



17 DIC. 1968

PATENTE DE INVENCION
=====

La A 11 797-Sp.

373 566
Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ESTE
RES DEL ACIDO (TIONO-)FOSFORICO(-NICO).

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana,
residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

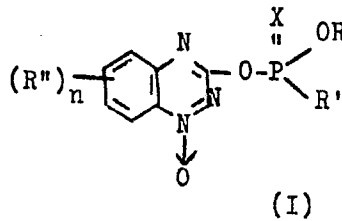
La presente invención se refiere a nuevos ésteres del ácido fosfórico, fosfónico o bien tionofosfónico (-fosfónico) de 3-oxi-benzotriazín-1-N-óxidos con propiedades insecticidas, acaricidas y herbicidas, así como a un procedimiento para la preparación de estos compuestos.

5.

17 DI

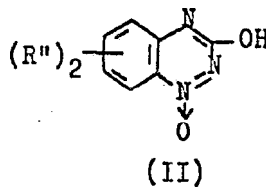
373566

En la patente belga nº 802.672 ya se describen ésteres del ácido (tio)fosfórico o bien -fosfónico de 2-oxiquinoxalinas que tienen un buen efecto contra los insectos chupadores y masticadores y que, por lo tanto, se pueden emplear como agentes insecticidas. Se ha descubierto ahora que en una reacción de desarrollo llano y con muy buenos rendimientos se pueden obtener los ésteres del ácido fosfórico o bien tionofosfórico (-fosfónico) de 3-hidroxi-benzotriazin-1-N-óxidos de la constitución general (I)



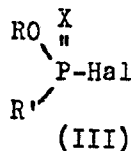
15.

si los 3-hidroxi-benzotriazin-1-N-óxidos de la estructura (II)



25.

se hacen reaccionar con compuestos fosfóricos de fórmula general (III)



373566

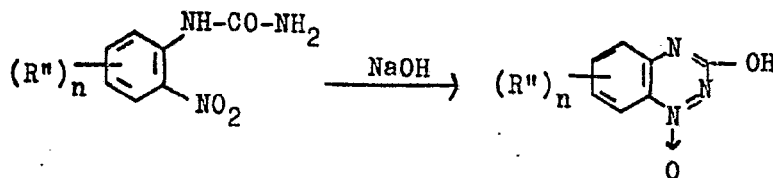
17 DIC.



5. como el grupo metilo, etilo, n-propilo o isopropilo; R' significa preferentemente un resto OR o metilo, etilo, n- e iso-propilo o bien fenilo; R'' es, ante todo, un grupo metilo, metoxi, así como un átomo de cloro y Hal representa preferentemente un átomo de cloro o de bromo, mientras n tiene preferentemente un valor cero o 1.

10. Los 3-hidroxi-benzotriazin-1-N-óxidos, en caso dado sustituidos, necesarios para la realización del procedimiento de preparación como productos de partida, ya se conocen en parte por la literatura. También se pueden obtener fácilmente en escala industrial por ciclización de las correspondientes o-nitro-fenilúreas con alcali acuoso según la ecuación siguiente:

15.



20. En estas fórmulas mencionadas en último lugar tienen los símbolos R'' y n los significados arriba indicados.

25. El procedimiento se realiza preferentemente empleando simultaneamente disolventes o diluyentes adecuados. Como tales entran prácticamente en consideración todos los disolventes orgánicos inertes o las mezclas de los mismos, tales como los hidrocarburos, por ejemplo, la bencina, el benceno, el tolueno, el clorobenceno, el xileno, los éteres, por ejemplo, el dietil- y el dibutiléter, el dioxano, además las cetonas, por ejemplo la acetona, la metil-etil-, metilisorpopil- y la metilisobutilcetona, así como los alcoholes
- 30.

373566

17 DIC



alifáticos de bajo punto de ebullición, por ejemplo, el metanol, el etanol y los nitrilos, por ejemplo, el aceto- y propionitrilo, además la dimetilformamida. Además se puede desarrollar la reacción preferentemente en presencia de aceptores de ácido. Para ello entran prácticamente en consideración todos los aceptores de ácido usuales. Han demostrado ser especialmente adecuados los alcoholes y los carbonatos alcalinos, tales como el metilato o bien el etilato de potasio y de sodio, el carbonato sódico y potásico, además las aminas aromáticas terciarias y heterocíclicas, por ejemplo, la trietilamina, la dimetilanilina o la pridina.

La temperatura de reacción se puede variar en un amplio margen. Por lo general se trabaja entre 20 y 120°C (o bien la temperatura de ebullición de la mezcla), preferentemente a 40 hasta 80°C. Los materiales de partida a reaccionar según el presente procedimiento, así como los agentes auxiliares (aceptores de ácido), se emplean por lo general en cantidades estoquiométricas. Una vez reunidos los componentes de partida es ventajoso calentar ulteriormente la mezcla de reacción, para completar la reacción, aún durante cierto tiempo (unas 1/2 hasta 3 horas) en caso dado bajo agitación. Trabajando de esta manera se obtienen los productos con rendimientos excelentes, así como una excelente pureza.

Los ésteres del ácido fosfórico o bien tionofosfórico (-fosfónico) de los 3-oxibenzotriazin-1-N-óxidos de la presente invención se obtienen en la mayoría de los casos como cristales incoloros con un punto de fusión exacto que, siempre que sea necesario, se pueden seguir limpiando con facilidad mediante recristalización de los disol-

373568 DIC. 1962



5. ventas usuales; en parte se obtienen los productos como aceites insolubles en agua, viscosos, incoloros hasta debilmente teñidos de amarillo, que no se pueden destilar sin descomposición pero que, sin embargo, mediante la llamada "destilación empezante", es decir, mediante un calentamiento prolongado bajo presión más reducida a temperaturas moderadamente elevadas se liberan de los últimos restos volátiles y de este modo pueden ser purificados. Para su mejor caracterización se puede utilizar la determinación del índice de refracción.

10. Como ya se ha mencionado más arriba, se destacan los productos por sus excelentes propiedades insecticidas y acaricidas. Poseen simultaneamente solo una reducida fitotoxicidad. Muestran, además, en parte, propiedades herbicidas y un efecto secundario repeledor de los pájaros. Por esta razón se pueden emplear los compuestos de la presente invención con éxito para la protección de las plantas y de los alimentos así como en el sector higiénico para combatir los perjudiciales insectos chupadores y masticadores y dípteros, así como contra los ácaros. Son además adecuados, en parte, como agentes para combatir el crecimiento de las hierbas malas o bien como ahuyentadores de los pájaros.

