

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 522 276**

51 Int. Cl.:

C07F 9/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.12.2009 E 09835073 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.10.2014 EP 2383274**

54 Título: **Proceso para la producción de fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado**

30 Prioridad:

22.12.2008 JP 2008325295
31.07.2009 JP 2009179000

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.11.2014

73 Titular/es:

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(100.0%)
27-1, Shinkawa 2-chome Chuo-ku
Tokyo 104-8260, JP

72 Inventor/es:

YAMAUCHI, EIJI y
WAKITA, RYUHEI

74 Agente/Representante:

CAMPELLO ESTEBARANZ, Reyes

ES 2 522 276 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un proceso para producir un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado.

10 Técnica antecedente

El fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo (en lo sucesivo en el presente documento este compuesto se denomina como "fosforotioato") es un compuesto útil como un fungicida para el terreno.

15 Se sabe que el fosforotioato se obtiene, por ejemplo, haciendo reaccionar 2,6-dicloro-4-metilfenol y clorofosforotioato de O,O-dimetilo en presencia de cloruro de cobre en una solución acuosa alcalina (véase la Publicación de Solicitud de Patente Japonesa Pendiente de Examen N° 55-17324).

Divulgación de la invención

20

La presente invención sirve para proporcionar un proceso novedoso para producir fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado.

La presente solicitud se refiere a la siguiente invención.

25

[1] Un proceso para producir un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado, comprendiendo el proceso:

30

la primera etapa de poner en contacto un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto con un ácido; y

la segunda etapa de recuperar el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado de la mezcla obtenida en la primera etapa.

35

[2] El proceso de producción de acuerdo con el punto [1], en el que el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto contiene un disolvente de hidrocarburo aromático.

[3] El proceso de producción de acuerdo con el punto [1], en el que el ácido es un ácido inorgánico.

[4] El proceso de producción de acuerdo con el punto [1], en el que la primera etapa se realiza mezclando un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto que contiene un disolvente de hidrocarburo aromático con una solución acuosa de un ácido inorgánico.

40

[5] El proceso de producción de acuerdo con el punto [1], en el que el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto se obtiene poniendo en contacto 2,6-dicloro-4-metilfenol con clorofosforotioato de O,O-dimetilo en un disolvente en presencia de cloruro de cobre.

Modo para realizar la invención

45

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá en detalle.

En la presente invención, el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto (en lo sucesivo en el presente documento se denomina como "fosforotioato en bruto") es una mezcla que contiene fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo (en lo sucesivo en el presente documento este compuesto se denomina como "fosforotioato") y una o más impurezas.

50

Los ejemplos de las impurezas incluyen subproductos producidos durante la fabricación de fosforotioato, impurezas en las materias primas, y las materias primas auxiliares usadas para la fabricación. El contenido de al menos una impureza en fosforotioato en bruto es aproximadamente 100 ppm o más.

55

El fosforotioato en bruto puede estar en cualquier forma de un polvo, un cristal y una solución, pero se prefiere una solución. Cuando el fosforotioato en bruto está en forma de una solución, la segunda etapa puede realizarse mediante operaciones fáciles como se describe a continuación.

Cuando el fosforotioato en bruto está en forma de una solución, generalmente contiene un disolvente orgánico hidrófobo en forma de un disolvente.

5 Los ejemplos del disolvente orgánico hidrófobo incluyen disolventes hidrocarburo aromáticos, tales como tolueno y xileno; disolventes hidrocarburo alifáticos, tales como hexano y heptano; disolventes de éter, tales como éter dietílico y metil terc-butil éter; disolventes hidrocarburo halogenados, tales como diclorometano, diclorobenceno y clorobenceno; y disolventes de cetona, tal como metil isobutil cetona.

10 Cuando el fosforotioato en bruto está en forma de una solución, contiene preferiblemente un hidrocarburo aromático, y más preferiblemente tolueno. Cuando el fosforotioato en bruto contiene un hidrocarburo aromático, cada operación puede realizarse más fácilmente.

