

EUROPÄISCHE EIGNUNGSPRÜFUNG 1992

PRÜFUNGSAUFGABE A CHEMIE

Diese Prüfungsaufgabe enthält:

- | | |
|------------------------------------|-----------------|
| • Anweisungen an die Bewerber | 92/A(C)/d/1 |
| • Schreiben des Mandanten | 92/A(C)/d/2-10 |
| • Dokument I (Stand der Technik) | 92/A(C)/d/11-12 |
| • Dokument II (Stand der Technik) | 92/A(C)/d/13-14 |
| • Dokument III (Stand der Technik) | 92/A(C)/d/15-16 |

ANWEISUNGEN AN DIE BEWERBER

Gehen Sie bitte davon aus, daß Sie von Ihrem Mandanten das beigefügte Schreibenerhalten haben mit der Beschreibung einer Erfindung, für die er ein europäisches Patent haben möchte, sowie mit Bezugnahmen auf den Ihrem Mandanten bekannten, einschlägigen Stand der Technik.

Setzen Sie bitte die in der Prüfungsaufgabe genannten Tatsachen als gegeben voraus und gehen Sie bei der Beantwortung von diesen Angaben aus. Ob und inwieweit Sie diese Angaben verwenden, bleibt Ihnen selbst überlassen.

Sie sollten besondere Kenntnisse, die Sie möglicherweise über den Gegenstand der Erfindung besitzen, nicht einsetzen, sondern davon ausgehen, daß der angegebene Stand der Technik tatsächlich vollständig ist.

Ihre Aufgabe besteht darin, einen unabhängigen Anspruch oder unabhängige Ansprüche abzufassen, die dem Anmelder den größtmöglichen Schutzzumfang bieten und dabei gute Aussichten haben, vor dem EPA zu bestehen; bei der Abfassung sind das Erfordernis der erfinderischen Tätigkeit gegenüber dem angegebenen Stand der Technik, die Vorschriften des Übereinkommens hinsichtlich der Form der Ansprüche, die sonstigen Erfordernisse des Übereinkommens sowie die Empfehlungen in den Richtlinien für die Prüfung im EPA zu berücksichtigen. Die Anzahl der abhängigen Ansprüche sollte sich in vertretbaren Grenzen halten; diese Ansprüche sollten so abgefaßt sein, daß Sie für den Fall, daß der unabhängige Anspruch oder die unabhängigen Ansprüche nicht gewährbar sind, darauf zurückgreifen könnten.

Sie sollen auch eine Einleitung ausarbeiten, das heißt denjenigen Teil der Beschreibung, der vor den Beispielen oder vor der Erläuterung der Zeichnungen steht. Die Einleitung sollte so abgefaßt sein, daß alle Ansprüche ausreichend gestützt werden. So sollten Sie insbesondere erwägen, ob es ratsam ist, vorteilhafte Wirkungen der Erfindung in die Einleitung aufzunehmen.

Sie sollen Ansprüche und Beschreibungseinleitung nur für eine europäische Patentanmeldung abfassen. Falls Sie der Ansicht sind, daß einige dieser Ansprüche aufgrund der Vorschriften des Übereinkommens hinsichtlich der Einheitlichkeit in der Praxis den Gegenstand einer getrennten Patentanmeldung bilden müßten, sollten Sie dies getrennt angeben, ohne jedoch diesbezüglich zusätzliche Ausarbeitungen zu machen.

Zusätzlich zu Ihrer ausgearbeiteten Lösung können Sie - dies ist jedoch nicht obligatorisch - auf einem gesonderten Blatt die Gründe für die gewählte Form der Lösung angeben, z. B. warum Sie sich für eine bestimmte Anspruchsform, ein bestimmtes Merkmal für einen unabhängigen Anspruch oder einen bestimmten Teil des Stands der Technik als Ausgangspunkt entschieden haben oder warum Sie einen bestimmten Stand der Technik nicht erwähnt bzw. vorgezogen haben. Derartige Angaben sollten jedoch kurz sein.

Es wird davon ausgegangen, daß Sie die Prüfungsaufgabe in der Sprache studiert haben, in der Sie Ihre Arbeit abgefaßt haben. Sollte dies nicht zutreffen, so geben Sie bitte auf der ersten Seite Ihrer Arbeit an, in welcher Sprache Sie die Prüfungsaufgabe studiert haben. Dies ist immer von Bewerbern anzugeben, die - nach Stellung eines entsprechenden Antrags in der Anmeldung zur Prüfung - ihre Arbeit in einer anderen Sprache als Deutsch, Englisch oder Französisch anfertigen.