15. A los insectos chupadores pertenecen esencialmente piojuelos o pulgones (Aphidae), tales como el pulgón verde de durazneros (*Myzus persicae*), el pulgón negro de habas (*Doralis fabae*), el pulgón de avena (*Rhopalosiphum padi.*) el pulgón de arvejas (guisantes) (*Macrosiphum pisi*) y el pulgón de las papas (patatas) (*Macrosiphum solanifolii*); además, el pulgón de agalla de groselleros (*Cryptomyzus Korschelti*), el pulgón harinoso de manzanos (*Sappaphis mali*), el pulgón harinoso de ciruelos (*Hyalopterus arundinis*) y el pulgón negro de cerezas

20.

25.

30.

373566

17 DIC



- (*Myzus cerasi*); además, cochinillas y pulgones pegajosos (*Coccina*), por ejemplo la cochinilla de hiedra (*Aspidiotus hedera*) y la cochinilla de escudilla (*Lecanium hesperidum*), así como el pulgón pegajoso (*Pseudococcus maritimus*); tisanópteros (Thysanoptera), tales como *Hercinothrips femoralis* y chinches, por ejemplo la chinche de remolacha (*Piesma quadrata*), la chinche de algodón (*Dysdercus intermedius*), la chinche de cama (*Climez lectularius*), la chinche feroz (*Rhodnius prolixus*) y la chinche de Chagas (*Triatoma infestans*); además, cigarras, tales como *Euscelis bilobatus* y *Nephotettix bipunctatus*.

- En cuanto a los insectos mordedores, principalmente han de citarse orugas de mariposas (Lepidóptera), tales como, el arañuelo de las coles (*Plutella maculipennis*), la esfinge esponja (*Lymantria dispar*), la esfinge ano de oro (*Euproctis chrysorrhoea*) y la esfinge caracol (*Malacosoma neustria*); además, la noctuela de las coles (*Mamestra brassicae*) y la noctuela de la siembra (*Agrotis segetum*), la gran piéride de las coles (*Pieris brassicae*), la pequeña geométrica (*Cheimatobia brumata*), el bóbice arrollador de las hojas de encina (*Tortrix viridana*), el gusano de antiope (*Laphygma frugiperda*) y el gusano egipcio de algodón (*Prodenia litura*); además, la polilla de textiles (*Hyponomeuta padella*), la polilla de harina (*Ephestia Kühniella*) y la gran polilla de cera (*Galleria mellonella*).

- Además, a los insectos mordedores pertenecen los coleópteros (Coleoptera), por ejemplo el gorgojo (*Sitophilus granarius* = *Calandra granaria*), la dorifora (*Leptinotarsa decemlineata*), el coleóptero de romaza (*Gastrophysa viridula*), la crisomela de hojas de rábanos picantes (*Phaedon cochleariae*), el coleóptero brillante de colza (*Meligethes as-*

17 DIC 1952



- 8 -

373566

- neus), el coleóptero de frambuesos (*Byturus tomentosus*), el coleóptero de porotos (*Bruchidius = Acanthoscelides obtectus*), el dermesto (*Dermestes frischi*), el coleóptero de Khapra (*Trogoderma granarium*), el coleóptero pardo rojizo de harina de arroz (*Tribelium castaneum*), el gorgojo de maíz (*Calandra o Sitophilus zeamais*), el anobio de pan (*Stegobium paniceum*), el tenebrión común (*Tenebrio molitor*) y la crisomela de cereales (*Oxyzaepphilus surinamensis*), pero también especies que habitan en la tierra, por ejemplo larvas de eláteros (*Agriotes spec.*) y larvas de abejorras (*Melolontha melolontha*); cucarachas tales como la cucaracha alemana (*Blatella germánica*), la cucaracha americana (*Periplaneta americana*), la cucaracha de Madeira (*Laucophaea o Rhyparobia madeirae*), la cucaracha oriental (*Blatta orientalis*) la cucaracha gigante (*Blaberus giganteus*) y la cucaracha gigante negra (*Blaberus fuscus*), así como *Hemichortedenia flexivitta*; además ortópteros por ejemplo el grillo (*Acheta domesticus*); comejenes, tales como los comejenes de tierra (*Reticulitermes flavipes*) e himenópteros, tales como las hormigas, por ejemplo la hormiga de pradera (*Lasius niger*).

- Los dípteros comprenden esencialmente las moscas, tales como la mosca de bagazo de manzanas (*Drosophila melanogaster*), la mosca de frutas del Mediterráneo (*Ceratitis capitata*), la mosca doméstica (*Musca domestica*), la pequeña mosca doméstica (*Fannia canicularis*), la mosca brillante (*Phormia aegina*), la moscarda (*Calliphora erythrocephala*), así como el tábano (*Stomoxys calcitrans*); además mosquitos, por ejemplo cénzalos, tales como el mosquito de la fiebre amarilla (*Aedes aegypti*), el mosquito doméstico (*Culex pipiens*) y el mosquito de la malaria (*Anopheles stephen-*

373566



si).

- A los ácaros (Acari) pertenecen particularmente los ácaros hiladores (Tetranychidae), tales como los ácaros hiladores de habas (*Tetranychus telarius* = *Tetranychus* alteeae o *Tetranychus urticae*) y los ácaros hiladores de frutales (*Paratetranychus pilosus* = *Panonychus ulmi*), ácaros de agallas por ejemplo el ácaro de agalla de groselleros (*Eriophyes ribis*) y tarsonemidos, por ejemplo el ácaro de las puntas de brotes (*Hemitarsonemus latus*) y el ácaro de ciclamenes (*Tarsonemus pallidus*); finalmente, aradores, tales como el arador de cueros (*Ornithodoros moubata*).

- Según la finalidad de su aplicación, las sustancias activas pueden ser elaboradas en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas formulaciones son preparadas en forma conocida, por ejemplo mezclándose las sustancias activas con diluyentes, es decir disolventes líquidos y/o sustancias de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes superficialmente activos, es decir, emulsivos y/o agentes dispersantes, pudiéndose, por ejemplo en el caso de la utilización del agua como diluyente, emplear eventualmente disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Entran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos: hidrocarburos aromáticos (por ejemplo xileno, benceno), hidrocarburos aromáticos clorados (por ejemplo clorobencenos), parafinas (por ejemplo fracciones de petróleo), alcoholes (por ejemplo metanol, butanol), disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua; como sustancias sólidas de vehículo: polvos minerales naturales (por ejemplo caolines, arcillas, talco, creta) y polvos minerales sintéti-

17 DIC.



373566

5. cos (por ejemplo ácido silícico altamente disperso, silicatos); como emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

10. Las sustancias activas según el invento pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas conocidas.

Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 % y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 % y 90 % en peso.

15. Las concentraciones de las sustancias activas pueden variar dentro de límites amplios. Por lo general, se emplean concentraciones de 0,00001 % hasta 20 %, preferiblemente de 0,01 hasta 5 %.

20. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, como formulaciones o como formas de aplicación preparadas de las mismas, tales como soluciones listas para el uso, concentrados emulsionables, emulsiones, suspensiones, preparados rociables, pastas, polvos solubles, preparados para empolverar y granulados. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo por riego, rociada o pulverización, vaporización, gasificación, fumigación, distribución, espolvoreo, etc.

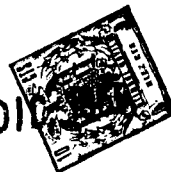
25. El efecto sobresaliente de los compuestos preparables según el procedimiento, surgen de los siguientes resultados de los ensayos hechos al respecto.

Ejemplo A

30. Ensayo con Plutella.

373566

17 DIC



Disolvente: 3 partes en peso de acetona,

Emulsivo : 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoleter.

5. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10. La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) hasta el estado húmedo de rocío, y sobre las hojas se colocan orugas del arañuelo de las coles (*Plutella maculipennis*).

15. Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100 % que fueron matadas todas las orugas, mientras que 0 % indica que no fue matada ninguna oruga.

Las sustancias activas, las concentraciones de sustancias activas, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente tabla 1:

373566

-12- Bin

17 DIC 1957

- 12 -

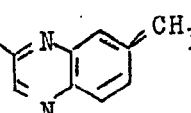
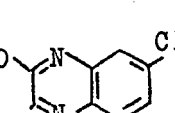
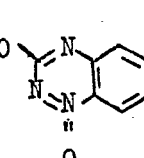
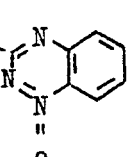
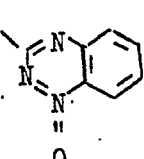
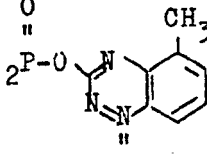

373566

T A B L A
Ensayo con: Plutella

Sustancia Activa (constitución)	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ conocido,	0,01	30
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{Cl} \end{array}$ conocido	0,01 0,001	100 0
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	0,01 0,001	100 100
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	0,01 0,001	100 100
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	0,01 0,001	100 100
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_3\text{H}_7\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	0,01 0,001	100 100
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{C}_5\text{H}_3\text{N}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	0,01 0,001	100 50

373566

T A B L A 1
Ensayo con: Plutella

Sustancia Activa (constitución)	Concentración de la sustancia
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array}$  <p>conocido;</p>	0,01
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array}$  <p>conocido</p>	0,01 0,001
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array}$ 	0,01 0,001
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 	0,01 0,001
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 	0,01 0,001
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{iC}_3\text{H}_7\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array}$ 	0,01 0,001
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3-\text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 	0,01 0,001

373566

-12- Bin

17 DIC.

17 DIC.

BLA 1

ayo con Plutella

n de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
0,01	30
0,01	100
0,001	0
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	50



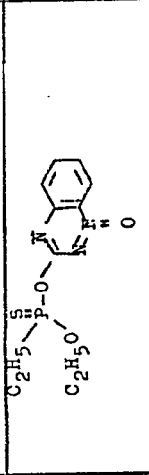
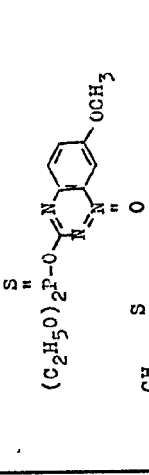
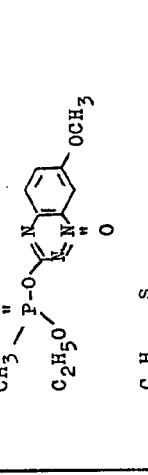
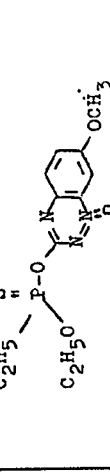
373566

373566

T A B L A . . I (Continuación)

-13- Bio

Ensayo con Plutella

Sustancia activa (constitución)	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
	0,01 0,001	100 100
	0,01 0,001	100 95
	0,01 0,001	100 80
	0,01 0,001	100 40

373566

17 DIC 1954



T A B L A N O 1 (Continua)

Ensayo con Plutella

Sustancia activa (constitución)	Concentración de la sustancia
	<p>0,01</p> <p>0,001</p>
	<p>0,01</p> <p>0,001</p>
	<p>0,01</p> <p>0,001</p>
	<p>0,01</p> <p>0,001</p>

373566

170



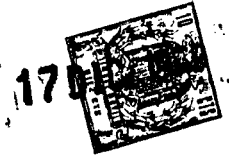
Fig. 1 (Continuación)

-13- Bis

lutella

de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	95
0,01	100
0,001	80
0,01	100
0,001	40

373566



Ejemplo B

Ensayo con larvas de crisomela de rábano picante - *Phaedon*

Disolvente : 3 partes por peso de acetona

Emulsivo : 1 parte por peso de alquilaril-poliglicóleter.

5. Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte por peso de la respectiva sustancia activa con la cantidad indicada del disolvente que contiene la cantidad de emulsivo arriba indicada, y se diluye el concentrado obtenido con agua hasta la concentración deseada.
- 10.

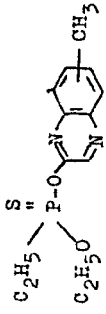
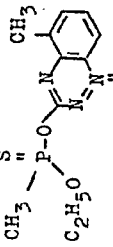
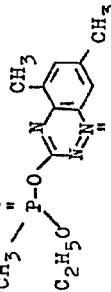
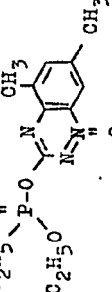
Esta preparación de sustancia activa es rociada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) hasta su mojadura a un grado tal que el líquido gotea de las mismas, y subsiguientemente se colocan larvas de crisomela de rábano picante (*Phaedon cochlearia*) sobre las hojas.

15. Al cabo del tiempo indicado en la siguiente tabla, se determina el grado de destrucción de los insectos nocivos y se lo expresa en %, significando el 100 % que fueron matadas todas las larvas, y el 0 % que no fué matada ninguna larva.
- 20.

