

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49524

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.VIII.1961 (P 97 211)

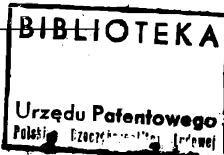
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 16.VIII.1965

Kl. 12 p, 10

MKP C 07

UKD



Współtwórcy wynalazku: Romuald Malinowski, Wiesław Adamczyk

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania nowych pochodnych sym-triazyny o właściwościach owadobójczych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych pochodnych sym-triazyny o właściwościach owadobójczych. Znany jest sposób wytwarzania (opis patentowy Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2887432) pochodnych sym.-triazyny o wzorze 1, w którym X, X₁ oznaczają chlorowiec lub resztę o wzorze 6, w którym Y oznacza grupę alkoksylową, przez reakcję chlorku cyjanuru rozpuszczonego w benzenie z solą amonową kwasu 0,0-dwuetylo-dwutiofosforowego w temperaturze pokojowej. Po zakończeniu reakcji rozpuszczalnik oddestylowuje się i w zależności od stosunku molowego reagentów otrzymuje się: 2,4-dwuchloro-6-dwuetoksydwutiofosforylo-sym-triazynę, lub 2-chloro-4,6-bis (dwuetoksy-dwutiofosforylo/-sym-triazynę, lub 2,4,6-trójk./dwuetoksy-dwutiofosforylo/sym-triazynę.

Znany jest również sposób wytwarzania (opis patentowy Niemieckiej Republiki Federalnej nr 936690) związków o ogólnych wzorach 2 i 3, w których Y oznacza grupę alkoksylową a R₁R₂ oznaczają grupy: alkilową, arylową, alkoksylową, aryloksylową, aminową, przez reakcję haloidków cyjanuru lub mono — względnie dwu-chlorowcopochodnej sym-triazyny z solami amonowymi kwasu 0,0-dwualkilo-tiofosforowego w podwyższonej temperaturze i w obecności obojętnego rozpuszczalnika, przy czym otrzymuje się produkt w postaci oleistej.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych pochodnych sym-triazyny o wzorze 4, w którym Y oznacza grupę alkoksy, R₁ oznacza

2

chlorowiec, grupę alkilową, arylową, alkoksylową, aryloksylową, aminową, resztę o wzorze 6 lub 7, w których Y ma wyżej podane znaczenie, R₂ oznacza grupę alkilową, arylową, alkoksylową, aryloksylową, aminową lub resztę o wzorze 7, w którym Y ma wyżej podane znaczenie.

Stwierdzono, że związki tego typu posiadają działanie owadobójcze, niejednokrotnie połączone z działaniem grzybobójczym.

Sposób wytwarzania pochodnych sym-triazyny według wynalazku ma tę zaletę w porównaniu ze znanymi sposobami, że pozwala stosować do przeprowadzenia reakcji również sole metali alkalicznych kwasów 0,0-dwualkilo-dwutiofosforowych i wytwarzać nowe dotychczas nieznane pochodne o działaniu owadobójczym.

Według wynalazku związki te wytwarza się działając na pochodne sym-triazyny o wzorze 5, w którym R₁ oznacza chlorowiec, resztę o wzorze 6 lub 7, w których Y ma wyżej podane znaczenie, grupę alkilową, arylową, alkoksylową, aminową, a R₂ oznacza grupę alkilową, arylową, alkoksylową, aryloksylową, aminową lub resztę o wzorze 7, w której Y ma wyżej podane znaczenie z solami metali alkalicznych lub solami amonowymi kwasów 0,0-dwu-alkilo-dwutiofosforowych.

Według wynalazku reakcję przeprowadza się w środowisku bezwodnym, w rozpuszczalnikach organicznych jak benzen, toluen, ksylen, aceton, eter, ligroina, w temperaturze do 120 °C, najko-

rzystniej w temperaturze 80—100 °C. Otrzymane tą drogą produkty reakcji są najczęściej gęstymi, niejednokrotnie żywicowatymi olejami o zabarwieniu od żółtego do wiśniowo-brązowego.

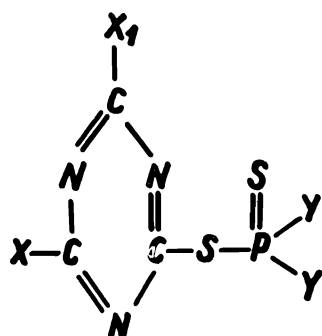
Przykład I. 31,2 g (0,075 mola 2-pięciochloro-fenoksy- 4,6-dwu-chloro- sym-triazyny zawiesza się w 300 ml bezwodnego toluenu i dodaje zawiesinę 13,5 g (0,075 mola soli sodowej kwasu 0,0-dwu-metylo-dwutiofosforowego w 50 ml toluenu. Zawartość reaktora przy silnym mieszaniu ogrzewa się w ciągu 3 godzin w temperaturze 80 °C. Po ochłodzeniu przemywa się kolejno 50 ml 3%-ego wodnego roztworu NaHCO_3 i następnie 50 ml wody oddzielając każdorazowo warstwę wodną w rozdzielaczu. Po osuszeniu za pomocą 40 g Na_2SO_4 odkwaszonego roztworu toluenowego, oddestylowuje się pod próżnią toluen i uzyskuje 26 g żywicowatej masy o barwie żółto-brązowej i wzorze 4, w którym R_1 oznacza chlor, R_2 oznacza grupę pięciochloro-fenoksyłową a Y oznacza metoksyłową.