Unterschiedliche Anspruchssätze für Staaten, die Vorbehalte nach Artikel 167(2)EPÜ gemacht haben, sind nicht erforderlich.

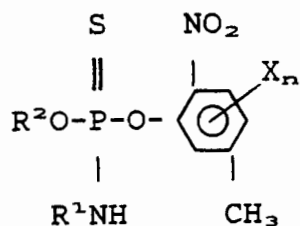
Schreiben des Mandanten

Forschungen auf dem Gebiet der Unkrautbekämpfung, eines unserer Tätigkeitsgebiete, haben zur Entwicklung von neuen Amidothionophosphorsäureester enthaltenden herbiziden Mitteln geführt. Wir bitten Sie daher, unsere nachfolgend beschriebene Erfindung zum europäischen Patent anzumelden.

Eine bekannte bisher zur Unterdrückung unerwünschten Pflanzenwachstums verwendete Verbindung dieser Art ist z.B. die Verbindung O-Methyl-N-isopropylamido-O-(2,4-dichlorphenyl)-thionophosphorsäureester (siehe Dokument I). Chlorhaltige Verbindungen dieser Art haben den Nachteil, gegenüber Nutzpflanzen toxisch zu sein.

Ein anderer Stoff analoger Konstitution, nämlich der O-Methyl-N-isopropylamido-O-(4-nitrophenyl)-thionophosphorsäureester, der im Dokument II beschrieben ist und ebenfalls bereits zur Bekämpfung von Unkräutern verwendet wurde, weist diesen Nachteil zwar in einem viel geringerem Maße auf, muß aber zur Erzielung einer guten Wirkung in relativ großer Konzentration eingesetzt werden.

Die von uns entwickelten neuen herbiziden Wirkstoffe sind Verbindungen, die der folgenden Formel entsprechen:



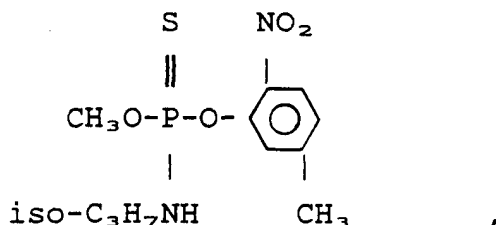
worin R^1 einen Alkylrest mit 3 oder 4 C-Atomen, R^2 einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, X einen Methylrest und n eine ganze Zahl von 0 bis 3 bedeuten.

Unsere Untersuchungen haben ergeben, daß diese Verbindungen nur eine sehr geringe Phytotoxizität gegenüber Kulturpflanzen aufweisen. Gegenüber Säugetieren sind sie im Gegensatz zu vielen anderen herbiziden Stoffen untoxisch. Sehr wichtig ist auch, daß die neuen Verbindungen bei niedriger Konzentration bereits äußerst wirksam sind. Sie können daher im Vergleich zu bekannten Stoffen in einer geringeren Menge in herbiziden Mitteln eingesetzt werden. Gute Wirksamkeit wird z.B. schon bei Wirkstoffmengen von 0,5 bis 5 kg/ha beobachtet.

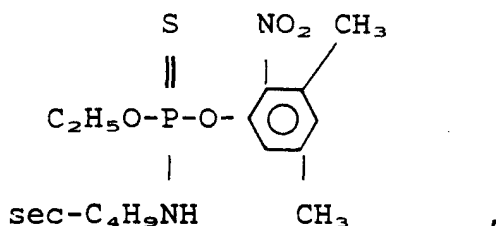
Für die ausgezeichnete herbizide Wirkung sind, wie Versuche ergeben haben, im wesentlichen die 2-Stellung der Nitrogruppe und die 5-Stellung des Methylrests an der Phenylgruppe ausschlaggebend.

Nachstehend geben wir einige Beispiele (I) bis (V) von Amidothionophosphorsäureestern, die der obigen Formel entsprechen und bei deren Verwendung zur Unkrautbekämpfung gute Resultate erzielt wurden, d.h. solche, die stets die Nitrogruppe in 2-Stellung und einen Methylrest in 5-Stellung enthalten.