Las sustancias ensayadas, sus concentraciones aplicadas, el tiempo de evaluación y los resultados obtenidos en los ensayos surgen de la siguiente tabla 2:

T A B L A 2

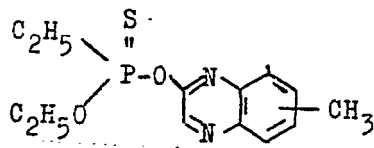
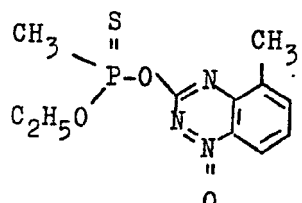
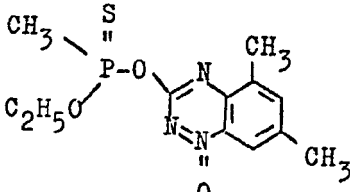
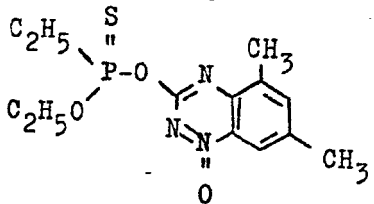
(Ensayo con lavas de Phaedon)

Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
 <p>conocido</p>	<p>0,01 0,001</p>	<p>100 0</p>
	<p>0,01 0,001</p>	<p>100 80</p>
	<p>0,01 0,001</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,01 0,001</p>	<p>100 70</p>



373566

T A B L A 2
 =====
 (Ensayo con larvas de Pha)

Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia en %
 <p>conocido</p>	<p>0,01 0,001</p>
	<p>0,01 0,001</p>
	<p>0,01 0,001</p>
	<p>0,01 0,001</p>

-15- Bis

373566

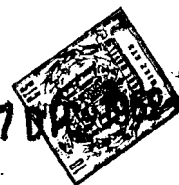
T A B L A 2

sayo con levaduras de Phaedon)

Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 3 días
0,01	100
0,001	0
0,01	100
0,001	80
0,01	100
0,001	100
0,01	100
0,001	70



37356617



Ejemplo C

Ensayo con Myzus (efecto por contacto).

Disolvente : 3 partes por peso de acetona

Emulsivo : 1 parte por peso de alquilaril-poliglicoletar

5.

Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte por peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10.

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de repollo (*Brassica oleracea*) fuertemente atacadas por pulgones de durazneros (*Myzus persicae*), hasta su mojadura a tal grado que el líquido gotea de las plantas.

15.

Al cabo del tiempo indicado se determina el grado de destrucción en %, significando el 100 % que fueron matados todos los pulgones, y el 0 % que no fué matado ningún pulgón.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la tabla siguiente 3:

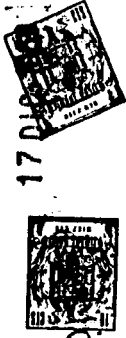
T A B L A 3

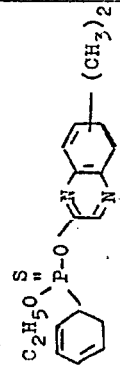
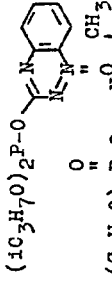
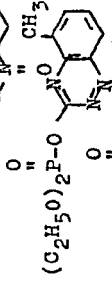
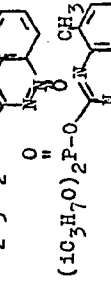
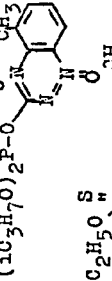
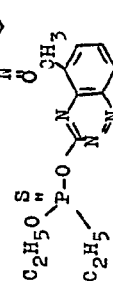
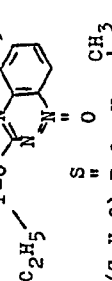
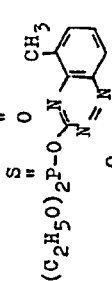
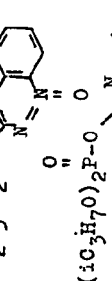
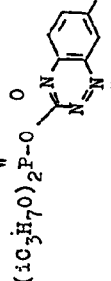
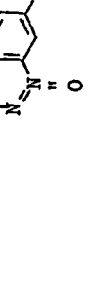



(Ensayo con Myzus)

373566

373566

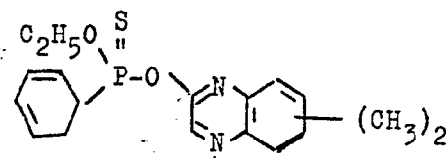
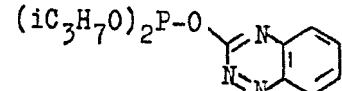
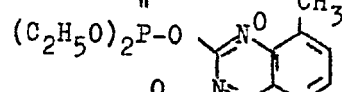
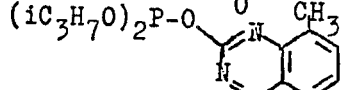
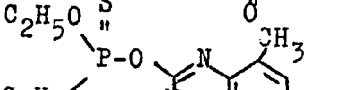
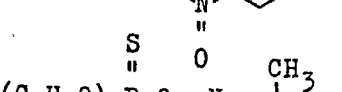
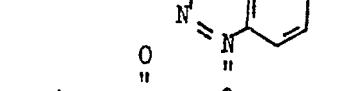
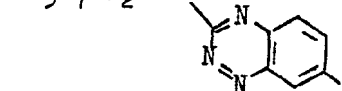
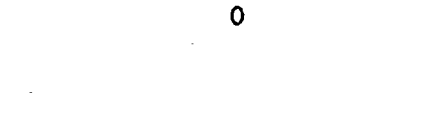
- 17 Psi



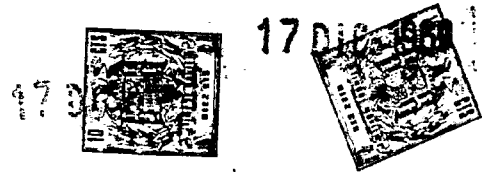
Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 24 horas
 <p>conocido</p>	0,1	40
	0,1	100
	0,01	100
	0,001	60
	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
	0,1	100
	0,01	99
	0,001	50
	0,1	100
	0,01	80
	0,1	100
	0,01	100

373566

T A B L A 3
(Ensayo con Myzus)

Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia en %	la sustancia
 <p>conocido</p>		0,1
		0,1
		0,01
		0,001
		0,1
		0,01
		0,001
		0,1
		0,01

- 17 Bi



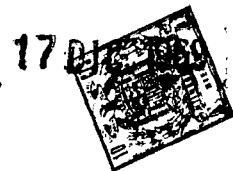
17

TABLA 3

(Ensayo con Myzus)

373566

Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 24 horas
0,1		40
0,1		100
0,01		100
0,001		60
0,1		100
0,01		100
0,001		100
0,1		100
0,01		99
0,001		50
0,1		100
0,01		80
0,1		100
0,01		100



373566

Ejemplo D

Ensayo con Tetranychus

Disolvente : 3 partes en peso de dimetilformamida

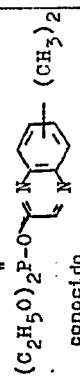
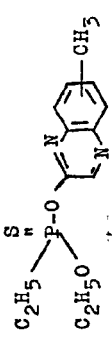
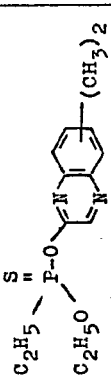
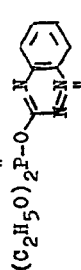
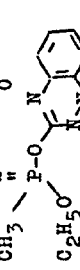
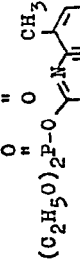
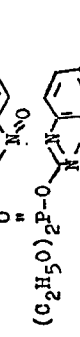
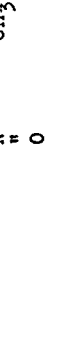
Emulsivo : 1 parte en peso de alquilaril-poliglicoleter

5. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.
10. La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de judías (*Phaseolus vulgaris*) de una altura de aproximadamente 10 a 30 cm, hasta su mojadura a un grado tal que el líquido gotea de las mismas. Estas plantas están fuertemente atacadas por ácaros hiladores comunes (*Tetranychus urticae*).
15. Al cabo del tiempo indicado, se determina la eficacia de la preparación de sustancia activa, contándose los ácaros muertos. El grado de destrucción así obtenido es expresado en %, significando 100 % que fueron matados todos los ácaros, y 0 % que no fué matado ningún ácaro.
20. Las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente tabla 4:

-19- Pro

T A B L A
===== 4
Ensayo con
Tetranychus)

373566

Sustancia activa (Constitución)	Concentración en	de la sustancia activa %	Grado de destrucción en % después de 2 días
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \text{conocido} \end{array}$ 		0,1	0
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5-\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{conocido} \end{array}$ 		0,1	20
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5-\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{conocido} \end{array}$ 		0,1	20
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ 		0,1	100
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{CH}_3-\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 		0,1	100
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ 		0,01	99
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ 		0,1	100
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ 		0,1	100

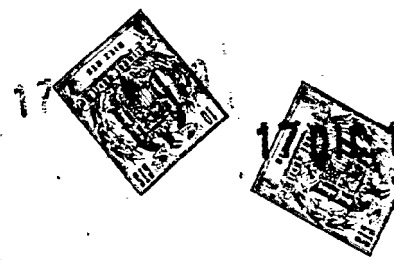
373566

T A B L A 4
 Ensayo con Tetranych

373566

Sustancia activa (Constitución)	Concentración en	de la sus
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} (\text{CH}_3)_2$ <p>conocido</p>		0,1
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} \text{CH}_3$ <p>conocido</p>		0,1
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} (\text{CH}_3)_2$ <p>conocido</p>		0,1
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} \text{O}$		0,1
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{P}-\text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} \text{O}$		0,1 0,01
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} \text{O} \text{CH}_3$		0,1
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{c} \diagdown \\ \diagup \end{array} \text{O} \text{CH}_3$		0,1

-19- Bis



ABLA 4

sayo con Tetranychus)

373566

Concentración en	de la sustancia activa %	Grado de destrucción en % después de 2 días
	0,1	0
	0,1	20
	0,1	20
	0,1	100
	0,1	100
	0,01	99
	0,1	100
	0,1	100



373566

T A B L A 4
 (Continuación)
 Ensayo con Tetanichus

Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % después de 2 días
	0,1	95
	0,1	100

373566

T A B L A 4 (Continuación)

Ensayo con *Tetranychus*

373566

Sustancia activa (Constitución)	Concentración de la sustancia en %
 <chem>CC1=CN(C(=O)N1C2=CC=C(C)C2)P(=S)(C)OCC</chem>	0,1
 <chem>COc1ccc2c(c1)nnc2P(=O)(OCC)OCC</chem>	0,1

B L A 4 (Continuación)

yo con Tet ranychus

ración de en %	la sustancia activa	Grado de destrucción en % después de 2 días
	0,1	95
	0,1	100



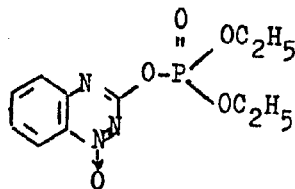
373566

17 DIC



373566

Ejemplo 1



5.

10.

15.

20.

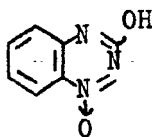
Se agitan 57 g (0,35 moles) de 3-hidroxi-benzotriazin-1-N-óxido durante 30 minutos a 80°C junto con 35 g de trietilamina en 300 cc de benceno, a continuación se gotean a 70°C a la mezcla de reacción 60 g de cloruro del éster de ácido O,O-diethyl-fosfórico, se agita durante 3 horas a 70 hasta 80°C, se enfría, el preparado se lava cada vez con agua, ácido clorhídrico 2-N y lejía sódica 2-N, finalmente varias veces con agua para retirar los componentes solubles de la solución bencénica, esta se seca sobre sulfato sódico y el disolvente se separa por destilación. Después de recrystalizar el residuo en benceno-ligroina se obtienen 61 g (62 % de la teoría) de 3-(O,O-diethylfosforiloxi)-benzotriazin-1-N-óxido del punto de fusión 61°C. El producto es cromatográficamente puro.

Análisis:

Calculado para C ₁₁ H ₁₄ N ₃ O ₅ P (peso molecular 299):	N	P
	14,04 %;	10,35 %;
Hallado:	13,66 %;	10,49 %.

25.

Los 3-hidroxi-benzotriazin-1-oxidos necesarios como materiales de partida se pueden obtener por ejemplo como sigue:



30.

373566



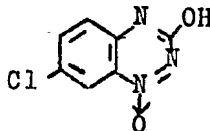
- 120 g (0,66 moles) de o-nitrofenilúrea se hierven, bajo agitación, durante 15 minutos en lejía sódica o potásica al 10 % hasta que se precipita un aceite que, después de agregar algo de agua se vuelve a disolver. La mezcla
5. se hierve durante otros 10 minutos, se mezcla entonces cuidadosamente a 80 hasta 90°C gota a gota con ácido clorhídrico concentrado hasta que se alcance un PH de 2 hasta 3. A continuación se enfría la mezcla de reacción. El residuo de color amarillo como el maíz se filtra por aspiración, se seca al aire
10. y se recristaliza en mucha agua. La cantidad principal de la o-nitranilina, que se forma como producto secundario, se puede eliminar también mediante digestión con éter, éster acético u otros disolventes orgánicos. El rendimiento en bruto es
15. cuantitativo, después de la recristalización en agua se obtienen 64 g (69 % de la teoría) de 3-hidroxibenzotriazin-1-N-óxido en forma de cristales amarillo claro del punto de fusión 214°C (bajo descomposición).

Análisis

20. Calculado para $C_7H_5N_3O_2$ (peso molecular 163):
- | | | | |
|----------|------------|----------|-----------|
| | C 51,53 % | H 3,09 % | N 25,76 % |
| Hallado: | C: 51,09 % | H 3,57 % | N 25,52 % |

En igual forma se pueden obtener las siguientes sustancias:

25.



3- hidroxí-7cloro-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 97 % de la teoría

30.

