

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁGORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATALSZABADALMI
LEÍRÁS

SZOLGÁLATI TALÁLMÁNY

(11) 184 319

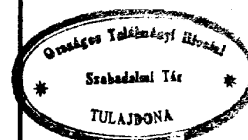
A bejelentés napja: (22) 80. 08. 27.

(21) 2119/80

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO₃A 01 N 57/10;
C 07 F 9/38

A közzététel napja: (41) (42) 83. 07. 28.

Megjelent: (45) 86. 09. 30.



Feltaláló(k): (72)

Cserhádi Zoltánné, 6 %, Balassagyarmat, dr. Kaptás Tibor, 6 %, Eger, Csete Sándor, 5 %, Miskolc, mezőgazd. szakmérnökök, dr. Görög Lászlóné, okl. vegyész, 20 %, Budapest, Bodnár László, vegyészmérnök, 15 %, Budaörs, Dudar Erzsébet, kémia-fizika tanár, 10 %, Budapest, Kocsis Jenőné, 4 %, Budapest, Gaál Sándor, 4 %, Szigethalom, vegyészmérnökök, Tasnádi Márta, 4 %, Budapest, dr. Egyházi Sándorné, 4 %, Varga M. Valéria, 4 %, Budapest, vegyésztechnikusok, Kajati István, 4 %, Kiss György, 6 %, Molnár János, 4 %, Tóth Bertalan 4 %, mezőgazd. szakmérnökök, Budapest

Szabadalmaz: (73)

Borsodi Vegyi Kombinát, Kazincbarcika

(54)

HATÓANYAGKÉNT FOSZFONSAV-MONOÉSZTER-SÓKAT TARTALMAZÓ FUNGICID KÉSZÍTMÉNYEK
ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAG ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány tárgya olyan fungicid készítmény növények gombakártevőinek irtására, amely hatóanyagként valamely (I) általános képletű vegyületet tartalmaz – a képletben

R₁ 1–13 szénatomos egyenes vagy elágazó szénláncú alkilcsoportot jelent;

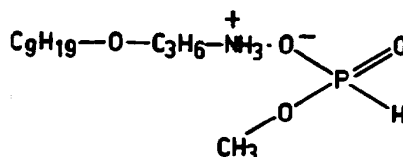
R₂ jelentése 6–20 szénatomos alkilcsoport, az alkoxi-részben 1–16, az alkilrészben 1–4 szénatomos alkoxi-alkil-csoport, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport, furfuril-, ciklopentil-, cikloheptil-, tiazolil-, tiazolinil-, triazolinil-, piridil-, pikolil-, benzimidazolil-, piperonil-, pirimidinilcsoport, klóratommal és/vagy amino-csoporttal szubsztituált fenil-csoport, 2–4 szénatomos alkenil-, 2–4 szénatomos alkinil-, amino-(1–6 szénatomos alkil)-, az alkilrészekben 1–4 szénatomos alkil-amino-alkil- vagy (1–4 szénatomos alkil)-foszfonát-ammónium-(1–6 szénatomos alkil)-csoport;

R₃ jelentése hidrogénatom vagy 2–4 szénatomos alkenil-, 1–15 szénatomos alkil- vagy (1–4 szénatomos alkoxi)-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R₄ hidrogénatomot vagy 1–15 szénatomos alkilcsoportot jelent,

1–95 súly% mennyiségben, szilárd és/vagy cseppfolyós közömbös vivőanyagok – előnyösen természetes kőliszt vagy aromás oldószer – és adott esetben felületaktív szerek – előnyösen alkil-aril-poliglikol-éter – kíséretében.

A találmány tárgya a hatóanyagok előállítása is.



(1)

A találmány hatóanyagként új foszfonsav-monoészter-sókat tartalmazó fungicid készítményekre, és az új foszfonsav-monoészter-sók előállítására vonatkozik.

Közelebbről a találmány szerinti fungicid készítmények, amelyek a növényeken elősködő gombakártevők irtására alkalmasak, hatóanyagként valamelyen (I) általános képletű vegyületet tartalmaznak – a képletben

R_1 1–13 szénatomos egyenes vagy elágazó szénláncú alkilcsoportot jelent;

R_2 jelentése 6–20 szénatomos alkilcsoport, az alkoxi-részben 1–16, az alkilrészben 1–4 szénatomos alkoxi-alkil-csoport, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport, furfuril-, ciklopentil-, cikloheptil-, tiazolil-, tiazolil-, tiazolinil-, triazolinil-, piridil-, pikolil-, benzimidazolidil-, piperonil-, pirimidinilcsoport, klóratommal és/vagy amini-csoporttal szubsztituált fenilcsoport, 2–4 szénatomos alkenil-, 2–4 szénatomos alkinil-, amino-(1–6 szénatomos alkil)-, az alkilrészben 1–4 szénatomos alkil-amino-alkil-vagy (1–4 szénatomos alkil)-foszfonát-ammónium-(1–6 szénatomos alkil)-csoport;

R_3 jelentése hidrogénatom vagy 2–4 szénatomos alkenil-, 1–15 szénatomos alkil- vagy (1–4 szénatomos alkoxi)-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R_4 jelentése hidrogénatom vagy 1–15 szénatomos alkilcsoport.

Bár rokon származékok előállításáról és fungicidként történő felhasználásáról találhatók adatok a szakirodalomban, az (I) általános képletű vegyületek – R_1 , R_2 , R_3 és R_4 a fenti jelentésű – mindeddig ismeretlenek voltak.

Rokon szerkezetű vegyületek előállítását és fungicidként történő felhasználását ismertetik például a következő publikációk:

- Journal of Gen. Chem. USSR 42, 1924. (1972);
- Chemical Abstracts 81. P 14003 n;
- Chem. Ber. 90, 811;
- 179 272, PE-936. és 175 281. számú közzétett magyar szabadalmi bejelentések;
- 1 302 894. számú EK-beli és 2 456 627. számú NSZK-beli szabadalmi leírások.