Przykład II. 18 g (0,1 mola 2-metoksy -4,6-dwuchloro-sym-triazyny i 37 g) około 0,2 mola soli amonowej kwasu 0,0-dwumetylo-dwutiofosforowego zawiesza się w 350 ml bezwodnego toluenu. Całość miesza się przez 30 minut w temperaturze pokojowej, a następnie wolno podnosi temperaturę do około 105 °C i utrzymuje ją przez 3 godziny, przy równoczesnym mieszaniu zawartości reaktora. Po ochłodzeniu roztwór toluenowy przemywa się kolejno 50 ml wody, 50 ml 3% wodnego

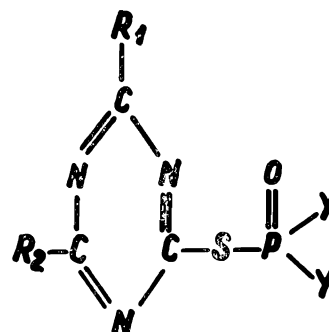
roztworu NaHCO_3 , i ponownie 50 ml wody. Po oddzieleniu warstwy wodnej, roztwór toluenowy suszy się 40 g Na_2SO_4 a toluen oddestylowuje pod próżnią uzyskując 25 g oleju barwy żółto-brązowej o wzorze 4, w którym R_1 i Y oznaczają grupy metoksyłowe a R_2 oznacza resztę o wzorze 6, w którym Y oznacza grupę metoksyłową.

Zastrzeżenie patentowe

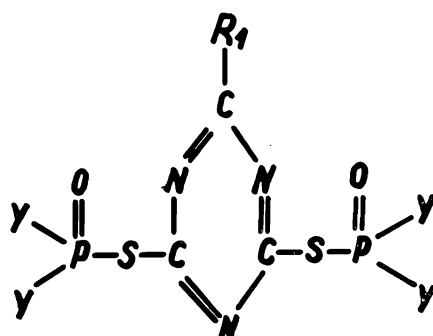
Sposób wytwarzania nowych pochodnych sym-triazyny o właściwościach owadobójczych o ogólnym wzorze 4, w którym Y oznacza grupę alkoksyłową, R_1 oznacza chlorowiec, grupę alkilową, aryłową, alkoksyłową, aryloksyłową, aminową, resztę o wzorze 6 lub 7, w której Y ma wyżej podane znaczenie, a R_2 oznacza grupę alkilową, aryłową, alkoksyłową, aryloksyłową, aminową lub resztę o wzorze 7, w którym Y ma wyżej podane znaczenie, przez reakcję soli metali alkalicznych lub soli amonowych kwasów 0,0-dwualkilo-dwutiofosforowych z pochodnymi sym-triazyny, **znamienny tym**, że na związek o wzorze 5, w którym R_1 i R_2 mają wyżej podane znaczenie działa się solami metali alkalicznych lub solami amonowymi kwasów 0,0-dwualkilo-dwutiofosforowych w środowisku bezwodnych rozpuszczalników organicznych jak benzen, toluen, ksylen, aceton, eter, ligroina, w temperaturze do 120 °C najkorzystniej w temperaturze 80—100 °C.



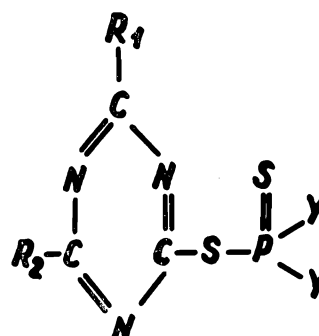
Wzór 1



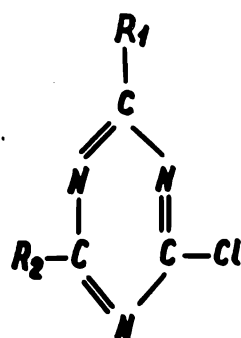
Wzór 2



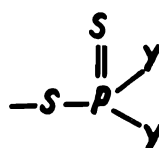
Wzór 3



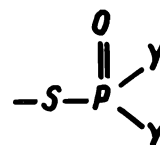
Wzór 4



Wzór 5



Wzór 6



Wzór 7