Punto de fusión: 226 °C;



373566

3-hidroxi-7-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

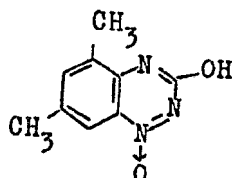
Rendimiento: 99 % de la teoría;

Punto de fusión: 202°C;

Análisis

5. Calculado para $C_8H_7N_3O_2$ (peso molecular 177): N 23,73 %

Hallado: N 23,69 %



3-hidroxi-5,7-dimetil-benzotriazin-1-óxido;

Rendimiento: 89 % de la teoría;

Punto de fusión: 231°C (descomposición);

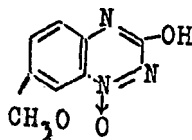
Análisis:

15.

Calculado para $C_9H_9N_3O_2$ (peso molecular 191):

C 56,53 % H 4,74 % N 21,98 %

Hallado: C 56,4 % H 4,76 % N 22,04 %



3-hidroxi-7-metoxi-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 91,5 % de la teoría;

25.

Punto de fusión: 219°C (descomposición);

Análisis

Calculado para $C_8H_7N_3O_3$ (peso molecular 183):

C 49,75 % H 3,65 % N 21,76 %

Hallado: C 49,77 % H 3,68 % N 21,57 %

30.

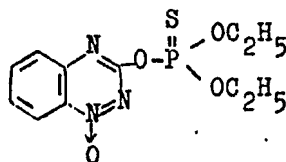
En igual forma como se ha descrito en el

37356617 DIS



ejemplo 1 se pueden preparar los compuestos mencionados a continuación:

5.



3-(O,O-diethylthionophosphoriloxy)-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 32 % de la teoría;

10.

Análisis

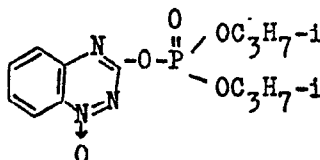
Calculado para C₁₁H₁₄N₃O₄PS (peso molecular 315):

N 13,33 % P 9,82 % S 10,18 %

Hallado: N 13,97 % P 9,88 % S 10,13 %

Punto de fusión 64°C;

15.



20.

3-(O,O-diisopropilfosforiloxy)-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 19 % de la teoría;

Punto de fusión: 48°C

Análisis

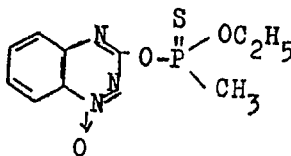
Calculado para C₁₃H₁₈N₃O₅P (peso molecular 327):

N 12,84 % P 9,46 %

Hallado: N 12,32 % P 9,56 %

25.

30.



373566

17



3-(O-etil-metiltionofosfoniloxi)-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 63 % de la teoría;

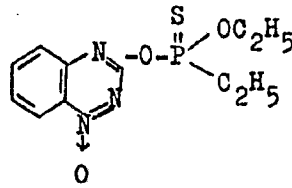
Punto de fusión: 93°C;

Análisis

5. Calculado para $C_{10}H_{12}N_3O_3PS$ (peso molecular 285):

	N 14,70 %	P 10,86 %	S 11,24 %
Hallado:	N 14,66 %	P 11,07 %	S 11,23 %

10.



3-(O-etil-etiltionofosfoniloxi)-benzotriazin-1-N-óxido;

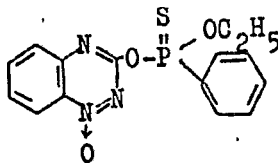
Rendimiento: 72 % de la teoría;

15. Punto de fusión: 86°C;

Análisis

20. Calculado para $C_{11}H_{14}N_3O_3PS$ (peso molecular 299):

	N 14,04 %	P 10,35 %	S 10,71 %
Hallado:	N 13,82 %	P 10,59 %	S 10,79 %



25. 3-(O-etil-feniltionofosfoniloxi)-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 62 % de la teoría;

Punto de fusión: 73°C;

Análisis

30. Calculado para $C_{15}H_{14}N_3O_3PS$ (peso molecular 347):

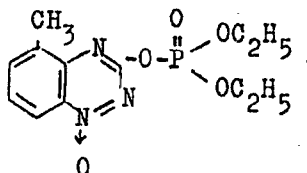
	N 12,10 %	P 8,91 %	S 9,23 %
--	-----------	----------	----------

373566

17 DIC 1962



Hallado: N 11,52 % P 9,12 % S 9,21 %



3-(O,O-diethylfosforiloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 43 % de la teoría;

Punto de fusión: 75°C;

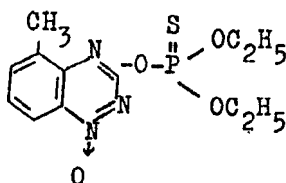
10. Análisis

Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₅ (peso molecular 313):

N 13,42 % P 9,89 %

Hallado: N 13,07 % P 9,98 %

15.



3-(O,O-diethylsulfonofosforiloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

20.

Rendimiento: 31 % de la teoría;

Punto de fusión: 66°C;

Análisis

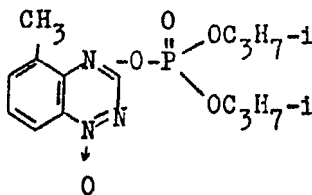
Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₄PS (peso molecular 329):

N 12,76 % P 9,40 % S 9,74 %

25.

Hallado: N 12,49 % P 9,13 % S 9,73 %

30.



37356617



3-(O,O-diisopropilfosforiloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 57 % de la teoría;

Punto de fusión: 96°C;

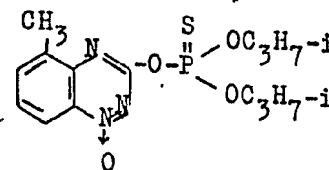
Análisis

5. Calculado para $C_{14}H_{20}N_3O_5P$ (peso molecular, 341):

N 12,31 % P 9,07 %

Hallado: N 12,03 % P 9,17 %

10.



3-(O,O-diisopropiltionofosforil)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 57 % de la teoría;

15.

Punto de fusión: 95°C;

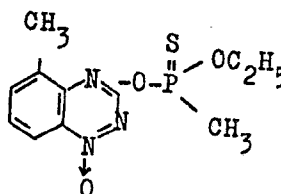
Análisis

Calculado para $C_{14}H_{20}N_3O_4PS$ (peso molecular 357):

N 11,76 % P 8,66 % S 8,97 %

Hallado: N 11,91 % P 8,33 % S 9,03 %

20.



25.

3-(O-etilmetil-tionofosfoniloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-
-óxido;

Rendimiento: 54 % de la teoría;

Análisis

Calculado para $C_{11}H_{14}N_3O_3PS$ (peso molecular 299):

30.

