



УКРАЇНА

(19) UA (11) 21485 (13) A

(51)6 A 01 N 57/10; C 07 F 9/165

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВО

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

Без проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23 XII 1993 р

Публікується
в редакції заявника

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 0,0-ДІАЛКІЛ-S-β-БЕНЗОІЛОКСИЕТИЛТІОФОСФАТІВ

1

(21) 95125194

(22) 08.12.95

(24) 16.12.97

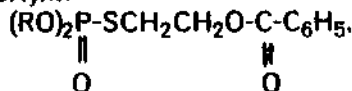
(46) 30.04.98. Бюл. № 2

(47) 16.12.97

(72) Мельник Ярослав Гнатович, Мельник Га-
лина Федорівна

(73) Львівський державний університет
ім. І. Франка

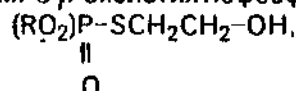
(57) 1. Спосіб одержання 0,0-диалкіл-S-β-
бензоїлоксиетилтіофосфатів загальної
формули



де R – алкіл.

2

який відрізняється тим, що 0,0-ди-
алкіл-S-β-оксиетилтіофосфати формули

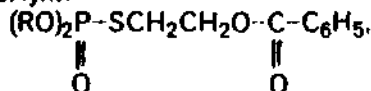


де R – алкіл,

вводять у взаємодію з хлористим бензоїлом
у присутності органічної основи в
середовищі органічного розчинника з по-
дальшим виділенням цільового продукту
відомими методами.

2. Спосіб за п.1, який відрізняєть-
ся тим, що процес проводять при тем-
пературі 18–20°C.

Винахід відноситься до хімічної
промисловості і може бути використаним
для одержання нового типу сполук загальної
формули



де R – алкіл,

які можуть бути використані як пестицидні
препарати.

Відомо, що ефіри ароматичних
карбонових кислот знаходять використання
як фунгіциди, антисептики і репеленти.
Знайшли використання як пестицидні
препарати органічні похідні тіофосфорної

кислоти [Мельников Н.Н. Химия и техноло-
гия пестицидов. М., Химия, 1974].

Особливо ефективними виявились ефіри
тіофосфорної кислоти, які містять в β-поло-
женні 0- або S-алкільного радикалу
електроноакцепторні групи, а тому розробка
нових і удосконалення існуючих методів
одержання аналогів цих сполук викликає
значний теоретичний і практичний інтерес.

Найбільш близьким за технічною суттю
до запропонованого способу є спосіб
одержання Метилацетофосу і Ацетофосу (які
є структурними аналогами 0,0-диалкіл-S-β-
бензоїлоксиетилтіофосфатів і знаходять
практичне використання як інсектициди
контактної дії) який полягає в алкілюванні

(19) UA (11) 21485 (13) A

солей 0,0-диалкілтіофосфорних кислот етиловим ефіром хлороцтової кислоти [Мельников Н.Н. Химия и технология пестицидов. М., Химия. 1974, с. 510]. Цей метод є прототипом пропонованого нами способу.

Суттєвими недоліками прототипу є:

ним неможливо одержати похідні тіофосфорної кислоти, які б містили складно-ефірну групу в β -положенні S-алкільного радикалу;

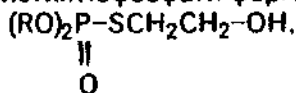
реакція супроводиться побічними процесами, що приводить до одержання цільових продуктів з невисокими виходами (70%);

взаємодію реагентів проводять в бензольному розчині при кип'ятінні протягом тривалого часу, що вимагає великих затрат теплоенергії;

цільові продукти (структурні аналоги) є нестабільними.

В основу винаходу покладено завдання розробити такий спосіб одержання органічних похідних тіофосфорної кислоти, які б містили складно-ефірну групу розташовану в β -положенні S-алкільного радикалу і позбавленого недоліків прототипу. Поеднання в молекулах сполук, одержаних пропонованим способом, складно-ефірних груп тіофосфорної і бензойної кислот, які знаходяться одна по відношенні до іншої в β -положенні, безсумнівно позитивно вплине на їх біологічну активність.

