



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

224 216

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 10 05 82

(21) PV 3344-82

(51) Int. Cl.³ C 07 F 9/24

(40) Zveřejněné 25 03 83

(45) Vydané 01 09 84

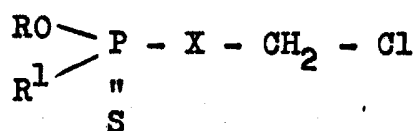
(75)

Autor vynálezu KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc., BRATISLAVA
WOLFŠHÖRNDLOVÁ JOSEFÍNA ing. PEZINOK

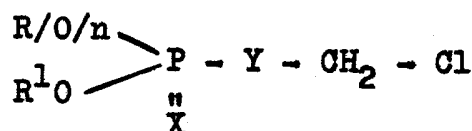
(54) O-alkyl-S-chlórmetyl-N-alkylamidotiofosfáty a způsob ich přípravy

Vynález sa týka O-alkyl-S-chlórmetyl-N-alkylamidotiofosfátov a spôsobu ich prípravy.

Z literatúry sú známe S-chlórmetylestery O,O-dialkyltio-
ditiofosforečnej kyseliny /I/ aj S-chlórmetylestery O-alkyl-
tio/ditio/-alkylfosfónovej kyseliny /II/



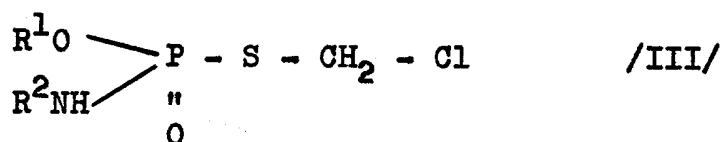
/I/



/II/

ako pôdne insekticídy /US pat. 3,896.219, NSR pat. 1,015.794/
z ktorých sa v praxi používa O,O-dietyl-S-chlórmetylditiofos-
fát /Švajč.pat. 536.070/.

Teraz sa zistili S-chlórmetyl-O-alkyl-N-alkylamidotiofos-
fáty všeobecného vzorca III



/III/

v ktorom R^1 a R^2 znamená rovnaký alebo rôzny alkyl s 1 až 4
atómami uhlíka. Uvedené zlúčeniny sú účinné ako insekticídy
a akaricídy.

Súčasne bol zistený spôsob prípravy zlúčenín všeobecného vzor-
ca /III/ reakciou brómchlórmetánu so soľou O-alkyl-N-alkylamido-
tiofosforečnej kyseliny všeobecného vzorca IV,



/IV/

v ktorom R^1 a R^2 majú už uvedený význam, M znamená sodík, draslík,
alebo amónium v prostredí organického riedidla, alebo v zmesi

224 218

organického riedidla s vodou, s výhodou za prítomnosti katalyzátora ako je trietylbenzylamóniumchlorid, tetrabutylamóniumbromid, tetraetylamóniumbromid a podobne pri teplote 40 až 100 °C.

P r í k l a d 1

K 20,5 g sodnej soli O-etyl-N-izopropylamidotiofosforečnej kyseliny /0,1 mólu/ v 100 ml acetonitrilu sa pridalo 25,8 g brómchlórmetánu /0,2 mólu/ a reakčná zmes sa miešala pri refluxe 4 hodiny. Vylúčený bromid sodný sa oddelil filtráciou, z filtrátu sa za zníženého tlaku oddestiloval acetonitril, zvyšok 21,8 g sa prečistil kryštalizáciou z hexánu. Získala sa biela kryštalická látka s t.t. = 42-43°C

Analýza pre $C_6H_{15}ClNO_2PS$ Vyp.: 13,37%P 15,30%Cl 6,05%N 13,84%S
/m.h.: 231,66/ Zist.: 13,52%P 15,28%Cl 6,11%N 13,96%S

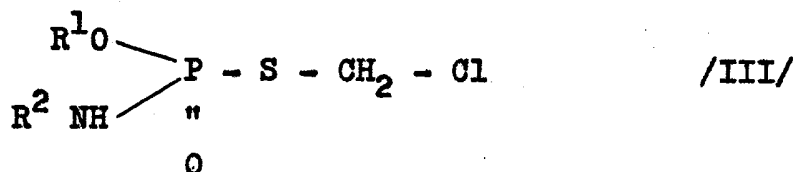
Štruktúra zlúčeniny bola potvrdená IČ spektrami

IČ v CCl_4 :
 $\vee$ /N-H/ : 3400 a 3193 cm^{-1}
 $\vee$ /P=O/ : 1239 a 1216 cm^{-1}
 $\vee$ /PO-C/ : 1027 cm^{-1}
 $\vee$ /P-OC/ : 955 cm^{-1}
 $\vee$ /P-N/ : 891 cm^{-1}
 $\vee$ /P-SC/ : 577 a 541 cm^{-1}

P r í k l a d 2

K 25,8 g brómchlórmetánu /0,2 mólu/ v 60 ml toluénu sa za miešania pri 70 °C počas 20 minút pridával roztok pozostávajúci z 22,1 g draselnej soli O-etyl-N-izopropylamidotiofosforečnej kyseliny /0,1 mólu/, 1,1g trietylbenzylamóniumchloridu /0,005 mólu/ a 50 ml vody. Po pridaní sa reakčná zmes miešala pri refluxe ešte 1 hodinu. Po ochladení sa oddelila vodná vrstva od toluénovej vrstvy z ktorej sa oddestiloval za zníženého tlaku toluén. Destilačný zvyšok 21,6 g sa prečistil kryštalizáciou z heptánu. Získala sa biela kryštalická látka s t.t. = 42-43°C

- 1/ O-alkyl-S-chlórmetyl-N-alkylamidotiofosfáty všeobecného vzorca III



v ktorom R^1 a R^2 znamenajú rovnaký alebo rôzny alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka.

- 2/ Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že reaguje brómchlórmetán so soľou O-alkyl-N-alkylamidotiofosforečnej kyseliny všeobecného vzorca IV



v ktorom R^1 a R^2 majú už uvedený význam, M znamená sodík, draslík alebo amónium v prostredí organického riedidla alebo v zmesi organického riedidla s vodou pri teplote 40 až 100 °C.

- 3/ Spôsob prípravy podľa bodu 2 vyznačujúci sa tým, že reakcia sa uskutočňuje za prítomnosti katalyzátora zo skupiny kvartérnych amóniových solí.