El fosforotioato en bruto puede obtenerse mediante procesos convencionales, por ejemplo, mediante condensación
15 2,6-dicloro-4-metilfenol y clorofosforotioato de O,O-dimetilo en un disolvente en presencia de cloruro de cobre.

El fosforotioato en bruto puede estar en forma de una solución de un producto de reacción obtenido por una reacción sintética de fosforotioato; en forma de un cristal o un polvo recuperados de la solución del producto de reacción; y un producto resultante obtenido por un tratamiento posterior, tal como concentración, de la solución del producto de
20 reacción. Tal tratamiento posterior se realiza preferiblemente a un intervalo de temperatura en el que el fosforotioato no se degrada, por ejemplo, un intervalo de 40 °C a 60 °C.

En la presente invención, un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado (en lo sucesivo en el presente documento se denomina como "fosforotioato purificado") está en forma de un polvo, un cristal o una
25 solución de fosforotioato obtenidos por el proceso de producción de la presente invención.

El proceso para producir un fosforotioato purificado de la presente invención incluye la primera etapa de poner en contacto el fosforotioato en bruto con un ácido.

30 En la primera etapa, puede usarse uno o más ácidos.

El ácido puede ser cualquiera de un ácido inorgánico y un ácido orgánico. Pero se prefiere un ácido inorgánico ya que el tratamiento de agua descargada producida en la segunda etapa es fácil.

35 Los ejemplos del ácido inorgánico incluyen HCl, H₂SO₄ y ácido fosfórico, y se prefiere HCl.

Los ejemplos del ácido orgánico incluyen ácido acético.

El ácido puede ser cualquiera de una solución acuosa de ácido y un ácido sólido.
40

De forma análoga a la solución acuosa de ácido, se prefieren aquellos cuyos ácidos que se han ejemplificado anteriormente se disuelven en agua.

Cuando el ácido es una solución acuosa de ácido, la concentración de ácido es preferiblemente del 0,1 al 10% en
45 peso, y más preferiblemente del 0,1 al 3,5% en peso. La solución acuosa de ácido puede contener un disolvente orgánico, siempre que el disolvente esté presente en una cantidad ligera.

Los ejemplos del ácido sólido incluyen una resina de intercambio de cationes. Los ejemplos de la resina de intercambio catiónico incluyen una que tiene un grupo de ácido, tal como ácido sulfónico o ácido fosfórico como un
50 grupo de intercambio y que tiene una resina, tal como un copolímero de estireno/divinilbenceno como un vehículo.

El ácido sólido puede ser cualquiera de un ácido sólido orgánico y un ácido sólido inorgánico.

En la primera etapa, la cantidad del ácido que se va a usar puede ajustarse apropiadamente considerando la
55 cantidad de fosforotioato en bruto y agua descargada producida en cada etapa y similares.

El contacto de fosforotioato en bruto con un ácido puede realizarse, por ejemplo, mediante las operaciones de los siguientes puntos (1) y (2):

- (1) mezcla de fosforotioato en bruto con una solución acuosa de ácido; y
- (2) mezcla de fosforotioato en bruto con un ácido sólido.

En la operación (1), cuando el fosforotioato en bruto está en forma de una solución, la cantidad de una solución
5 acuosa de ácido que se va a usar es preferiblemente 0,1 partes en peso o más, más preferiblemente de 0,1 a 1
parte en peso, y aún más preferiblemente de 0,1 a 0,5 partes en peso por 1 parte en peso de fosforotioato en bruto,
ya que la operación de contacto es fácil.

En la operación (1), cuando el fosforotioato en bruto es un polvo o un cristal, la cantidad de una solución acuosa de
10 ácido que se va a usar es preferiblemente 1 parte en peso o más, y más preferiblemente de 1 a 10 partes en peso
por 1 parte en peso de fosforotioato en bruto, ya que la operación de contacto es fácil.