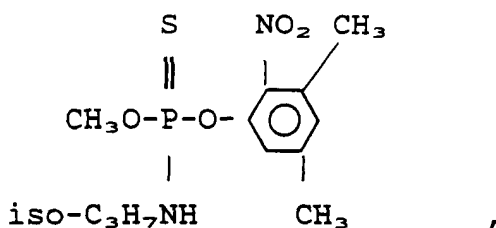
(I)



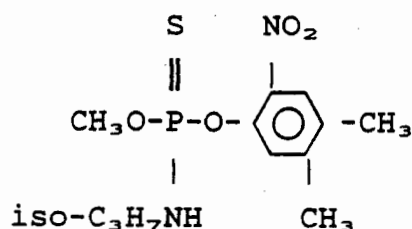
(II)



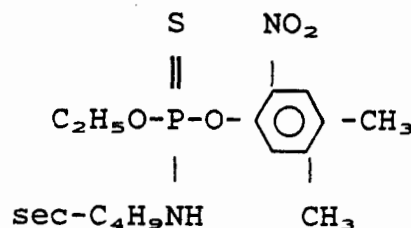
(III)



(IV)



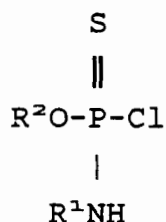
(V)



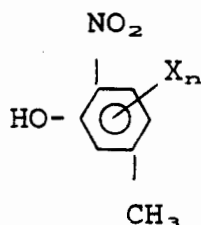
Von diesen Verbindungen zeigen insbesondere die Verbindungen IV und V eine besonders hohe herbizide Aktivität.

Festgehalten kann übrigens werden, daß bereits Amidothionophosphorsäureester der oben beschriebenen Gattung bekannt sind, bei denen die Phenylgruppe nicht nur mit einer Nitrogruppe sondern auch mit einem Alkylrest substituiert ist (Dokument III). Diese Verbindungen dienen jedoch vollkommen anderen Zwecken als in unserem Fall.

Unsere Verbindungen können in geeigneter Weise dadurch hergestellt werden, daß ein Thionophosphorsäurechlorid der Formel



worin R^1 und R^2 dieselben Bedeutungen wie in obiger Formel haben, mit einem Nitrophenol der Formel



(X und n haben die oben angegebenen Bedeutungen) umgesetzt wird. Die Reaktion wird in einem organischen Lösungsmittel in Gegenwart eines säurebindenden Mittels durchgeführt.

Als organische Lösungsmittel eignen sich viele aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe oder andere polare aprotische Lösungsmittel wie Benzol, Toluol, Methylenchlorid, und Dioxan. Besonders bewährt haben sich jedoch niedrigere aliphatische Nitrile, vorzugsweise solche mit Siedepunkten bis etwa 100°C wie Acetonitril und Propionitril. Als säurebindendes Mittel kann man sowohl anorganische Verbindungen wie Kaliumcarbonat, als auch organische Basen wie Triethylamin oder Pyridin verwenden.

Die Reaktion wird üblicherweise zwischen Raumtemperatur und 120°C, vorzugsweise bei Temperaturen von 40 bis 70°C, durchgeführt. Die Umsetzung erfordert, je nach gewählter Temperatur, etwa 2 bis 5 Stunden. Nach erfolgter Reaktion wird das Lösungsmittel durch Abdestillieren unter vermindertem Druck entfernt, wenn man das Produkt lösungsmittelfrei erhalten will. Man erhält dabei ein öliges Rohprodukt. Dieses Rohprodukt läßt sich anschließend durch wiederholtes Waschen beispielsweise mit Benzol und mit Wasser und durch Säulenchromatographie an aktivem Aluminiumoxid reinigen.

Unsere Verbindungen können ohne Bedenken zur Behandlung von Agrarflächen eingesetzt werden. Sie zeigen eine starke herbizide Wirkung gegenüber einer Vielzahl von Unkrautarten.

Sie eignen sich äußerst gut zur selektiven Unkrautbekämpfung, vor allem dann, wenn das Herbizid schon vor dem Auflaufen (Keimen) der Nutzpflanzen oder aber vor dem Keimen des Unkrauts auf die Agrarflächen ausgebracht wird.

