Processo de produção de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetil fosforotioato bruto é obtido mantendo 2,6-dicloro-4-metilfenol em contato com O,O-dimetil clorofosforotioato em um solvente na presença de cloreto de cobre.