Los ejemplos de la operación (1) incluyen una operación de mezcla, con una solución acuosa de un ácido
inorgánico, un fosforotioato en bruto que contiene un disolvente de hidrocarburo aromático; y una operación de
15 añadir fosforotioato en bruto, que está en forma de un polvo o un cristal, a una solución acuosa de ácido y después
agitarlos.

El tiempo de operación del punto (1) anterior puede ajustarse considerando la cantidad y tipos de fosforotioato en
bruto y una solución acuosa de ácido, un agitador que se va a usar y similares. El tiempo de operación del punto (1)
20 anterior es preferiblemente de 15 a 60 minutos.

En la operación (2), cuando el fosforotioato en bruto está en forma de una solución, la cantidad de un ácido sólido
que se va a usar es preferiblemente de 0,1 a 1 parte en peso, y más preferiblemente de 0,1 a 0,3 partes en peso por
25 1 parte en peso de fosforotioato en bruto, ya que la recuperación del ácido sólido es fácil.

En la operación (2), cuando el fosforotioato en bruto está en forma de un polvo o un cristal, se prefiere que el
contacto se realice en presencia de un disolvente mixto de un disolvente orgánico y un disolvente acuoso o un
disolvente orgánico, y es más preferido que el contacto se realice en presencia de un disolvente hidrocarburo
aromático. En la operación (2), cuando el fosforotioato en bruto, que está en forma de un polvo o un cristal, se pone
30 en contacto en presencia del disolvente mixto o un disolvente orgánico, estos se mezclan preferiblemente para
ajustar el contenido del fosforotioato en bruto de 0,1 a 1 parte en peso por 1 parte en peso del disolvente. En la
operación (2), cuando el fosforotioato en bruto está en forma de un polvo o un cristal, la cantidad de un ácido sólido
que se va a usar es preferiblemente de 0,1 a 1 parte en peso, y más preferiblemente de 0,1 a 0,3 partes en peso por
35 1 parte en peso de fosforotioato en bruto, ya que la recuperación del ácido sólido es fácil.

Los ejemplos de la operación (2) incluyen una operación de añadir un ácido sólido a fosforotioato en bruto disuelto
en un disolvente orgánico y después agitarlos, y un procedimiento de pasar fosforotioato en bruto disuelto en un
disolvente orgánico a través de una columna cargada con un ácido sólido.

El tiempo de operación del punto (2) anterior puede ajustarse considerando la cantidad y tipos de fosforotioato en
bruto y un ácido sólido, un agitador que se va a usar y similares.

El contacto de fosforotioato en bruto con un ácido puede realizarse dentro de un intervalo de temperatura, que no
conduce a la degradación de fosforotioato, evaporación de un disolvente, y similares. La temperatura del contacto es
45 preferiblemente de 0 °C a 90 °C, y más preferiblemente de 40 °C a 60 °C.

Como la primera etapa, puesto que la operación es fácil, se prefiere la operación (1), es más preferida una operación
de mezcla, con una solución acuosa de un ácido inorgánico, un fosforotioato en bruto que contiene un disolvente de
hidrocarburo aromático, y es aún más preferida una operación de mezcla de un fosforotioato en bruto que contiene
50 tolueno con ácido clorhídrico.

El proceso para producir un fosforotioato purificado de la presente invención incluye la segunda etapa de recuperar
el fosforotioato purificado de la mezcla obtenida en la primera etapa.

La mezcla generalmente contiene fosforotioato y el ácido usado en la primera etapa. La mezcla puede contener un
disolvente orgánico hidrófobo y agua dependiendo de los tipos de fosforotioato en bruto y el ácido usado en la
primera etapa.

El fosforotioato purificado puede recuperarse en forma de una solución, por ejemplo, mediante una separación de

capas y una operación de separación de líquido.

La separación de capas puede realizarse dejando la mezcla obtenida en la primera etapa en reposo. La separación de capas puede realizarse después de añadir un disolvente orgánico hidrófobo y agua a la mezcla según sea necesario.