Unkräuter, die erfolgreich mit unseren herbiziden Mittel bekämpft werden können, sind die der Grasfamilie zugehörenden Unkrautarten wie Hühnerhirse (*Echinochloa crus-galli*), großes Fingergras (*Digitaria sanguinalis*), grüner Fuchsschwanz (*Setaria viridis*), aber auch die breitblättrigen Unkrautarten wie der gewöhnliche Portulak (*Portulaca oleracea*), der gewöhnliche weiße Gänsefuß (*Chenopodium album*), Monochoria und die Vogelmiere (*Stellaria media*).

Herbizide mit einer der neuen Verbindungen als wirksamen Bestandteil können je nach der angewandten Konzentration das Wachstum der oben genannten Unkrautarten vollständig unterdrücken, ohne irgendwelche nennenswerte Phytotoxizität gegenüber Kulturpflanzen wie Reis, Soja, Erbsen oder Baumwolle zu zeigen. Wie schon oben erwähnt, zeigen die Substanzen ihre größte Wirksamkeit, wenn sie vor dem Keimen der Unkräuter in den oben genannten Mengen zum Einsatz kommen.

Unsere Verbindungen können so wie sie bei der Herstellung anfallen, besser aber in einer geeigneten Formulierung zur Anwendung kommen. In Betracht kommt vor allem die Anwendung als benetzbares Pulver, Granulat, Ölsprühmittel oder Emulsionskonzentrat. Diese Formulierungen werden durch Vermischen des Wirkstoffes mit Zusatzstoffen, z.B. festen Trägerstoffen und/oder Lösungsmitteln, hergestellt. Vorteilhaft werden dabei auch oberflächenaktive Stoffe, Dispergiermittel oder Emulgiermittel verwendet. Als feste Trägerstoffe kommen z.B. gemahlener Kaolin oder feinkörniger Ton in Frage. Als Lösungsmittel werden z.B. Benzol oder Toluol, insbesondere aber Cyclohexanon verwendet.

Derartige Formulierungen werden naturgemäß dem Anwendungszweck und der Anwendungsmethode angepaßt. Es ist übrigens auch möglich, den herbiziden Wirkstoff bzw. eine diesen enthaltende Formulierung im Gemisch mit Fungiziden und Insektiziden, sowie mit Düngemitteln zu verwenden. Als besonders vorteilhaft hat sich die Bereitstellung des Herbizids als Emulsionskonzentrat erwiesen, das zur Verdünnung mit Wasser geeignet ist.

Zur Herstellung eines solchen Emulsionskonzentrats werden die Verbindungen in einem der genannten Lösungsmittel gelöst und mit einem Emulgator vermischt. Als Emulgator wird dem flüssigen Gemisch z.B. ein Polyethylenglykolether oder ein Gemisch aus polyethoxylierter Fettsäure und polyethoxyliertem Alkylphenol zugesetzt.

Ein vorteilhaft als flüssige Formulierung verwendbares emulgierbares Herbizidkonzentrat weist folgende Zusammensetzung auf:

10 bis 30 Gew.% Wirkstoff in Form einer der obigen Formel
entsprechenden Verbindung,
50 bis 70 Gew.% Cyclohexanon als Lösungsmittel und
10 bis 20 Gew.% Polyethylenglykolether als Emulgator.

Um eine gute Verteilbarkeit des Wirkstoffes zu gewährleisten, ist es zweckmäßig, der Formulierung auch ein Spreitmittel zuzugeben. Als Spreitmittel kommen Fettalkohole und Fettsäureester in Frage. Besonders wirkungsvoll als spreitende Zusätze haben sich Isopropylmyristat und Isopropylpalmitat gezeigt. Sie werden vorteilhaft in einer Menge von 5 bis 10 Gew.%, bezogen auf das Emulsionskonzentrat, hinzugefügt.

Die Anwesenheit einer größeren Menge Spreitmittel in der Formulierung kann jedoch unter Umständen zu Stabilitätsproblemen führen. Die Formulierungen können sich bei der Lagerung mehr oder weniger stark zersetzen. Dieser Vorgang kann insbesondere durch den Zusatz eines stabilisierenden Mittels vermieden werden. Als solche Mittel kommen Methansulfonsäure, Benzolsulfonsäure, Tetrapropylbenzolsulfonsäure, insbesondere aber 2-Nitrobenzoesäure in Betracht. Sie werden dem Emulsionskonzentrat gegebenenfalls in einer Menge von 0,5 bis 1 Gew.% zugegeben.