A 179 272. számú közzétett magyar szabadalmi bejelentésben hatóanyagként (A) általános képletű vegyületeket tartalmazó fungicid készítmények kerülnek ismertetésre. Az (A) általános képletben:

R adott esetben halogénezett, 1–18 szénatomos – előnyösen 1–8 szénatomos – egyenes vagy elágazó szénláncú alkilcsoportot, 1–8 szénatom – előnyösen 1–5 szénatomos – alkenilcsoportot vagy alkinilcsoportot, 1–5 szénatomos alkoxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoportot, 3–6 szénatomos cikloalkilcsoportot, fenilcsoportot, fenil-(1–4 szénatomos alkil)-csoportot vagy tetrahydrofurfuril-csoportot jelent;

M^+ hidrogéniont, ammóniumkationt vagy 1–4 alkilcsoporttal, 1–5 szénatomos hidroxil-alkil-csoporttal vagy fenilcsoporttal szubsztituált ammóniumcsoportot, alkálifém-kationt – előnyösen nátrium- vagy káliumiont – alkáliföldfém-kationt – előnyö-

sen magnézium-, bárium- vagy kalciumiont –, vagy többértékű fémkationt, előnyösen cink-, mangán-, réz(I)-, réz(II)-, vas-, nikkel- vagy alumíniumiont képvisel; és

n értéke M vegyértékével megegyező szám.

Kísérleteink során felismertük, hogy az általunk előállított új (I) általános képletű vegyületeket – R_1 , R_2 , R_3 és R_4 a korábban megadott jelentésű – hatóanyagként tartalmazó készítmények fungicid hatás szempontjából felülműlják a jelenlegi gyakorlatban bevált, alumínium-etil-foszfonát hatóanyagot tartalmazó, forgalomban levő fungicid készítmények hatását.

A találmány szerinti készítményekben felhasznált foszfonsav-monoészter-sók, amelyek az (I) általános képlettel foglalhatók össze, úgy állíthatók elő, hogy

a) (II) általános képletű vegyületet – a képletben R_1 a korábban megadott jelentésű – (III) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 és R_4 a korábban megadott jelentésű – vagy annak hidrokloridjával vagy hidrobromidjával reagáltatunk, vagy

b) (IV) általános képletű vegyületet – a képletben R_1 a korábban megadott jelentésű – (III) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 és R_4 a tárgyi körben megadott jelentésű – reagáltatunk, vagy

c) (V) általános képletű vegyületet – a képletben R_1 a korábban megadott jelentésű – (VI) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 és R_4 a korábban megadott jelentésű – reagáltatunk.

A találmány szerinti a) eljárásváltozat esetében célszerűen vizes, vagy szerves oldószeres közegben, vagy víz és szerves oldószer elegyéből álló közegben játszadjuk le a reakciót. A reakcióhőmérséklet a felhasznált konkrét anyagoktól függően igen tág tartományban változtatható, általában azonban 0–150 °C, előnyösen 20–110 °C, még előnyösebben a visszafolytatás hőmérséklete.

A találmány szerinti b) eljárásváltozatnak megfelelő reakciót szerves oldószeres közegben célszerű kivitelezni. Oldószerként például benzol, toluol, xilol, kloroform, triklór-etilén alkalmazható. A reakcióhőmérséklet a felhasznált konkrét vegyületektől függően itt is tág tartományban változtatható, általában azonban 0–120 °C hőmérsékleten, előnyösen a visszafolytatás hőmérsékletén dolgozunk.

A találmány szerinti c) eljárásváltozat esetében vizes közegben lehet reagáltatni a kiindulási anyagokat. A hőmérséklet ennél az eljárásváltozatnál is tág határok között változtatható, előnyösen 0 °C és 100 °C, legelőnyösebben +5 °C és +35 °C között van.

A találmány szerinti készítményekben hatóanyagként felhasználható (I) általános képletű foszfonsav-monoészter-sók néhány jellegzetes képviselőjét a következő, I. táblázatban nevezzük meg. A táblázatban a megadott vegyületek előállításának módját, a kitermelést és a vegyület fizikai-kémiai jellemzőit is feltüntetjük. A megadott analízis-értékeket súly%-ban tüntettük fel.

Találmányunk további részleteit a következő példákkal szemléltetjük anélkül, hogy a példákra kívánnánk korlátozni. A megadott analíziseredmények súly%-ban értendők.