N 14,04 % P 10,35 % S 10,71 %

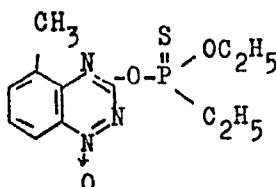
373566 17 DIC



Hallado: N 13,89 % P 10,62 % S 10,57 %

Punto de fusión 105°C;

5.



3-(O-etil-etiltionofosfoniloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 57 % de la teoría;

10.

Punto de fusión: 97°C;

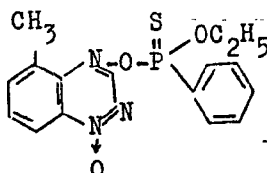
Análisis

Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 313):

N 13,41 % P 9,89 % S 10,23 %

Hallado: N 13,27 % P 10,08 % S 10,27 %

15.



20.

3-(O-etil-feniltionofosfoniloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 73 % de la teoría;

Punto de fusión: 72°C;

Análisis

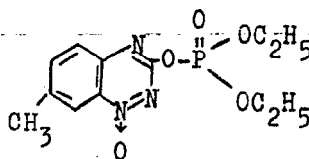
Calculado para C₁₆H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 361):

25.

P 8,57 % S 8,87 %

Hallado: P 8,77 % S 8,80 %

30.



373566.17



3-(O,O-dietilfosforiloxi)-5-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 80 % de la teoría;

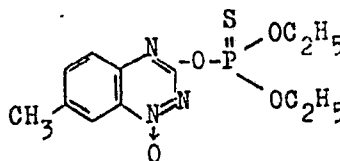
Punto de fusión: 88 - 90°C;

Análisis

5. Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃P (peso molecular 313): P 9,89 %

Hallado: P 9,76 %

10.



3-(O,O-dietiltionofosforiloxi)-7-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 46 % de la teoría;

Punto de fusión: 170°C;

15.

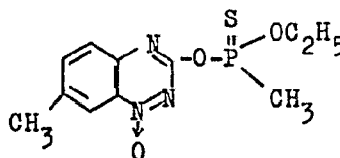
Análisis

Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₄PS (peso molecular 329):

N 12,76 % P 9,40 % S 9,74 %

Hallado: N 12,84 % P 9,21 % S 9,66 %

20.



3-(O-etil-metiltionofosfoniloxi)-7-metil-benzotriazin-1-N-óxido;

25.

Rendimiento: 50 % de la teoría;

Punto de fusión: 95°C;

Análisis

Calculado para C₁₁H₁₄N₃O₃PS (peso molecular 299):

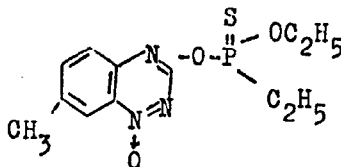
30.

N 14,04 % P 10,35 % S 10,71 %

373566



Hallado: N 13,75 % P 10,32 % S 10,77 %



5.

3-(0-etil-etiltionofosfoniloxi)-7-metil-benzotriazín-1-N-óxi-
do;

Rendimiento: 70 % de la teoría;

10.

Punto de fusión: 92°C;

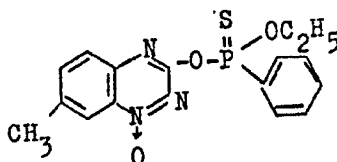
Análisis

Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 313):

P 9,89 % S 10,23 %

Hallado: P 9,72 % S 9,89 %

15.



20.

3-(0-etil-feniltionofosfoniloxi)-7-metil-benzotriazín-1-N-óxi-
do;

Rendimiento: 30 % de la teoría;

Punto de fusión: 110 - 113°C;

Análisis

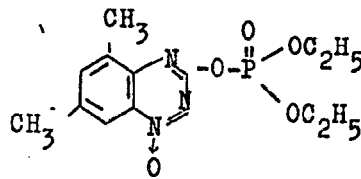
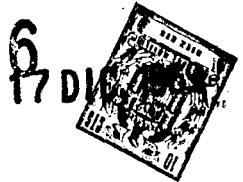
25.

Calculado para C₁₆H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 361):

P 8,57 % S 8,87 %

Hallado: P 9,09 % S 9,08 %

373566



5. 3-(O,O-diethylfosforiloxi)-5,7-dimetil-benzotriazin-1-N-óxido;

Rendimiento: 27 % de la teoría

Punto de fusión: 98°C;

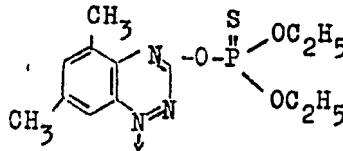
Análisis

Calculado para C₁₃H₁₈N₃O₅P (peso molecular 327): N 12,84 %

10.

Hallado:

N 12,59 %



15.

3-(O,O-diethyl-tionofosforiloxi)-5,7-dimetil-benzotriazin-1-N-
-óxido;

Rendimiento: 37 % de la teoría

Punto de fusión: 124°C;

20.

Análisis

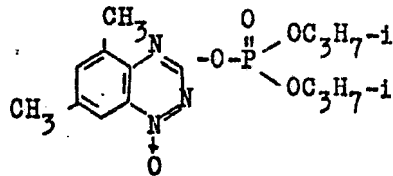
Calculado para C₁₃H₁₈N₃O₄PS (peso molecular 343):

N 12,24 % P 9,02 %

Hallado:

N 11,82 % P 8,70 %

25.



30.

3-(O,O-diisopropilfosforiloxi)-5,7-dimetil-benzotriazin-1-N-

373566



-óxido;

Rendimiento: 70 % de la teoría;

Punto de fusión: 125°C;

17 DI 213

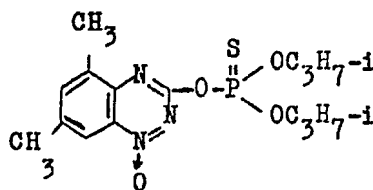
Análisis

5. Calculado para C₁₅H₂₂N₃O₃P (peso molecular 355):

N 11,83 % P, 8,71 %

Hallado: N 11,57 % P 8,52 %

10.



3-(0,0-diisopropil-tionofosforiloxi)-5,7-dimetil-benzotriazín-

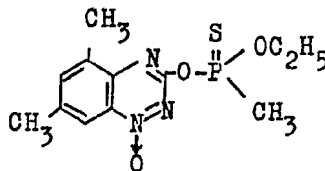
-1-N-óxido;

15.

Rendimiento: 68 % de la teoría;

Punto de fusión: 125°C;

20.



3-(0-etil-metiltionofosforiloxi)-5,7-dimetil-benzotriazín-1-N-

-óxido;

25.