Una capa de fosforotioato purificado y una capa acuosa que contiene un ácido se forman por la separación de capas. Puede confirmarse de forma visual que se forman la capa de fosforotioato purificado y la capa acuosa. El tiempo de reposo hasta que la capa de fosforotioato purificado y la capa acuosa se separan puede determinarse también con antelación mediante un experimento preliminar.

La capa de fosforotioato purificado puede recuperarse mediante un proceso conocido, tal como una operación de separación de líquido. La separación de capas y la separación de líquido en la segunda etapa pueden realizarse de forma repetida. Cuando la separación de capas y la separación de líquido se realizan de forma repetida, en general, después de añadir más cantidad de agua a la capa recuperada mediante una operación de separación de líquido, el producto resultante se agita, se deja en reposo y el líquido se separa.

En la segunda etapa, el fosforotioato purificado también puede recuperarse realizando operaciones, tales como concentración, reprecipitación o recristalización, además de la separación de capas y la operación de separación de líquido.

El proceso para producir fosforotioato de la presente invención incluye

La etapa A de condensar 2,6-dicloro-4-metilfenol y clorofosforotioato de O,O-dimetilo en un disolvente en presencia de cloruro de cobre; La etapa B de poner en contacto la mezcla de reacción obtenida en la etapa A con un ácido; y la etapa C de recuperar el fosforotioato de la mezcla obtenida en la etapa B.

Un disolvente en la etapa A es preferiblemente un disolvente orgánico, más preferiblemente un disolvente orgánico hidrófobo, y aún más preferiblemente un disolvente hidrocarburo aromático. Como el disolvente hidrocarburo aromático, se prefiere tolueno.

En la etapa A, la cantidad de cloruro de cobre que se va a usar es preferiblemente de 0,005 a 0,02 mol por 1 mol de 2,6-dicloro-4-metilfenol.

La cantidad de 2,6-dicloro-4-metilfenol que se va a usar es preferiblemente de 1 a 1,5 mol, y más preferiblemente de 1 a 1,1 mol por mol de clorofosforotioato de O,O-dimetilo.

No obstante, la etapa A se realiza preferiblemente en presencia de una base. El cloruro ácido producido en forma de un subproducto puede neutralizarse realizando la etapa A en presencia de una base. La base es preferiblemente una base inorgánica, más preferiblemente una base que contiene un metal alcalino o un metal alcalinotérreo, y aún más preferiblemente hidróxido sódico e hidróxido potásico. La cantidad de la base que se va a usar puede seleccionarse de forma adecuada, por ejemplo, por el tipo y la escala de reacción de la base. Preferiblemente, se prepara una solución acuosa del 10 al 40% en peso de la base se prepara con antelación y después se añade a la mezcla que contiene 2,6-dicloro-4-metilfenol y clorofosforotioato de O,O-dimetilo.

La etapa A puede realizarse a una temperatura generalmente de 40 °C a 70 °C, y preferiblemente de 40 °C a 60 °C.

El fosforotioato se produce realizando la etapa A.

La mezcla de reacción obtenida en la etapa A contiene fosforotioato y un disolvente.

El ácido en la etapa B incluye los mismos ácidos que los usados en el proceso de producción de fosforotioato purificado.

El contacto de la mezcla de reacción obtenida en la etapa A con un ácido, por ejemplo, puede realizarse mediante las siguientes operaciones (I) y (II):

(I) mezcla de la mezcla de reacción con una solución acuosa de ácido; y

(II) mezcla de la mezcla de reacción con un ácido sólido.

En la operación (I), la cantidad de una solución acuosa de ácido que se va a usar es preferiblemente 0,1 partes en peso o más, más preferiblemente de 0,1 a 1 parte en peso, y aún más preferiblemente de 0,1 a 0,5 partes en peso por 1 parte en peso de la mezcla de reacción, ya que la operación de contacto es fácil.

Los ejemplos de la operación (I) incluyen una operación de mezcla de la mezcla de reacción con una solución acuosa de un ácido inorgánico.