I. táblázat

A vegyület képlet-száma	A vegyület kémiai neve	Eljárás-változat	Hozam (%)	Fizikai állandó (törésmutató o.p.)	Számított foszfortartalom (%)	Talált foszfortartalom (%)	Számított Talált nitrogéntartalom (%)	Talált nitrogéntartalom (%)
(1)	3-izononil-oxi-propil-ammónium-metil-foszfónát	a)	94,8	$n_D^{29} = 1,4482$	10,42	10,30	4,71	4,57
(2)	3-etoxi-propil-ammónium-metil-foszfónát	a)	98,9	$n_D^{27} = 1,4427$	15,56	15,37	7,03	6,94
(3)	3-metoxi-propil-ammónium-metil-foszfónát	a)	99,9	$n_D^{30} = 1,4449$	16,73	16,45	7,56	7,14
(4)	3-butiloxi-propil-ammónium-metil-foszfónát	a)	99,4	$n_D^{30} = 1,4420$	13,64	13,63	6,16	6,06
(5)	3-etoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,9	$n_D^{22} = 1,4445$	14,53	14,05	6,56	6,69
(6)	3-metoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	94,3	$n_D^{30} = 1,4440$	15,56	15,48	7,03	7,17
(7)	3-izononiloxi-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,9	$n_D^{30} = 1,4485$	9,95	9,73	4,49	4,28
(8)	3-butiloxi-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,7	$n_D^{30} = 1,4438$	12,84	12,05	5,80	5,27
(9)	furfuril-ammónium-metil-foszfónát	a)	90,5	112–115 °C	16,04	15,97	7,25	7,14
(10)	ciklopentil-ammónium-metil-foszfónát	a)	99	$n_D^{30} = 1,4463$	17,10	16,93	7,73	7,35
(11)	1-metil-2-fenoxi-etil-ammónium-etil-foszfónát	a)	81,9	95–96 °C	11,86	11,27	5,36	5,29
(12)	diallil-ammónium-etil-foszfónát	a)	93,4	$n_D^{30} = 1,4562$	14,95	15,02	6,75	6,05
(13)	allil-ammónium-etil-foszfónát	a)	73,0	$n_D^{25} = 1,4517$	18,54	18,40	8,37	8,52
(14)	1-propin-3,3-dimetil-ammónium-etil-foszfónát	a)	60,5	$n_D^{30} = 1,4481$	16,04	16,75	7,25	7,32
(15)	metil-diallil-ammónium-etil-foszfónát	a)	66,4	$n_D^{30} = 1,4462$	14,01	14,12	6,33	6,18
(16)	tiazolil-2-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,1	$n_D^{25} = 1,5068$	14,76	14,57	13,32	13,20
(17)	piridin-2-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,5	$n_D^{25} = 1,5092$	15,18	15,05	13,72	13,60
(18)	piridin-4-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	84	$n_D^{25} = 1,5312$	15,18	15,02	13,72	13,60
(19)	piridin-3-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,9	$n_D^{25} = 1,5213$	15,18	15,03	13,72	13,60
(20)	3-pikolil-ammónium-etil-foszfónát	a)	93,0	$n_D^{25} = 1,5130$	14,20	14,03	12,83	12,34
(21)	4-tiazolin-3-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,0	$n_D^{25} = 1,5202$	14,60	14,22	13,20	13,07
(22)	cilopentil-ammónium-etil-foszfónát	a)	91,7	$n_D^{30} = 1,4622$	15,87	15,69	7,17	7,19
(23)	3,4-diklór-fenil-ammónium-etil-foszfónát	a)	72,5	64–66 °C	11,39	11,12	5,14	5,11
(23)		b)	52,8	66–67 °C	11,39	11,07	5,14	5,11
(24)	2-benzimidazolil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,0	155–160 °C	12,74	12,25	17,27	16,90
(25)	2-metoxi-etil-ammónium-etil-foszfónát	a)	84,5	$n_D^{30} = 1,4425$	16,73	16,38	7,56	7,42
(26)	1,2,4-triazol-3-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	89,6	65–70 °C	15,96	15,07	28,85	29,30
(27)	furfur-2-il-ammónium-i.propil-foszfónát	a)	95,4	$n_D^{30} = 1,4648$	14,01	14,27	6,33	5,80
(28)	3-amino-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,5	$n_D^{26} = 1,4688$	16,82	16,70	15,20	14,90
(29)	2-amino-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,1	$n_D^{26} = 1,4642$	16,82	16,90	15,20	14,52
(30)	6-amino-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,9	$n_D^{26} = 1,4678$	13,69	13,11	12,38	12,10

1		184 319			2			
A vegyület képletszáma	A vegyület kémiai neve	Eljárás-változat	Hozam (%)	Fizikai állandó (törésmutató o.p.)	Számított foszfortartalom (%)	Talált foszfortartalom (%)	Számított nitrogéntartalom (%)	Talált nitrogéntartalom (%)
(31)	3,3-dimetil-amino-propil-ammónium-etil-foszfónát	a)	94,6	$n_D^{26} = 1,4536$	14,60	14,78	13,19	12,90
(32)	nonil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,5	$n_D^{29} = 1,443$	12,24	12,10	5,53	5,82
(33)	tetradecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,8	45–46 °C	9,58	10,12	4,33	4,50
(34)	hexadecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,0	50–52 °C	8,82	8,92	3,98	4,10
(35)	oktadecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	93,2	54–56 °C	8,17	8,69	3,69	3,68
(36)	pentadecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,5	48–52 °C	9,18	9,04	4,15	4,11
(37)	decil-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,7	$n_D^{23} = 1,4472$	11,59	11,55	5,23	4,99
(38)	piperonil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,6	57–59 °C	11,87	11,60	5,36	5,26
(39)	bisz(2-metoxi-etil)-ammónium-etil-foszfónát	a)	92,0	$n_D^{25} = 1,4460$	12,74	12,73	5,76	5,86
(40)	cikloheptil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,0	$n_D^{23} = 1,4736$	13,86	13,81	6,27	6,20
(41)	2-etil-1-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,3	$n_D^{25} = 1,4472$	12,95	12,81	5,85	5,92
(42)	bisz(2-etilhexil)-ammónium-etil-foszfónát	a)	89,2	$n_D^{25} = 1,4530$	8,82	8,86	3,98	3,92
(43)	4-amino-fenil-ammónium-etil-foszfónát	a)	94,0	190–194 °C	14,21	14,00	12,84	12,80
(44)	2-amino-fenil-ammónium-tridecil-foszfónát	b)	53,7	87–91 °C	8,32	8,28	7,52	7,44
(45)	pirimidin-2-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	96,0	57–60 °C	15,10	14,90	20,48	20,30
(46)	4-amino-fenil-ammónium-tridecil-foszfónát	c)	93,5	98–102 °C	8,32	8,22	7,52	7,20
(47)	hexametilén-di-(ammónium-etil-foszfónát)	a)	96,3		18,43	18,20	8,32	8,10
(48)	1,2-propán-di-(ammónium-etil-foszfónát)	a)	99,8	$n_D^{30} = 1,4619$	21,06	20,90	9,52	8,99
(49)	1,3-propán-di-(ammónium-etil-foszfónát)	a)	98,9	$n_D^{30} = 1,4655$	21,06	20,40	9,52	9,49
(50)	N,N-diallil-2-etil-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	85,7	$n_D^{29} = 1,4532$	9,70	9,20	4,38	4,42
(51)	4-klór-benzotiazol-2-il-ammónium-etil-foszfónát	a)	54,5	90–93 °C	10,51	10,42	9,50	9,11
(52)	N,N-diallil-etanol-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,7	$n_D^{30} = 1,4726$	12,33	12,05	5,57	5,40
(53)	tridecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,0	40–41 °C	10,02	9,98	4,53	4,37
(54)	dodecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,0	31–33 °C	10,49	10,30	4,74	4,38
(55)	ciklopropil-metil-ammónium-etil-foszfónát	a)	96,1	$n_D^{27,5} = 1,4532$	17,11	17,07	7,73	7,60
(56)	2-etil-1,3,4-tiadiazol-5-il-ammónium-etil-foszfónát	b)	98,0	$n_D^{25} = 1,5031$	12,96	12,80	17,56	17,48
(57)	N-benzil-izopropil-ammónium-etil-foszfónát	a)	94,5	$n_D^{23} = 1,5035$	11,95	11,87	5,40	5,67
(58)	dibenzil-ammónium-etil-foszfónát	a)	91,7	82–88 °C	10,08	9,96	4,55	4,58
(59)	benzil-ammónium-etil-foszfónát	a)	95,7	$n_D^{23} = 1,5145$	14,27	14,12	6,44	6,34
(60)	difenil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,4	46–47 °C	11,09	11,07	5,01	4,99
(61)	N-metil-N,N-di-tridecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	97,2	$n_D^{27,5} = 1,4598$	6,13	6,05	2,77	2,85

