



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

215464

(11)

(B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlášené 12 12 80

(21) (PV 8772-80)

(40) Zverejnené 30 10 81

(45) Vydané 01 01 85

(51) Int. Cl.³
C 07 F 9/18

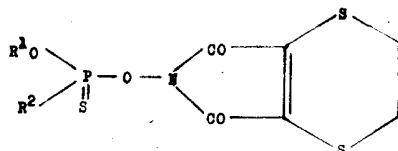
(75)

Autor vynálezu

KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc., BRATISLAVA

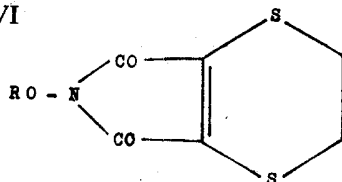
(54) Nové estery kyseliny tiofosforečnej a spôsob ich prípravy

Estery kyseliny tiofosforečnej všeobecného vzorca V

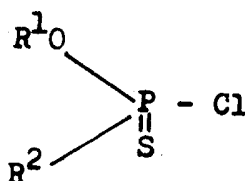


v ktorom R¹ znamená alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, R² znamená alkoxy, N-alkylamido, N,N-dialkylamido, kde alkyl vždy obsahuje 1 až 4 atómy uhlíka, fenylyl, 2-alkoxyetoxy s 1 až 4 atómami uhlíka v alkoxykupine.

Spôsob prípravy zlúčenín V reakciou zlúčeniny vzorca VI



s esterom kyseliny chlórthiofosforečnej všeobecného vzorca VII

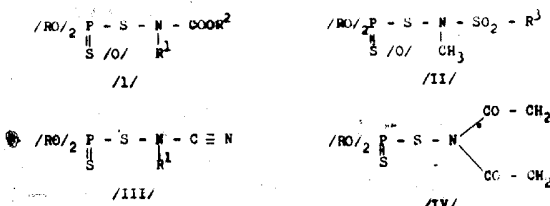


v ktorom R¹ a R² majú už uvedený význam

v prostredí organického riedidla, ako je acetón, metylketón, butylacetát, dimetylformamid, pri teplote 25 až 100 °C.

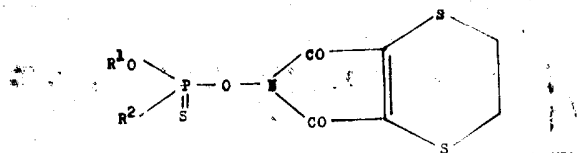
Predmetom vynálezu sú nové estery kyseliny tiofosforečnej a spôsob ich prípravy. Zlúčeniny podľa vynálezu sa môžu použiť ako insekticídy.

Z literatúry sú známe estery tio-ditiofosforečnej kyseliny všeobecných vzorcov I–IV



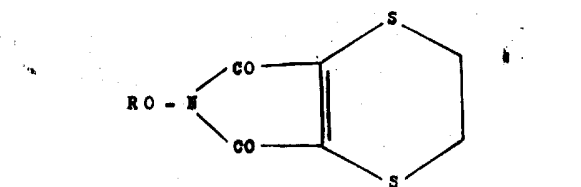
kde R znamená alkyl, aryl, R¹ znamená alkyl, fenyl, R² znamená alkyl, ktoré sa pripravujú pôsobením N-chlóramidu, resp. N-chlórimidu s alkalickou soľou tio-ditiofosforečnej kyseliny (Ger. pat. 1.068.252).

Teraz sa zistili nové estery kyseliny tiofosforečnej všeobecného vzorca V

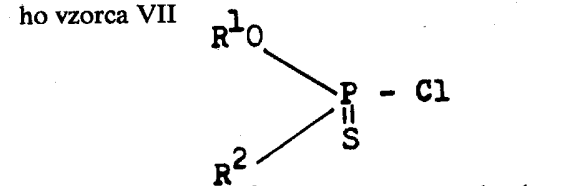


v ktorom R¹ znamená alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, R² znamená alkoxy, N-alkylamido, N,N-dialkylamido, kde alkyl vždy obsahuje 1 až 4 atómy uhlíka, fenyl, 2-alkoxyetoxy s 1 až 4 atómami uhlíka v alkoxy skupine, 2-chlóretoxy.

Súčasne sa zisťuje spôsob prípravy zlúčenín všeobecného vzorca V reakciou zlúčeniny vzorca VI



s esterom kyseliny chlórthiofosforečnej všeobecného vzorca VII



v ktorom R¹ a R² majú už uvedený význam v prostredí organického riedidla, ako je acetón, metyletylketón, dioxan, butylacetát, dimetylformamid a podobne, pri teplote 25 až 100 °C.

Nasledujúce príklady bližšie osvetľujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1 0,0-dimetyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

K 12 g N-hydroxy-3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimidu (0,06 mólu) v 80 ml dimetylformamidu a 8,6 g uhličitanu draselného (0,06 mólu) sa za miešania pridalo 9,6 g 0,0-dimetylchlórthiofosfátu (0,06 mólu), reakčná zmes sa miešala 2 h, pri 25 °C

a 2 h pri 70–80 °C. Po ochladnutí sa reakčná zmes vyliala do ľadovej vody a dôkladne sa premiešala. Vylúčená žltá kryštalická látka sa oddelila filtráciou, surový produkt sa prečistil prekryštalizáciou, t.t. = 123–125 °C.