Поставлене завдання досягається тим, що для одержання 0,0-диалкіл-S- β -бензоїлоксиетилтіофосфатів, 0,0-диалкіл-S- β -оксиетилтіофосфати формули



де R – алкіл,

вводять у взаємодію з хлорангідридом бензойної кислоти, що є суттєвою прикметою, відмінною від прототипу. Процес проводять в ефірному розчині у присутності органічної основи при кімнатній температурі, цільові продукти виділяють відомими методами.

Хроматографічним аналізом встановлено, що реакція практично не супроводиться утворенням побічних продуктів, а приводить до утворення цільових продуктів з кількісним виходом. Для технічних цілей утворені продукти можуть бути використані безпосередньо після фільтрування реакційної суміші і відгонки розчинника без подальшого їх очищення

Спосіб відрізняється простотою, доступністю вихідних сполук, високими виходами і стабільністю цільових продуктів і його можна легко здійснити в промислових умовах.

Будова одержаних продуктів доведена хімічними перетвореннями, спектральними методами, склад – елементним аналізом, а їх індивідуальність – хроматографією.

5 Приклад 1. Одержання 0,0-диетил-S- β -бензоїлоксиетилтіофосфату.

До 4,28 г (0,02 моль) 0,0-диетил-S- β -оксиетилтіофосфату і 2,02 г (0,02 моль) триетиламіну розчинених в 10 мл ефіру при перемішуванні і кімнатній температурі краплями додають 2,80 г (0,02 моль) хлористого бензоїлу в 5 мл ефіру. Реакційну суміш залишають на 3 год. і фільтрують. Після відгонки із фільтрату розчинника продукт переганяють у вакуумі при 95°C/2х 10⁻² мм рт.ст.

Одержують 5,59 г (88%) цільового продукту. d₄²⁰ 1,1876; n_D²⁰ 1,5232 (для сирого, неперегананого продукту d₄²⁰ 1,1902; n_D²⁰ 1,5248); MR_D знайдено 81,91; обчислено 81,00.

Знайдено, %: P 9,79, 9,72; S 10,15, 9,85.

C₁₃H₁₉O₅PS.

Обчислено, %: P 9,73; S 10,07.

25 Приклад 2. Одержання 0,0-диізопропіл-S- β -бензоїлоксиетилтіофосфату.

До 4,84 г (0,02 моль) 0,0-диізопропіл-S- β -оксиетилтіофосфату і 2,02 г (0,02 моль) триетиламіну розчинених в 10 мл ефіру при перемішуванні і кімнатній температурі краплями додають 2,80 ~ (0,02 моль) хлористого бензоїлу в 5 мл ефіру. Реакційну суміш залишають на 3 год і фільтрують. Після відгонки розчинника із фільтрату, продукт переганяють у вакуумі при 108°C / 2 · 10⁻² мм рт.ст.

Одержують 5,95 г (86%) продукту. d₄²⁰ 1,1222 ; n_D²⁰ 1,4980 (для сирого, неперегананого продукту d₄²⁰ 1,1248 ; n_D²⁰ 1,5015); MR_D знайдено 90,48; обчислено 89,80.

Знайдено, %: P 8,76, 8,84; S 9,12, 9,02.

C₁₅H₂₃O₅PS.

Обчислено, %: P 8,94, S 9,26.

45 Техніко-економічні переваги пропонованого способу одержання нового типу органічних похідних тіофосфорної кислоти полягають в його простоті, доступності вихідних сполук, високими виходами цільових продуктів та мінімальними затратами теплоенергії.

Пошук і розробка способів одержання нових пестицидних препаратів обумовлений необхідністю в розширенні арсеналу цих сполук, що необхідно для їх чергування при використанні з метою запобігання розвитку стійкості у шкідників сільськогосподарських культур до того чи іншого препарату.

21485

Упорядник	Техред М.Келемеш	Коректор О. Кравцова
Замовлення 4439	Тираж	Підписне
	Державне патентне відомство України, 254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8	

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