A vegyület képlet-száma	A vegyület kémiai neve	Eljárás-változat	Hozam (%)	Fizikai állandó (törésmutató o.p.)	Számított foszfortartalom (%)	Talált foszfortartalom (%)	Számított Talált nitrogéntartalom (%)	Talált nitrogéntartalom (%)
(62)	N,N-dimetil-2-etil-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	71,9	$n_D^{25} = 1,4465$	11,59	11,40	5,24	5,20
(63)	di-tridecil-ammónium-etil-foszfónát	a)	96,7	$n_D^{25} = 1,4585$	6,30	6,20	2,85	2,80
(64)	3-sztearil-oxipropil-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,2	49–52 °C	7,08	7,05	3,20	3,25
(65)	3-tridecil-oxipropil-ammónium-etil-foszfónát	a)	98,9	$n_D^{26,5} = 1,4555$	8,43	8,47	3,81	3,92
(66)	tri-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,5	$n_D^{26,5} = 1,4505$	8,17	8,10	3,69	3,85
(67)	di-hexil-ammónium-etil-foszfónát	a)	99,5	$n_D^{25} = 1,4450$	10,49	10,57	4,74	4,65

Hatóanyag előállítási példák

1. példa

20

3-izononil-oxi-propil-ammónium-metil-foszfónát ((1) képletű vegyület/ előállítása

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml metanol elegyéhez szobahőmérsékleten 15 perc alatt hozzá-csepegtettük 20,13 g (0,1 mól) 3-izononil-oxi-propil-amin és 30 ml metanol oldatát. Az elegyet 4 órán át visszafolyás hőmérsékletén kevertük, majd az oldószert és a reagálatlan dimetil-foszfítot vákuumban ledesztillál-tuk. 28,2 g 3-izononil-oxi-propil ammónium-metil-foszfónátot kaptunk. Hozam 94,8 %.

Az olajos termék talált széntartalma 52,29 %, számí-tott 52,49 %. Talált hidrogéntartalom: 10,68 %, számí-tott 10,84 %.

Talált nintrogéntartalom: 4,57 %, számított: 4,71 %. Talált foszfortartalom: 10,30 %, számított: 10,42 %. A termék vékonyrétegkromatográfiás vizsgálat szerint egységes, IR vizsgálat szerint megfelel a feltételezett szer-kezeti képletnek.

Jellemző sávjai a következők:

2900 (széles sáv)	νNH_3^+	1210 cm^{-1}	$\nu\text{P=O}$
2320 cm^{-1}	νPH	1115	$\nu\text{C=O-C}$
1630	δNH_3^+	1055	$\nu_{\text{as}}\text{P-O-C}$
1540		990	$\nu\text{P-O}$
1460			
1380	$\delta\text{CH}_2, \delta\text{CH}_3$	770	$\nu_s\text{P-O-C}$
1365			

2. példa

3-etoxi-propil-ammónium-metil-foszfónát ((2) képletű vegyület/ előállítása

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml me-tanol elegyét 10,31 g (0,1 mól) 3-etoxi-propil-amin és 30 ml metanol elegyével az 1. példánál leírt módon rea-gáltattuk. 19,7 g 3-etoxi-propil-ammónium-metil-foszfó-nátot nyertünk, ami 98,9 %-os hozamnak felel meg. A folyadék törésmutatója (n_D^{27}) = 1,4427. Talált széntar-talma: 35,2 % számított: 36,17 %. Talált hidrogéntarta-lom: 9,05 %, számított: 9,10 %. Talált nitrogéntartalom: 6,94 %, számított: 7,03 %. Talált foszfortartalom: 15,37 %, számított: 15,56 %. A termék vékonyréteg-kro-matográfiás vizsgálat szerint egységes.

3. példa

3-metoxi-propil-ammónium-metil-foszfónát ((3) kép-letű vegyület/ előállítása

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml me-tanol elegyét 8,91 g (0,1 mól) 3-metoxi-propil-amin és 30 ml metanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 18,5 g 3-metoxi-propil-ammónium-metil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 99,9 %. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4449. Talált széntartalom: 31,2 %, számított: 32,42 %. Talált hidrogéntartalom: 8,63 %, számított: 8,70 %. Talált nitrogéntartalom: 7,14 %, számított: 7,56 %. Talált foszfortartalom: 16,45 %, számított: 16,73 %. A termék vékonyréteg-kro-matográfiás vizsgálat szerint egységes. IR vizsgálat szerint megfelel a feltételezett szerkezeti képletnek.