Ein solches stabilisiertes Konzentrat ist besonders günstig im Falle der Unkrautbekämpfung in Kulturen von verpflanztem oder naß gesättem Reis, da ein sogar unverdünntes Konzentrat direkt auf die Wasseroberfläche aufgegeben werden kann.

Anhand der folgenden Beispiele wird die ausgezeichnete herbizide Wirkung von Verbindungen entsprechend der vorstehenden Formeln I bis V veranschaulicht.

Beispiel 1

Saatgut von Hühnerhirse, großem Fingergras, gewöhnlichem Portulak (*Portulaca oleracea*) und *Monochoria* sowie von Rettich (*Raphanus sativus*) wurde einzeln in Töpfen ausgesät und danach mit Erde bedeckt. Anschließend wurden fünf Testverbindungen, entsprechend den oben angegebenen Formeln I bis V, auf das Erdreich aufgegeben. Die Testverbindungen wurden in allen Fällen in Form einer wäßrigen Verdünnung eines Emulsionskonzentrats angewandt. Das Konzentrat setzte sich wie folgt zusammen:

20 Gew.-Teile der Testverbindung
65 Gew.-Teile Cyclohexanon und
15 Gew.-Teile eines Polyethylenglykolethers.

Die Testpflanzen wurden in einem Gewächshaus 20 Tage lang gezogen. Danach wurden die Resultate entsprechend folgender Bewertungstabelle beurteilt:

0: keine nennenswerte Schädigung
1: geringfügige Schädigung
2: leichte Schädigung
3: mäßige Schädigung
4: schwere Schädigung
5: vollständige Abtötung

Die Resultate sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 2 (Anwendung bei Unterwasserbedingungen)

Bei weiteren Versuchen wurden Töpfe mit Erde von Reisfeldern gefüllt und Reissaaten darin umgepflanzt. Danach wurde darin Saatgut der zwei in der Tabelle 2 angegebenen Unkrautarten ausgesät, die Töpfe mit Erde aufgefüllt und in einen Wassertank gestellt. Am dritten Tage nach der Aussaat wurden unverdünnte

Emulsionskonzentrate derselben Zusammensetzung wie in Beispiel 1 in den in Tabelle 2 angegebenen Mengen aufgebracht. Nach 25 Tagen wurde die Wirkung auf die Unkräuter und die Phytotoxizität auf den Reis, wie in Beispiel 1 angegeben, beurteilt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.

Wie aus Tabelle 2 ersichtlich, wurde bei Reis eine Phytotoxizität durch die erfindungsgemäß eingesetzten Verbindungen nicht nachgewiesen, so daß sie auch zur Anwendung in Reisanpflanzungen sehr gut geeignet sind.

Tabelle 1

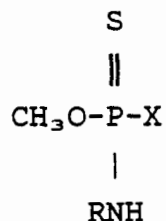
Test-Verbindung	Menge an Wirkstoff g/ar	Wirkung auf				
		Hühnerhirse	großes Fingergras	Portula. oleracea	Mono-choria	Rettich
I	50	5	5	5	5	0
	22	4	5	4	4	0
	8	3	3	4	3	0
II	50	5	4	5	5	0
	22	5	3	4	5	0
	8	4	3	3	3	0
III	50	5	5	5	5	0
	22	5	4	4	4	0
	8	3	3	3	3	0
IV	50	5	5	5	5	0
	22	5	5	5	5	0
	8	5	5	4	5	0
V	50	5	5	5	5	0
	22	5	5	5	5	0
	8	4	4	4	4	0

Tabelle 2

Test- Verbin- dung	Menge an Wirkstoff g/ar	Hühner hirse	Wirkung auf Portula. oleracea	Reis
I	50	5	5	0
	25	4	4	0
	12	4	3	0
II	50	5	5	0
	25	5	4	0
	12	4	3	0
III	50	5	5	0
	25	4	4	0
	12	3	3	0
IV	50	5	5	0
	25	5	5	0
	12	5	5	0
V	50	5	5	0
	25	5	5	0
	12	5	4	0

DOKUMENT I (Stand der Technik)

Verfahren zur Bekämpfung von Unkraut mit einem herbiziden Mittel, das als Wirkstoff eine Verbindung der folgenden allgemeinen Formel enthält



10 wobei R Wasserstoff oder ein Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen ist und X folgende Bedeutung hat: 2.4-Dichlorphenyloxy oder 2.4.5-Trichlorphenyloxy.

