

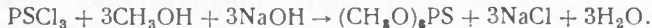
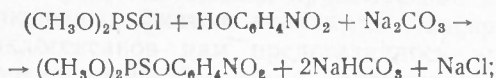
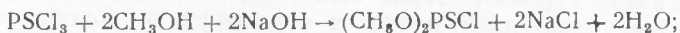
Я. А. МАНДЕЛЬБАУМ, В. И. ЛОМАКИНА и Н. Н. МЕЛЬНИКОВ

**СИНТЕЗ ДИМЕТИЛ-4-НИТРОФЕНИЛТИОФОСФАТА
И ТРИМЕТИЛТИОФОСФАТА, МЕЧЕННЫХ
РАДИОАКТИВНЫМ ФОСФОРом (P³²)**

(Представлено академиком С. И. Вольфовичем 17 III 1954)

В связи с изучением новых фосфорсодержащих инсектицидов нами проведен синтез диметил-4-нитрофенилтиофосфата и триметилтиофосфата, меченных радиоактивным фосфором.

Синтез указанных соединений осуществлен на основе следующих реакций:



Получение диметилхлортиофосфата (с P³²). Диметилхлортиофосфат получался взаимодействием тиотреххлористого фосфора с метиловым спиртом в присутствии едкого натра (¹).

К 6,4 г тиотреххлористого фосфора при хорошем перемешивании постепенно прибавлялся раствор едкого натра в 60% метиловом спирте (14,9 мл раствора едкого натра, содержащего 224 г NaOH в 1 л раствора). Температура во время прибавления едкого натра не должна быть выше —5°. По окончании прибавления щелочи реакционную смесь выдерживают 1½ часа при 20°, разбавляют водой, нижний слой отделяют, промывают водой, высушивают над CaCl₂ и перегоняют в вакууме. Т. кип. 66° при 16 мм рт. ст. Выход 4 г (67%). d_4^{20} 1,3350, n_D^{20} 1,4820.

Получение диметил-4-нитрофенилтиофосфата (с P³²). В колбе с обратным холодильником при хорошем механическом перемешивании кипятилась смесь 2 г *p*-нитрофенола, 2,3 г диметилхлортиофосфата и 1,5 г растертого в тонкий порошок безводного углекислого натрия в 7 мл ацетона. Реакция продолжается 3—4 часа. По окончании реакции осадок отфильтровывался и ацетон отгонялся в вакууме. Остаток после отгонки ацетона промывался водой и высушивался над хлористым кальцием. Выход 2,47 г (65%). После перекристаллизации т. пл. 35—36°.

Получение триметилтиофосфата (с P³²). К 3 г тиотреххлористого фосфора постепенно при хорошем перемешивании прибавлено 10,9 мл раствора едкого натра в 60% метиловом спирте (содержание NaOH 224 г в 1 л раствора). Температура во время реакции поддерживалась около —5°. Далее реакционная смесь перемешивалась

в течение 1 часа при 20°, разбавлялась водой, триметилтиофосфат от-
делялся и после высушивания перегонялся в вакууме. Т. кип. 73° при
13 мм рт ст. Выход 2 г (72,5%). d_4^{20} 1,2190, n_D^{20} 1,4590.

Научный институт по удобрениям
и инсектофунгицидам

Поступило
15 III 1954

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ Н. Н. Мельников, Я. А. Мандельбаум, К. Д. Швецова, Авт. свид.
№ 82206. ² S. A. Hall, J. Am. Chem. Soc., 72, No. 6, 2768 (1950).