10 El tiempo de operación del punto (I) anterior puede ajustarse considerando la cantidad y los tipos de la mezcla de reacción y una solución acuosa de ácido, un agitador que se va a usar, y similares. El tiempo de operación del punto (I) anterior es preferiblemente de 15 a 60 minutos.

En la operación (II), la cantidad de un ácido sólido que se va a usar es preferiblemente de 0,1 a 1 parte en peso, y más preferiblemente de 0,1 a 0,3 partes en peso por 1 parte en peso de la mezcla de reacción obtenida en la etapa A, ya que la recuperación del ácido sólido es fácil.

Los ejemplos de la operación (II) incluyen una operación de añadir un ácido sólido a la mezcla de reacción obtenida en la etapa A y después agitarlos, y un proceso de pasar la mezcla de reacción a través de una columna cargada con un ácido sólido.

El tiempo de operación del punto (I) anterior puede ajustarse considerando la cantidad y tipos de la mezcla de reacción y un ácido sólido, un agitador que se va a usar, y similares.

25 El contacto de la mezcla de reacción con un ácido puede realizarse dentro de un intervalo de temperatura, que no conduce a una degradación del fosforotioato, evaporación de un disolvente y similares. La temperatura del contacto es preferiblemente de 0 °C a 90 °C, y más preferiblemente de 40 °C a 60 °C.

Como la etapa B, ya que la operación es fácil, se prefiere la operación (I) y es más preferida una operación de mezcla de la mezcla de reacción obtenida en la etapa A con una solución acuosa de un ácido inorgánico.

La mezcla obtenida en la etapa B contiene generalmente fosforotioato y el ácido usado en la etapa B.

En la etapa C, el fosforotioato puede recuperarse, por ejemplo, mediante separación de capas y una operación de separación de líquido. En la etapa C, también pueden realizarse operaciones tales como concentración, reprecipitación o recristalización, además de la separación de capas y una operación de separación de líquido. Específicamente, cada operación puede realizarse por los procedimientos que se han descrito anteriormente para el proceso de producción de fosforotioato purificado de la presente invención.

40 La solución, el cristal y el polvo de fosforotioato obtenidos por cada proceso de producción de la presente invención (en lo sucesivo en el presente documento estos se denominan "fosforotioato en la presente invención") tienen una estabilidad térmica más excelente que la solución, el cristal y el polvo del fosforotioato obtenidos por un proceso de producción convencional (en lo sucesivo en el presente documento la solución, el cristal y el polvo se denominan como "fosforotioato convencional").

45 Los motivos por los que el fosforotioato en la presente invención muestra una excelente estabilidad térmica se resumen como se indica a continuación. Es decir, el fosforotioato convencional se convierte fácilmente en fosfato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,S-dimetilo (en lo sucesivo en el presente documento denominado como "forma S-metilo") por tratamiento térmico. Por otro lado, el fosforotioato en la presente invención es difícil de convertir en la forma S-metilo por tratamiento térmico. Es decir, la estructura del fosforotioato en la presente invención no se convierte ni siquiera por tratamiento térmico.

Por ejemplo, si el fosforotioato en la presente invención se calienta a una temperatura de 60 °C durante 20 horas o más, la relación aumentada de los índices de contenido de la forma S-metilo (C1/C0) es normalmente 5 o menos, cuya relación se calcula con el índice de contenido de forma S-metilo anterior al calentamiento (C0) y el de la forma S-metilo después del calentamiento (C1).

El índice de contenido de cada forma S-metilo se determina mediante cromatografía de gases.

La estructura del fosforotioato en la presente invención se convierte apenas se convierte incluso por tratamiento térmico durante la formulación y el almacenamiento a una temperatura elevada.

Ejemplos

5 En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá por medio de Ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

10 En los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos, cada índice de contenido de fosforotioato y forma S-metilo se determinó mediante un análisis por cromatografía de gases de las soluciones, que se prepararon diluyendo 0,5 g de una muestra con 10 ml de cloroformo, en las siguientes condiciones.