Analýza pre

CC₈H₁₀NO₅PS₃ Vyp.: 9,46 % P 29,39 % S
(m.h. = 327,24) Zist.: 8,98 % P 28,91 % S

Štruktúra zlúčeniny bola potvrdená IČ spektroskopiou.

IČ spektrá v chloroforme:

$\nu_{\text{as}}(\text{C}=\text{O})$ 1 754 cm⁻¹
 $\nu_{\text{s}}(\text{C}=\text{O})$ 1 804 cm⁻¹
 $\nu(\text{P}=\text{S})$ 658 cm⁻¹

Podobným postupom boli pripravené zlúčeniny:

0,0-dietyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 88–90 °C

Analýza pre

C₁₀H₁₄NO₅PS₃ Vyp.: 8,72 % P 27,07 % S
(m.h. = 355,30) Zist.: 8,62 % P 27,28 % S

Štruktúra zlúčeniny bola potvrdená IČ spektroskopiou.

IČ spektrá v chloroforme:

$\nu_{\text{a}}(\text{C}=\text{O})$ 1756 cm⁻¹
 $\nu_{\text{s}}(\text{C}=\text{O})$ 1805 cm⁻¹
 $\nu(\text{P}=\text{S})$ 656 cm⁻¹

0-etyl-0-izopropyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 49–51 °C

Analýza pre

C₁₁H₁₆NO₅PS₃ Vyp.: 8,38 % P 26,05 % S
(m.h. = 369,37) Zist.: 8,02 % P 25,92 % S

0-izopropyl-0-metyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 60–63 °C

Analýza pre C₁₀H₁₄NO₅PS₃ Vyp.: 8,72 % P 27,07 % S

(m.h. = 355,37) Zist.: 8,53 % P 27,36 % S

0-etyl-0-metyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 100–101 °C

Analýza pre

C₉H₁₂NO₅PS₃ Vyp.: 9,05 % P 28,20 % S
(m.h. = 341,30) Zist.: 8,97 % P 28,42 % S

0-etyl-N,N-dimetylamido-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

Analýza pre C₁₀H₁₅N₂O₄PS₃ Vyp.: 8,75 % P 27,15 % S

(m.h. = 354,26) Zist.: 9,01 % P 27,46 % S

0-etyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)fenyltiofosfonát

t.t. 113–116 °C

Analýza pre

C₁₄N₁₄NO₄PS₃ Vyp.: 8,00 % P 24,82 % S
(m.h. = 387,30) Zist.: 8,14 % P 24,89 % S

0-etyl-N-izopropylamido-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 73–75 °C

Analýza pre

C₁₁H₁₇N₂O₄PS₃ Vyp.: 8,41 % P 26,09 % S
(m.h. = 368,27) Zist.: 8,60 % P 26,22 % S

0-etyl-0-(2-metoxetyl)-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid)tiofosfát

t.t. = 36–39 °C

Analýza pre

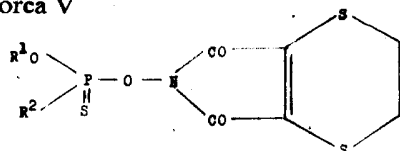
$C_{11}H_{16}NO_6PS_3$ Vyp.: 8,04 % P 24,95 % S
(m.h. = 385,35) Zist.: 8,11 % P 25,12 % S

V nasledujúcej tabuľke sú výsledky biologických testov

Zlúčenina	Konc. úč. látky	% účinnosti	
		A. fa- bae	T. ur- ticae
0,0-dimetyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	100	—
0,0-dietyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	100	—
0-etyl-0-izopropyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	100	—
0-izopropyl-0-metyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	100	—
0-etyl-0-metyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	100	—
0-etyl-N,N-dimetylamido-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) tiofosfát	0,1	—	100
0-etyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid) fenyltiofosfonát	0,1	—	100
0-etyl-0-(3,6-ditiin-3,4,5,6-tetrahydroftalimid (N-izopropylamidotiofosfát)	0,1	—	100
(-0-2-metoxetyl) tiofosfát	0,1	100	—
0,0-dimetyl-0-(3-metyl-4-nitrofenyl) tiofosfát (fenitrotion) štandard	0,1	100	100

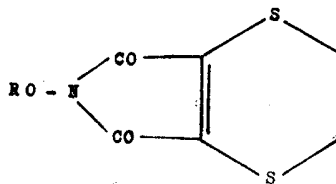
PREDMET VYNÁLEZU

1. Nové estery kyseliny tiofosforečnej všeobecného vzorca V

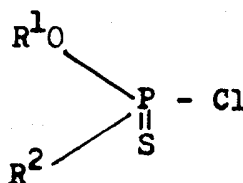


v ktorom R^1 znamená alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, R^2 znamená alkoxy, N-alkylamido, N,N-dialkylamido, kde alkyl vždy obsahuje 1 až 4 atómy uhlíka, fenyl, 2-alkoxetoxy s 1 až 4 atómami uhlíka v alkoxy skupine.

2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa nechá reagovať zlúčenina vzorca VI



s esterom kyseliny chlortiofosforečnej všeobecného vzorca VII



v ktorom R^1 a R^2 majú už uvedený význam
v prostredí organického riedidla, ako je acetón,

metyletylketón, butylacetát, dimetylformamid, pri
teplote 25 až 100 °C.