



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

211 804

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

A 01 N 57/10

(22) Prihlásené 23 06 71
(21) PV 4646-71

(40) Zverejnené 15 06 73

(45) Vydané 31 10 83

{75}

Autor vynálezu

LEXA Vladimír, Ing., Bratislava, FIALA Ľubomír, Pezinok,
TRUCHLIK Štefan, Ing. CSc., SEIDLER Ľudovít,
VRZGULA Dionýz, Ing., Bratislava

{54} Spôsob prípravy insekticídne účinného 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu

1

Vynález sa týka spôsobu výroby insekticídne účinného 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu v polárnom prostredí presne určenom.

Doteraz je známe pripravovať 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfát podľa čs. pat. 89 124, NSR pat. 1 166 790 a USA pat. 3 091 565, ako aj čistiť podľa čs. patentu 129 591. Pri uvedených spôsoboch výroby vznikajú však S-metylizoméry, ktoré sú samy nežiaducimi zložkami finálneho produktu a navyše pôsobia katalyticky na rozklad 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu na svoje zložky.

Teraz bol nájdený spôsob výroby insekticídne účinného 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu reakciou 0,0-dimetylchlórtiofosfátu s alkalickou soľou 3-metyl-4-nitrofenolu alebo s 3-metyl-4-nitrofenolom za prítomnosti činidiel viažúcich kyseliny vo vodnom prostredí a následným odstránením nečistôt destiláciou vodnou parou tak, že sa do reakčného prostredia pridá na 100 dielov alkalickéj soli 3-metyl-4-nitrofenolu 7—15 dielov dielov vody, ktorá sa nechá recyklovať 1—2 hodiny pri teplote 80—90 °C, načo sa voda z reakčného prostredia azeotropicky oddelí za použitia xylénu, toluénu, chlórbenzénu a pod. a zmes sa nechá do-reagovať počas 1—2 hodín pri teplote 85—100 °C. Týmto sa zamedzí tvorbe nežiadúcich izomérov, nakoľko tieto v dôsledku svojej lability vo vytvorenom polárnom prostredí sa štiepia na svoje zložky a na druhej strane pri nedodržaní presne definovaných podmie-

2

nok kondenzácie, napr. predávkovaním vody, prebehne hydrolýza samotného žiadaného produktu.

Uvedený spôsob zabezpečuje, že kondenzácia prebieha čiastočne v polárnom, ale dobre definovanom prostredí, ktoré umožňuje polarizáciu dávkovaných zložiek, najmä sodnej soli 3-metyl-4-nitrofenolu, čo sa prejavuje najmä v podstatne vyšších výťažkoch pri kondenzácii účinnej látky, ale aj v skrátenej reakčnej dobe a v podstatne vyššej čistote konečného produktu. Uvedenou metódou dosahuje sa čistota 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu minimálne 96 % stanovená spektrofotometrickým meraním, kým pri doterajších spôsoboch výroby 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu stanovovala sa čistota produktu elementárnou analýzou, pričom do finálneho produktu sa zahrnovali aj nežiaduce medziprodukty pri týchto spôsoboch vznikajúce, napr. S-metylizomér, príp. iné.

Uvedené príklady osvetľujú, ale nijako neobmedzujú predmet vynálezu:

Príklad 1

Reakčná zmes 26 kg toluénu 3,15 kg sodnej soli 3-metyl-4-nitrofenolu, 0,76 kg uhlíčanu draselného a 0,25 kg vody sa vyhriala na teplotu 80 °C, pridalo sa 2,9 kg 0,0-dimetylchlórtiofosfátu, pri ktorej teplote sa zmes za recyklácie udržiavala 120 minút. Po tomto čase sa recirkulácia vody s toluénom do reakčného prostredia odstavila, teplota

reakčného prostredia zvýšila na 90 °C, voda s z reakčného prostredia azeotropicky odstránila a zmes po 2 hodinách doreagovala. Získal sa 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfát v 86 % výťažku pri 99 % čistote produktu stanovenej spektrofotometricky.

Príklad 2

Postupovalo sa ko v príklade 1, avšak

množstvo dodanej vody bolo 0,48 kg, reakč-recyklácia udržiavala 60 minút. Po tomto čase sa recirkulácia vody odstavila, teplota reakčného prostredia zvýšila na 95—98 °C, ná zmes sa vyhriala na 90 °C, pri ktorej sa voda sa z reakčného prostredia odstránila a zmes po 90 min. doreagovala. Získaný produkt mal čistotu 97 % a výťažok bol 88 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy insekticídne účinného 0,0-dimetyl-0(3-metyl-4-nitrofenyl)-tiofosfátu reakciou 0,0-dimetylchlortiofosfátu s alkalic-kou soľou 3-metyl-4-nitrofenolu alebo s 3-metyl-4-nitrofenolom za prítomnosti činidiel viažúcich kyseliny vo vodnom prostredí a následným odstránením nečistôt destiláciou vodnou parou, vyznačujúci sa tým, že sa

do reakčného prostredia pridá na 100 dielov alkalickej soli 3-metyl-4-nitrofenolu 7—15 dielov vody, ktorá sa nechá recyklovať 1—2 hodiny pri teplote 80—90 °C, načo sa voda z reakčného prostredia azeotropicky oddelí za použitia xylénu, toluénu, chlórbenzénu a pod. a zmes sa nechá doreagovať počas 1—2 hodín pri teplote 85—100 °C.