(Condiciones de análisis)

15 Columna: Columna capilar (vehículo: fenilmetilpolisiloxano al 5%)
Gas portador: helio

• El contenido de fosforotioato es un valor de análisis mediante el procedimiento convencional interno.
• El índice de contenido de forma S-metilo se calculó en base al espectro de la cromatografía de gases
20 mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de contenido de la forma S-metilo} = \text{Asm}/(\text{Asm} + \text{Apt})$$

25 (en la que Asm representa el valor del área del pico de la forma S-metilo, y Apt representa el valor del área del pico de fosforotioato).

Ejemplo 1

30 A fosforotioato en bruto que contenía fosforotioato y tolueno (contenido de fosforotioato: 48,2% en peso, aproximadamente 180 g) se le añadieron 42,3 g de ácido clorhídrico al 0,6% en peso seguido de su agitación durante 30 minutos. El líquido mixto resultante se separó en capas dejándose en reposo, y la capa acuosa formada se eliminó para obtener fosforotioato purificado (contenido de fosforotioato: 48,7% en peso).

El índice de contenido de forma S-metilo en el fosforotioato purificado fue del 0,02% (C0).

35 El fosforotioato purificado se trató por calentamiento a una temperatura de 60 °C durante 96 horas. El índice de contenido de forma S-metilo en el fosforotioato purificado después del calentamiento fue del 0,09% (C1) y la relación aumentada de los índices de contenido de la forma S-metilo (C1/C0) fue 4,5.

40 Ejemplo 2

A fosforotioato en bruto que contenía fosforotioato y tolueno (contenido de fosforotioato: 48,2% en peso, aproximadamente 180 g) se le añadieron 42,3 g de ácido clorhídrico al 0,3% en peso seguido de su agitación durante 30 minutos. El líquido mixto resultante se separó en capas dejándose en reposo y la capa acuosa formada
45 se eliminó para obtener fosforotioato purificado (contenido de fosforotioato: 48,7% en peso).

El índice de contenido de forma S-metilo en el fosforotioato purificado fue del 0,03% (C0).

El fosforotioato purificado se trató por calentamiento a una temperatura de 60 °C durante 23 horas.

50 El índice de contenido de forma S-metilo en el fosforotioato purificado después del calentamiento fue del 0,04% (C1) y la relación aumentada de los índices de contenido de la forma S-metilo (C1/C0) fue 1,3.

Ejemplo Comparativo 1

55 Se repitieron los mismos experimentos que en el Ejemplo 1, con la excepción de que se usó agua en lugar de ácido clorhídrico al 0,6% en peso. Para la solución en tolueno obtenida que contenía fosforotioato, el índice de contenido de forma S-metilo fue del 0,02% (C0), el índice de contenido de forma S-metilo después del tratamiento térmico a una temperatura de 60 °C durante 96 horas fue del 1,99% (C1) y la relación aumentada de los índices de contenido

de la forma S-metilo (C1/C0) fue 99,5.

Ejemplo Comparativo 2

- 5 Se repitieron los mismos experimentos que en el Ejemplo 2, con la excepción de que se usó agua en lugar de ácido clorhídrico al 0,3% en peso. Para la solución en tolueno obtenida que contenía fosforotioato, el índice de contenido de forma S-metilo fue del 0,04% (C0), el índice de contenido de forma S-metilo después del tratamiento térmico a una temperatura de 60 °C durante 23 horas fue del 0,85% (C1) y la relación aumentada de los índices de contenido de la forma S-metilo (C1/C0) fue 21,3.