Jellemző sávjai a következők:

2900 (széles sáv)	νNH_3^+	1210 cm^{-1}	$\nu\text{P=O}$
2320 cm^{-1}	νPH	1115	$\nu\text{C-C-C}$
1630	δNH_3^+	1055	$\nu_{\text{as}}\text{P-O-C}$
1540		990	$\nu\text{P-O}$
1460			
1380	$\delta\text{CH}_2, \text{CH}_3$	770	$\nu_s\text{P-O-C}$
1365			

4. példa

3-butil-oxi-propil-ammónium-metil-foszfónát ((4) képletű vegyület/ előállítása

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml me-tanol elegyét 13,12 g (0,1 mól) 3-butil-oxi-propil-amin és 30 ml metanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 22,6 g 3-butil-oxi-propil-ammónium-metil-foszfónátot nyertünk.

Hozam: 99,4 %. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4420. Talált széntartalom: 41,30 %, számított: 42,27 %. Talált hidrogéntartalom: 9,54 %, számított: 9,75 %. Talált nitrogéntartalom: 6,06 %, számított: 6,16 %. Talált foszfortartalom: 13,63 %, számított: 13,64 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes. IR vizsgálat szerint megfelel a felté-telezett szerkezeti képletnek.

5. példa

3-etoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát *[(5) képletű vegyület/ előállítása]*

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 10,31 g (0,1 mól) 3-etoxi-propil-amin és 30 ml etanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 21,3 g (99,9 %-os hozammal) 3-etoxi-propil-ammónium-etil-foszfónátot nyertünk. A folyadék törésmutatója (n_D^{22}) = 1,4445. Talált széntartalom: 39,20 %, számított: 39,42 %. Talált hidrogéntartalom: 9,30 %, számított: 9,45 %. Talált nitrogéntartalom: 6,69 %, számított: 6,56 %. Talált foszfortartalom: 14,05 %, számított: 14,53 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

6. példa

3-metoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát *[(6) képletű vegyület/ előállítása]*

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 8,91 g (0,1 mól) 3-metoxi-propil-amin és 30 ml etanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 18,8 g 3-metoxi-propil-ammónium-etil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 94,3 %. A folyadék törésmutatója: (n_D^{30}) = 1,4440. Talált széntartalom: 35,97 %, számított: 36,17 %. Talált hidrogéntartalom: 9,28 %, számított: 9,10 %. Talált nitrogéntartalom: 7,17 %, számított: 7,03 %. Talált foszfortartalom: 15,48 %, számított: 15,56 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

7. példa

3-izononil-oxi-propil-ammónium-etil-foszfónát *[(7) képletű vegyület/ előállítása]*

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 20,13 g (0,1 mól) 3-izononil-oxi-propil-amin és 30 ml etanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. Hozam: 97,9 %. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4485. Talált széntartalom: 53,80 %, számított: 53,99 %. Talált hidrogéntartalom: 10,97 %, számított: 11,0 %. Talált nitrogéntartalom: 4,28 %, számított: 4,49 %. Talált foszfortartalom: 9,73 %, számított: 9,95 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

8. példa

3-butiloxi-propil-ammónium-etil-foszfónát *[(8) képletű vegyület/ előállítása]*

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 13,12 g (0,1 mól) 3-butil-oxi-propil-amin és 30 ml etanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 23,1 g 3-butil-oxi-propil-ammónium-etil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 95,7 %. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4438. Talált széntartalom: 43,87 %, számított: 44,79 %. Talált hidrogéntartalom: 9,72 %, számított: 10,02 %. Talált nitrogéntartalom: 5,27 %, számított: 5,80 %. Talált foszfortartalom: 12,05 %, számított: 12,84 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

9. példa

Furfuril-ammónium-metil-foszfónát *[(9) képletű vegyület/ előállítása]*

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml metanol elegyét 9,71 g (0,1 mól) furfuril-amin és 30 ml metanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 17,3 g furfuril-ammónium-metil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 90,5 %. A termék 112–115 °C-on olvad. Talált széntartalom: 37,02 %, számított: 37,30. Talált hidrogéntartalom: 6,23 %, számított: 6,26 %. Talált nitrogéntartalom: 7,14 %, számított: 7,25 %. Talált foszfortartalom: 15,97 %, számított: 16,04 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

10. példa

Ciklopentil-ammónium-metil-foszfónát *[(10) képletű vegyület/ előállítása]*

11 g (0,1 mól) dimetil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml metanol elegyét 8,51 g (0,1 mól) ciklopentil-amin és 30 ml metanol elegyével az 1. példánál ismertetett módon reagáltattuk, 18,0 g ciklopentil-ammónium-metil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 99 %. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4463. Talált széntartalom: 40,02 %, számított: 39,76 %. Talált hidrogéntartalom: 9,06 %, számított: 8,90 %. Talált nitrogéntartalom: 7,35 %, számított: 7,73 %. Talált foszfortartalom: 16,93 %, számított: 17,10 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

11. példa

1-metil-2-fenoxi-etil-ammónium-etil-foszfónát *[(11) képletű vegyület/ előállítása]*

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 15,12 g (0,1 mól) 1-metil-2-fenoxi-etil-amin és 30 ml etanol elegyével reagáltattuk az 1. példánál ismertetett módon. 21,4 g 1-metil-2-fenoxi-etil-ammónium-etil-foszfónátot nyertünk. Hozam: 81,9 %. Olvadáspont: 95–96 °C. Talált széntartalom: 50,09 %, számított: 50,56 %. Talált hidrogéntartalom: 7,63 %, számított: 7,71 %. Talált nitrogéntartalom: 5,29 %, számított: 5,36 %. Talált foszfortartalom: 11,27 %, számított: 11,86 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

12. példa

3,4-diklór-fenil-ammónium-etil-foszfónát *[(23) képletű vegyület/ előállítása]*

12,0 g (0,05 mól) 3,4-diklór-anilin-hidro-bromidot, 21,0 g (0,15 mól) dietil-foszfítot 50 ml toluolban 108 °C belső hőmérsékleten reagáltattunk. A képződő etil-bromidot kidesztilláltuk. Az oldószer és a feleslegben levő dietil-foszfít vákuumban való ledesztillálása után sűrű olaj marad vissza. Az olaj éter hozzáadására kristályosodik. Hozam: 72,5 %. Olvadáspont: 64–66 °C. Talált széntartalom: 35,09 %, számított: 35,31 %. Talált hidrogéntartalom: 4,08 %, számított: 4,44 %. Talált foszfor-

tartalom: 11,12 %, számított: 11,39 %. Talált klórtartalom: 25,97 %, számított: 26,02 %. Talált nitrogéntartalom: 5,11 %, számított: 5,14 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