Das Herbizid auf Basis einer oder mehrerer Verbindungen der obigen Formel unterdrückt vollständig oder in weitgehendem Maße das Wachstum einjähriger Unkräuter, insbesondere unerwünschter Grasarten in Kulturen von Nutzpflanzen wie Baumwolle und Mais. Es eignet sich aber auch besonders gut zur Bekämpfung von Unkraut und unerwünschten Grasarten in Rasenflächen (Dauergrasflächen).

20 Eine selektive Unkrautbekämpfung ist mit diesem Mittel also möglich. Allerdings muß die Menge des Mittels in Kulturen von Nutzpflanzen genau kontrolliert werden, da zu hohe Dosen eine leicht schädigende Auswirkung auf die Nutzpflanzen haben können.

25 Die einzusetzende Menge des Herbizids hängt von der Bodenstruktur und der zu bekämpfenden unerwünschten Vegetation ab. Für eine sehr

30

35

wirksame und selektive Bekämpfung von Unkräutern wird im allgemeinen eine Menge von 10 bis 17 kg Wirkstoff pro Hektar (kg/ha) der zu behandelnden Fläche eingesetzt.

5 Der Wirkstoff kann sowohl in Pulverform als auch als flüssiges Mittel zur Anwendung kommen. Die feste Form wird vielfach bevorzugt, da die flüssige Form nur eine begrenzte Lagerfähigkeit besitzt.

10 Anwendungsbeispiel

Aus einem Konzentrat von O-Methyl-N-isopropylamido-O-(2.4-dichlorphenyl)thionophosphat wurden zwei wäßrige Suspensionen hergestellt, von denen eine 0,02 kg/l und die andere 0,015 kg/l an aktivem Stoff
15 enthielt. Mit diesen Suspensionen wurde jeweils ein Areal von Kentucky-Bluegrass behandelt, das sehr stark mit "Crab-grass" durchsetzt war. Das herbizide Mittel wurde mit handelsüblichen Sprühgeräten in einer Menge von 160 bzw. 110 g/ar auf die Versuchsfelder aufgebracht. Ein nebenan liegendes zum Vergleich
20 dienendes Feld wurde unbehandelt gelassen.

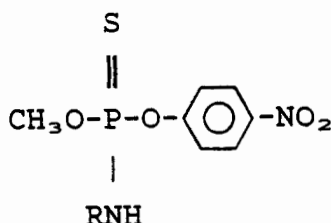
Nach 4 Monaten konnte festgestellt werden, daß das Crab-grass auf den behandelten Testfeldern zu 98% bzw. 82% zurückgegangen war. Das Kentucky-Bluegrass hatte nicht gelitten. Das Wachstum dieses Grases
25 war sogar üppiger als im Vergleichsfeld.

30

35

DOKUMENT II (Stand der Technik)

Die Erfindung betrifft die Bereitstellung neuer Herbizide, die als Wirkstoff eine Verbindung der folgenden Strukturformel enthalten



10 worin R ein Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen bedeutet.

Diese mit einer Nitrogruppe an der Phenylgruppe substituierten Derivate der Amidothionophosphorsäure haben als Herbizide ein breiteres Wirkungsspektrum als bekannte ähnliche Verbindungen.

15

Bei Anwendung der erfindungsgemäßen Herbizide in einer mäßig großen Wirkstoffdosierung von etwa 6 bis 8 kg/ha wird das Wachstum vieler breitblättriger Unkrautarten und Grasarten sehr stark gehemmt, während irgendeine Schädigung der Kulturpflanzen wie Reis, Soja, 20 Hülsenfrüchte und Baumwolle dabei nicht beobachtet wurde. Um das Wachstum der Unkrautarten vollständig zu unterdrücken und eventuell jedes Unkraut auszurotten, muß das herbizide Mittel in einer Wirkstoffmenge von etwa 10 bis 15 kg/ha eingesetzt werden. Eine gewisse Phytotoxizität gegenüber Nutzpflanzen kann dabei allerdings 25 auftreten, weswegen eine solche Konzentration vorzugsweise im Vorauflaufverfahren zur Anwendung kommt.

Ihre beste Wirkung zeigen die erfindungsgemäßen Herbizide im

30

35

allgemeinen, wenn sie vor dem Keimen des Unkrauts ausgebracht werden. Die reguläre Keimung der Unkrautsamen wird dann verhindert.