10

Ejemplo 3

- En un matraz separable de cinco bocas equipado con un agitador, un termómetro y un condensador, se cargaron 69,7 g de una solución de clorofosforotioato de O,O-dimetilo (solución en tolueno, contenido al 76,5% en peso), 98,1 g de una solución de 2,4-dicloro-4-metilfenol (solución en tolueno, contenido al 64,6% en peso) y 24,4 g de tolueno, y después se calentaron a 45 °C. Después de esto, se cargaron 0,2 g de cloruro de cobre (I), y después al mismo se le añadieron gota a gota 50,4 g de una solución acuosa al 27% en peso de hidróxido sódico a una temperatura interna de 45 °C a 50 °C durante 3 horas. El producto resultante se mantuvo a la misma temperatura durante una hora, y después se añadieron 3,7 g de agua, 38,0 g de tolueno y 60,0 g de una solución acuosa al 27% en peso de hidróxido sódico seguido de mantenimiento del producto resultante a la misma temperatura durante 30 minutos más. La solución de reacción se transfirió a un embudo de decantación, y la capa acuosa se eliminó por separación de líquidos para recuperar la capa orgánica. Esto confirmó que la capa orgánica contenía fosforotioato al 48,2% en peso.

- 25 A aproximadamente 180 g de la capa orgánica se le añadieron 42,3 g de ácido clorhídrico al 0,6% en peso seguido de su agitación durante 30 minutos. El líquido mixto resultante se separó en capas dejándose en reposo. La capa acuosa formada se eliminó para obtener una solución en tolueno que contenía fosforotioato al 48,7% en peso.

Ejemplo 4

- 30 En un matraz separable de cinco bocas equipado con un agitador, un termómetro y un condensador, se cargaron 69,7 g de una solución de clorofosforotioato de O,O-dimetilo (solución en tolueno, contenido al 76,5% en peso), 112,2 g de una solución de 2,4-dicloro-4-metilfenol (solución en tolueno, contenido al 58,3% en peso) y 10,0 g de tolueno y después se calentaron a 45 °C. Después de esto, se cargaron 0,2 g de cloruro de cobre (I) y después al mismo se le añadieron gota a gota 50,4 g de una solución acuosa al 27% en peso de hidróxido sódico a una temperatura interna de 45 °C a 50 °C durante 3 horas. El producto resultante se mantuvo a la misma temperatura durante una hora, y después se añadieron 3,7 g de agua, 38,0 g de tolueno y 53,2 g de una solución acuosa al 27% en peso de hidróxido sódico seguido del mantenimiento del producto resultante a la misma temperatura durante 30 minutos más. La solución de reacción se transfirió a un embudo de decantación y la capa acuosa se eliminó por separación de líquidos para recuperar la capa orgánica. Esto confirmó que la capa orgánica contenía 48,2% en peso fosforotioato.

- 45 A aproximadamente 180 g de la capa orgánica se le añadieron 42,3 g de ácido clorhídrico al 0,3% en peso seguido de su agitación durante 30 minutos. A la misma se le añadieron 42,3 g de ácido clorhídrico al 0,3% en peso seguido de su agitación durante 30 minutos. El líquido mixto resultante se separó en capas dejándose en reposo. La capa acuosa formada se eliminó para obtener una solución en tolueno que contenía fosforotioato al 48,7% en peso.

Aplicabilidad Industrial

- 50 El fosforotioato obtenido por la presente invención muestra una excelente estabilidad térmica. Por lo tanto, la formulación de un fungicida de aplicación al terreno y similares, puede realizarse más fácilmente.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado, comprendiendo el proceso:
5 la primera etapa de poner en contacto un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto con un ácido; y
la segunda etapa de recuperar el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo purificado de la mezcla obtenida en la primera etapa.
10
2. El proceso de producción de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto contiene un disolvente de hidrocarburo aromático.
3. El proceso de producción de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido es un ácido inorgánico.
15
4. El proceso de producción de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la primera etapa se realiza mezclando un fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto que contenía un disolvente de hidrocarburo aromático con una solución acuosa de un ácido inorgánico.
- 20 5. El proceso de producción de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el fosforotioato de O-(2,6-dicloro-4-metilfenil)-O,O-dimetilo en bruto se obtiene poniendo en contacto 2,6-dicloro-4-metilfenol con clorofosforotioato de O,O-dimetilo en un disolvente en presencia de cloruro de cobre.