13. példa

3,4-diklór-fenil-ammónium-etil-foszfónát ((23) képletű vegyület/ előállítás)

6,08 g (0,044 mól) dietil-foszfít és 1,56 g (0,019 mól) foszfonsav elegyét 3 percig 150 °C-on kevertük, majd 4,86 g (0,003 mól) 3,4-diklór-anilin és 50 ml absz. toluol oldatát adtuk hozzá. Vákuumban másfél órán át 60 °C-on kevertük, majd vákuumdesztillálás után a visszamaradt olajos terméket kevés éterrel kevertük. A kivált kristályokat szűrtük és vákuumban szárítottuk. Olvadáspont: 66–67 °C. Hozam: 52,8 %. Talált széntartalom: 35,18 %, számított: 35,31 %. Talált hidrogéntartalom: 4,42 %, számított: 4,44 %. Talált nitrogéntartalom: 5,11 %, számított: 5,14 %. Talált klórtartalom: 26,02 %, számított: 26,06 %. Talált foszfortartalom: 11,07 %, számított: 11,39 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

14. példa

2-benzimidazolil-ammónium-etil-foszfónát ((24) képletű vegyület/ előállítás)

27,62 g (0,2 mól) dietil-foszfít és 20 ml víz elegyéhez 13,31 g (0,1 mól) 2-amino-benzimidazolt és 150 ml etanol adtunk. 5 órán át visszafolyás hőmérsékletén kevertük. Az oldószert és a dietil-foszfít felesleget vákuumban bepároltuk. A kapott kristályos anyagot foszfor-pentoxid felett szárítottuk. 155–160 °C-on olvadó 2-benzimidazolil-ammónium-etil-foszfónát kaptunk. Hozam: 95 %.

A termék talált foszfortartalma: 12,25 %, számított: 12,74 %. Talált nitrogéntartalom: 16,90 %, számított: 17,27 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

15. példa

Ciklopentil-ammónium-etil-foszfónát ((22) képletű vegyület/ előállítás)

13,81 g (0,1 mól) dietil-foszfít, 20 ml víz és 20 ml etanol elegyét 8,51 g (0,1 mól) ciklopentil-amin és 30 ml etanol elegyével az 1. példánál leírt módon reagáltattuk. 17,9 g ciklopentil-ammónium-etil-foszfónát nyertünk. A folyadék törésmutatója (n_D^{30}) = 1,4622. Hozam: 91,7 %. Talált foszfortartalom: 15,69 %, számított: 15,87 %. Talált nitrogéntartalom: 7,19 %, számított: 7,17 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

16. példa

Tetradecil-ammónium-etil-foszfónát ((33) képletű vegyület/ előállítás)

34,6 g (0,25 mól) dietil-foszfít, 50 ml víz és 50 ml

etanol elegyéhez 53,4 g (0,25 mól) tetradecil-amin és 70 ml etanol elegyét adtuk. 4 órán át visszafolyás hőmérsékletén kevertük, majd az oldószert vákuumban ledesztilláltuk. 80,7 g tetradecil-ammónium-etil-foszfónát nyertünk. Hozam: 99,8 %. Olvadáspont: 45–46 °C. Talált foszfortartalom: 10,12 %, számított: 9,58 %. Talált nitrogéntartalom: 4,50 %, számított: 4,33 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

17. példa

Hexadecil-ammónium-etil-foszfónát ((34) képletű vegyület/ előállítás)

34,6 g (0,25 mól) dietil-foszfít, 50 ml víz és 50 ml etanol elegyéhez 60,4 g (0,25 mól) hexadecil-amin és 70 ml etanol elegyét adtuk. 4 órán át visszafolyás hőmérsékletén kevertük, majd az oldószert vákuumban ledesztilláltuk. 85,2 g hexadecil-ammónium-etil-foszfónát nyertünk. Hozam: 97,0 %. Olvadáspont: 50–52 °C. Talált foszfortartalom: 8,92 %, számított: 8,82 %. Talált nitrogéntartalom: 4,10 %, számított: 3,98 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

18. példa

Oktadecil-ammónium-etil-foszfónát ((35) képletű vegyület/ előállítás)

34,6 g (0,25 mól) dietil-foszfít, 50 ml víz és 50 ml etanol elegyéhez 67,4 g (0,25 mól) oktadecil-amin és 70 ml etanol elegyét adtuk. 4 órán át visszafolyás hőmérsékletén kevertük, majd az oldószert vákuumban ledesztilláltuk. 88,5 g oktadecil-ammónium-etil-foszfónát kaptunk. Hozam: 93,2 %. Olvadáspont: 54–56 °C. Talált foszfortartalom: 8,69 %, számított: 8,17 %. Talált nitrogéntartalom: 3,68 %, számított: 3,69 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

19. példa

4-amino-fenil-ammónium-tridecil-foszfónát ((46) képletű vegyület/ előállítás)

51,66 g (0,1 mól) kalcium-tridecil-foszfónát, 50 ml víz és 31,4 g (0,1 mól) 4-amino-anilin kénsavas sójának keverékét 1 órán keresztül szobahőmérsékleten kevertük. A kivált kalcium-szulfátot leszűrtük, és a szűrletet liofilizáltuk. 69,66 g 4-amino-fenil-ammónium-tridecil-foszfónát nyertünk. Hozam: 93,5 %. Olvadáspont: 98–102 °C. Talált foszfortartalom: 8,22 %, számított: 8,32 %. Talált nitrogéntartalom: 7,20 %, számított: 7,52 %. A termék vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint egységes.