Der Wirkstoff entsprechend obiger Formel kann in Form von Stäubemitteln, Granulaten oder in wäßriger Form, als Lösung oder Dispersion, zur Anwendung kommen.

Beispiel 1

20 Gew.-Teile der erfindungsgemäßen Verbindung O-Methyl-N-isopropylamido-O-(4-Nitrophenyl)-thionophosphorsäureester wurden mit 75 Gew.-Teilen Bentonit und 5 Gew.-Teilen Natriumalkylbenzolsulfonat durch Mischen und Mahlen zu einem benetzbaren Pulver verarbeitet, das dann nach Vermischung mit Wasser zur Anwendung kommt.

Beispiel 2

200 g der gleichen Verbindung wie in Beispiel 1 wurden unter Erhitzen in Xylol gelöst. Die Lösung wurde dann auf Tongranulate aufgesprüht, so daß ein Granulat mit 10% Wirkstoff erhalten wurde.

Beispiel 3

Mit den in den Beispielen 1 und 2 bereiteten herbiziden Mitteln wurden Gewächshausversuche durchgeführt. Es wurde dabei festgestellt, daß bei einer Wirkstoffdosis von 6 bis 7 kg/ha das Wachstum von Unkräutern wie wildem Hafer (*avena fatua*), Senfkraut (*sinapsis alba*) und, in etwas geringerem Maße, von Hirse weitgehend gehemmt wurde, während die Nutzpflanzen Mais und Sojabohnen nicht geschädigt wurden.

DOKUMENT III (Stand der Technik)

Die Erfindung betrifft Derivate der Amidothionophosphorsäure der allgemeinen Strukturformel



10 wobei R^1 Wasserstoff oder einen Methylrest, R^2 einen Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen, R^3 einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen und das eine X einen Nitrorest und das andere X Wasserstoff oder einen Methylrest bedeuten.

15 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen läßt man ein in 2- oder 5-Stellung durch eine Nitrogruppe substituiertes Phenol, das in der nicht durch die Nitrogruppe besetzten 2- bzw. 5-Stellung gegebenenfalls zusätzlich durch eine Methylgruppe substituiert ist, mit Phosphorthiochlorid reagieren. Dieses Zwischenprodukt setzt man
20 in zwei aufeinanderfolgenden Stufen zunächst mit einem niederen aliphatischen Alkohol und dann mit einem primären oder sekundären Amin um.

Die so hergestellten Verbindungen werden insbesondere zur Modifi-
25 zierung von Kunstharzen und als Zusatz für Hochdruck-Öle eingesetzt.

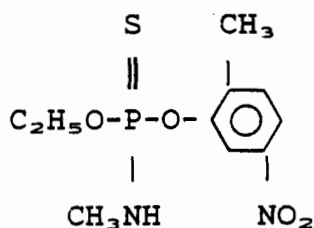
Es wurde übrigens festgestellt, daß Verbindungen der oben angegebenen allgemeinen Formel, die in 5-Stellung der Phenylgruppe eine
30

35

Methylgruppe tragen, weniger günstige Gebrauchseigenschaften zeigen.

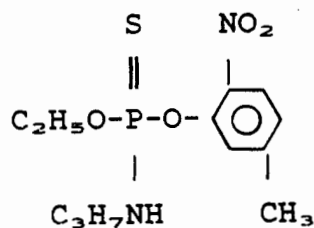
Beispiel 1

1 mol 2-Methyl-5-Nitrophenol wurde mit 1 mol Phosphorthiochlorid zum O-(2-Methyl-5-nitrophenyl)-thionophosphordichlorid umgesetzt, welches anschließend zunächst mit 2 mol Ethanol verestert und dann mit 1 mol Methylamin zum Produkt folgender Formel amidiert wurde:



Beispiel 2

Beispiel 1 wurde wiederholt mit den Abänderungen, daß das eingesetzte Phenol durch 2-Nitro-5-methylphenol und Methylamin durch Propylamin ersetzt wurden. Das so erhaltene Produkt hatte die Formel



Beispiel 3

Beispiel 1 wurde wiederholt mit der Abänderung, daß 2-Nitrophenol als Ausgangsverbindung eingesetzt wurde. Das so erhaltene Produkt hatte die Formel