Rendimiento: 80 % de la teoría;

Punto de fusión: 103°C;

Análisis

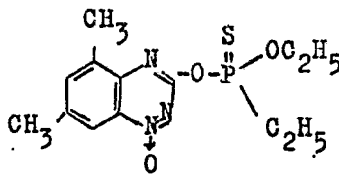
30. Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 313):

N 13,41 % P 9,89 % S 10,23 %

30.

Hallado: N 13,17 % P 9,86 % S 10,20 %

373566



5. 3-(O-etil-etiltionofosfoniloxi)-5,7-dimetil-benzotriazín-1-N-
-óxido;

Rendimiento: 61 % de la teoría;

Punto de fusión: 115°C;

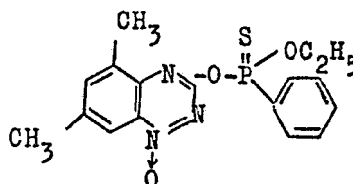
Análisis

10. Calculado para $C_{13}H_{18}N_3O_3PS$ (peso molecular 327):

N 12,84 % P 9,46 % S 9,80 %

Hallado: N 13,10 % P 9,11 % S 9,88 %

15.



3-(O-etil-feniltionofosfoniloxi)-5,7-dimetil-benzotriazín-1-N-
-óxido;

20.

Rendimiento: 67 % de la teoría;

Punto de fusión: 120°C;

Análisis

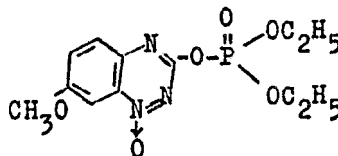
25. Calculado para $C_{17}H_{18}N_3O_3PS$ (peso molecular 375):

N 11,20 % P 8,25 % S 8,45 %

25.

Hallado: N 11,41 % P 8,19 % S 8,52 %

30.





3-(0,0-dietil-fosforiloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 76 % de la teoría;

Punto de fusión: 82°C;

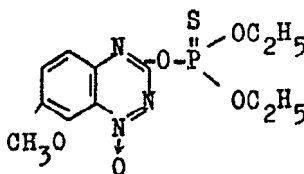
Análisis

5. Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃P (peso molecular 329):

N 12,76 % P 9,40 %

Hallado: N 12,71 % P 9,09 %

10.



3-(0,0-dietil-tionofosforiloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

15.

Rendimiento: 24 % de la teoría;

Punto de fusión: 78°C;

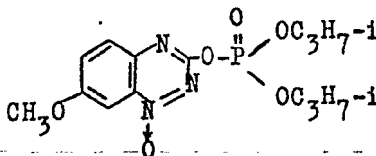
Análisis

20. Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₃PS (peso molecular 345):

N 12,17 % P 8,97 % S 9,28 %

Hallado: N 12,00 % P 8,34 % S 9,01 %

25.



3-(0,0-diisopropil-fosforiloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 80 % de la teoría;

30.

Punto de fusión: 65°C;

373566



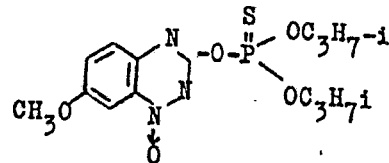
Análisis

Calculado para C₁₄H₂₀N₃O₃PS (peso molecular 357):

N 11,76 % P 8,66 %

Hallado: N 11,43 % P 8,71 %

5.



10.

3-(O,O-diisopropil-tionofosforiloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 12 % de la teoría;

Punto de fusión: 82°C;

Análisis

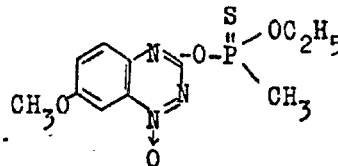
15.

Calculado para C₁₄H₂₀N₃O₃PS (peso molecular 373):

P 8,28 % S 8,59 %

Hallado: P 8,32 % S 8,31 %

20.



25.

3-(O-etil-metiltionofosfoniloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 76 % de la teoría;

Punto de fusión: 99°C;

Análisis

Calculado para C₁₁H₁₄N₃O₃PS (peso molecular 315):

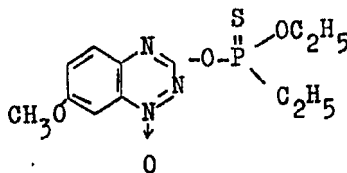
N 13,33 % P 9,82 %

30.

373566



Hallado: N 13,46 % P 9,27 %



5.

3-(O-etil-stiltionofosfoniloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 81 % de la teoría;

10. Punto de fusión: 79°C;

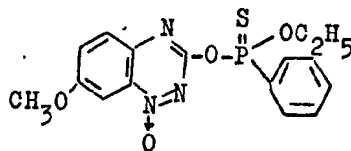
Análisis

Calculado para C₁₂H₁₆N₃O₄PS (peso molecular 329):

N 12,76 % P 9,40 % S 9,74 %

Hallado: N 12,95 % P 9,24 % S 9,64 %

15.



20.

3-(O-etil-feniltionofosfoniloxi)-7-metoxi-benzotriazín-1-N-óxido;

Rendimiento: 75 % de la teoría;

Punto de fusión: 120°C;

Análisis

25.

Calculado para C₁₆H₁₆N₃O₄PS (peso molecular 377):

N 11,14 % P 8,20 %

Hallado: N 10,85 % P 7,84 %

NOTA

30.

Descrita suficientemente la naturaleza

373566

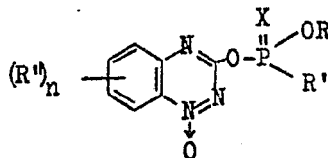


del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar

- 5. que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania Nº P 18 09 390.8 de 16 de noviembre de 1968, accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de
- 10. Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ESTERES DEL ACIDO (TIONO-)FOSFORICO (-NICO), caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido (tiono-) fosfórico (-nico) de fórmula general

15.

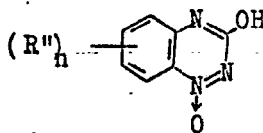


20.

en la que R y R' significan restos de alquilo inferior con 1 a 4 átomos de carbono, R' significa, además, también un grupo alcoxi inferior o un resto fenilo, mientras R'' significa átomos de halógeno o bien grupo de alquilo inferior o alcoxi, X significa un átomo de oxígeno o azufre y el índice n tiene el valor

25.

cero, 1 ó 2, caracterizado porque 3-hidroxibenzotriazin-1-N-óxidos de fórmula general

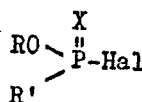


30.

373566



se hacen reaccionar con compuestos del fósforo de fórmula



en la que R, R', R'', X y n tienen los significados indicados en la reivindicación 1 mientras Hal significa un átomo de halógeno

2.- Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido (tiono-) fosfórico (-nico), tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 39 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 17 DIC. 1969

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
I. GÓMEZ ACEBO Y MODER
c. c. Fernando F. Hernández Bala