Az (I) általános képletű vegyületeket – az irtani kívánt gomba virulenciájától és az éghajlati feltételektől függően – tág mennyiségi határok között alkalmazhatjuk. Mezőgazdasági célokra általában 0,01–10 g hatóanyag/liter töménységű oldatokat használhatunk.

Gyakorlati felhasználás előtt az (I) általános képletű vegyületeket hordozó- és adott esetben felületaktív anyagok felhasználásával fungicid készítménnyé alakítjuk át.

Hordozóanyagként olyan szerves vagy ásványi, természetes vagy szintetikus anyagot alkalmazhatunk, amely elősegíti az (I) általános képletű vegyületek abszorpcióját a növényben vagy a talajon, és/vagy megkönnyíti a készítmény szállítását vagy kezelését. Hordozóanyagként például az alábbi termékeket használhatjuk: szilárd hordozóanyagokat, így agyagféléseket, természetes vagy szintetikus szilikátokat, gyantákat, viaszokat, szilárd műtrágyákat, folyadékokat, így vizet, alkoholokat, ketonokat, kőolaj-frakciókat, klórozott szénhidrogéneket, cseppfolyós gázokat.

Felületaktív anyagként ionos vagy nemionos emulgeálószerkeket, diszpergálószerkeket vagy nedvesítőszereket alkalmazhatunk, így poliakrilsav-sókat és ligninszulfonsav-sókat, etilénoxid és zsíralkoholok, zsírsavak és zsíraminok kondenzátumait.

Az (I) általános képletű vegyületeket és a fenti adalékanyagokat például az alábbi készítmény-formákká alakíthatjuk át: nedvesíthető porok, oldható porok, porózók, szerek, granulátumok, oldatok, emulgeálható koncentrátumok, emulziók, szuszpendált koncentrátumok, aeroszolok.

A találmány szerinti por alakú permetezőszerek például a következő összetételűek lehetnek:

hatóanyag	5–95 súly%
nedvesítőszer	0,2–3 súly%
diszpergálószer	2–10 súly%
adalékanyag	0–92,8 súly%

A kompozíció adott esetben egy vagy több stabilizálószer és/vagy egyéb adalékanyagot, így a felszívódást elősegítő szert, tapadást fokozó és csomósodást gátló anyagot is tartalmazhat.

Az (I) általános képletű vegyületekből a találmány szerint vizes diszperziókat és emulziókat is előállíthatunk. A diszperziókat és emulziókat célszerűen nedvesíthető por vagy emulgeálható koncentrátum vizes hígításával készíthetjük. Az emulziók víz–olaj vagy olaj–víz típusú emulziók lehetnek, melyek konzisztenciája adott esetben sűrű „majonéz”-szerű.

A találmány szerinti kompozíciók adott esetben egyéb adalékanyagokat, így védőkolloidokat, ragasztó- vagy sűrítőanyagokat, tixotrop szereket és stabilizátorokat is tartalmazhatnak.

Az egyes hatóanyagok formálására a következő példákat közöljük (a példákban a %-os értékeket súly%-ban adjuk meg):

Készítményelőállítási példák

20. példa

3-metoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát ((6) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú por alakú permetezőszer 45 % cím szerinti hatóanyagot, 49 % Ultra-sil VN-3-t (szilikát), 3 % Dispergierttel SI-t (anionaktív tenzid és hordozóanyag kombinációja; Hoechst AG) és 3 % Tensiofix LX spec.-t (szulfid-szennylug; Tensia) alaposan összekeverünk és kolloplex malomban megőröljük. Jól lebegő, por alakú permetezőszert kapunk.

21. példa

3-butoxi-propil-ammónium-etil-foszfónát ((8) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú por alakú permetezőszer 45 % cím szerinti hatóanyagot, 49 % Ultra-sil VN-3-t (szilikát), 3 % Dispergierttel SI-t (anionaktív tenzid és hordozóanyag kombinációja; Hoechst AG) és 3 % Tensiofix LX spec.-t (szulfid-szennylug; Tensia) alaposan összekeverünk és kolloplex malomban megőröljük.

22. példa

3-izononil-oxi-propil-ammónium-metil-foszfónát ((1) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú WSC 95 % cím szerinti hatóanyagot és 5 % Emulsogen NO90 (alkil-aril-poliglikol-éter; Hoechst AG) emulgeálószer alaposan összekeverünk.

23. példa

Tetradecil-ammónium-etil-foszfónát ((33) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú emulzióképző permetező-szer 10 % cím szerinti hatóanyagot, 20 % Emulsogen NO60-t (alkil-aril-poliglikol-éter; Hoechst AG) és 70 % toluolt alaposan összekeverünk.

24. példa

Oktadecil-ammónium-etil-foszfónát ((35) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú emulzióképző permetező-szer 10 % cím szerinti hatóanyagot, 20 % Atlox 4857 B-t (anionaktív és nemionos tenzid keveréke; Atlas Chemie) és 70 % monoklór-benzolt alaposan összekeverünk.

25. példa

Bisz(2-etil-hexil)-ammónium-etil-foszfónát ((42) képletű vegyület/ hatóanyag-tartalmú emulzióképző permetező-szer 40 % cím szerinti hatóanyagot, 40 % Emulsogen NO90-t (alkil-aril-poliglikol-éter; Hoechst AG) és 50 % isoforon-t alaposan összekeverünk.

A fungicid anyagok vizsgálatát részben mérgezett agar-lemezes módszerrel Botrytis Cinerea és Fusarium oxysporum gombákon végeztük el.

A vizsgálat lényege az, hogy a vizsgálni kívánt egyes fungicidek különböző töménységű oldatait, vagy szuszpenzióikhoz külön-külön hozzákeverjük az alkalmazott kórokozók spóra szuszpenzióit 1:1 súlyarányban. A szer és a spóra szuszpenzió együttesen adja a kívánt fungicid koncentrációkat. Az 1600 ppm töménységben vizsgált fungicid vizsgálatnál a kérdéses fungicid 3200 ppm töménységű oldatának 1 ml-éhez adunk 1 ml spóra szuszpenziót.

A szokásos módon, burgonya-dextróz táptalajt készítettünk, majd 60 °C-ra hűtve és a 4 ismétléshez szükséges 40–40 ml-t Erlenmeyer lombikban a fungicidek olyan oldataival kevertük, amelyek a fungicideket a kívánt végkoncentrációhoz képest kétszeres koncentrá-

cióban tartalmazták. Ezután 10 cm átmérőjű 4–4 Petri-csészébe lemezt öntöttünk.

A *Fusarium oxysporum* és *Botrytis Cinerea* agar-lemezen nevelt 1 hetes tenyészetekből dugófúróval 5 mm átmérőjű korongokat metszettünk ki. Egy Petri-csészébe 4 korongot helyeztünk el. A Petri-csészéket 6 napon át 25 °C termosztátban inkubáltuk. Az értékelést a telep-átmérők mérésével végeztük, amikor a kontroll kezelésekben a telepek már majdnem összeértek. Vizsgálataink eredményét a II. és a III. táblázatban foglaltuk össze.

II. táblázat

Mérgezett agar-lemezes módszerrel végzett fungicid vizsgálatok eredménye *Botrytis Cinerea* gombán

A hatóanyagok megnevezése	Telepátmérő átlaga mm-ben, az aktív hatóanyag különböző koncentrációja esetén			
	1600 ppm	800 ppm	400 ppm	100 ppm
METAXANIN 0,1 N-(2,6-dimetil-fenil)-N-(2'-metoxi-acetil)-alanin-metil-észter	16,6	16,6	16,8	17,2
EFOSITE-AL Alumínium-trisz-etil-foszfónát	m	m	11,5	14,3
(1) képletű vegyület	0	0	0	1,5
(2) képletű vegyület	11,5	11,7	11,7	12,7
(3) képletű vegyület	11,3	11,3	11,5	12,5
(4) képletű vegyület	m	m	2,7	5,3
(5) képletű vegyület	m	m	m	2,1
(6) képletű vegyület	0	0	0	0
(7) képletű vegyület	0	0	0	0
(8) képletű vegyület	m	m	m	m
(9) képletű vegyület	5,6	9,0	9,0	12,3
(10) képletű vegyület	m	m	8,7	10,5
(11) képletű vegyület	0	9,3	9,7	10,5
(12) képletű vegyület	5,3	5,8	5,8	10,2
(13) képletű vegyület	m	m	8,7	8,9
(14) képletű vegyület	m	m	10,2	12,3
(15) képletű vegyület	m	8,7	8,9	10,5
(16) képletű vegyület	8,7	9,2	10,5	13,2
(17) képletű vegyület	5,8	8,5	8,7	8,9
(18) képletű vegyület	10,2	10,7	10,7	10,7
(24) képletű vegyület	m	6,5	7,2	8,5
(25) képletű vegyület	m	m	2,7	8,5
(32) képletű vegyület	m	6,5	6,7	8,5
(36) képletű vegyület	m	2,3	3,5	4,2
(37) képletű vegyület	m	2,0	2,5	3,7
(38) képletű vegyület	m	6,5	6,7	8,2
(39) képletű vegyület	m	5,3	6,5	7,8
(40) képletű vegyület	m	3	3,5	4
(44) képletű vegyület	m	m	3,0	5,1
(45) képletű vegyület	0	0	0	2,7
(53) képletű vegyület	0	0	m	1,5
(54) képletű vegyület	0	0	m	1,5
(57) képletű vegyület	0	m	m	1,7

Kezeletlen kontroll 16,5

m= megindult a gombaképződés, de a telep nem fejlődött ki.

III. táblázat

Mérgezett agar-lemezes módszerrel végzett fungicid vizsgálatok eredménye *Fusarium oxysporum* gombán

A hatóanyagok megnevezése	Telepátmérő átlaga mm-ben, az aktív hatóanyag különböző koncentrációja esetén			
	1600 ppm	800 ppm	400 ppm	100 ppm
METAXANIN 0,1 N-(2,6-dimetil-fenil)-N-(2'-metoxi-acetil)-alanin-metil-észter	16,6	16,5	17,4	21,2
EFOSITE-AL Alumínium-trisz-etil-foszfónát	12,5	12,5	13,0	18,5
(1) képletű vegyület	0	0	0	0
(2) képletű vegyület	14,6	14,6	15,8	15,8
(3) képletű vegyület	13,9	13,8	15,3	15,3
(4) képletű vegyület	m	m	m	m
(5) képletű vegyület	m	m	m	m
(6) képletű vegyület	m	m	m	m
(7) képletű vegyület	0	0	m	m
(8) képletű vegyület	m	m	m	m
(10) képletű vegyület	m	m	m	m
(19) képletű vegyület	10,2	10,2	12,5	12,5
(20) képletű vegyület	8,7	9,2	9,8	10,2
(21) képletű vegyület	5,3	5,8	6,2	7,8
(22) képletű vegyület	m	m	m	m
(23) képletű vegyület	m	m	5,7	8,2
(24) képletű vegyület	3,5	4,2	5,2	5,4
(25) képletű vegyület	m	m	2,7	8,8
(26) képletű vegyület	m	5,2	5,7	9,8
(27) képletű vegyület	5,5	6,7	7,7	9,3
(28) képletű vegyület	5,7	6,1	6,1	7,2
(29) képletű vegyület	5,0	6,1	6,7	6,9
(30) képletű vegyület	2,1	3,5	3,7	4,1
(31) képletű vegyület	3,2	3,5	3,7	3,7
(32) képletű vegyület	1,5	3,0	3,6	4,2
(33) képletű vegyület	3,0	5,2	5,8	5,9
(34) képletű vegyület	5,0	5,7	6,2	7,5
(35) képletű vegyület	6,1	6,7	6,9	7,3
(36) képletű vegyület	2,9	3,5	3,9	4,5
(37) képletű vegyület	m	2,2	3,5	4,1
(40) képletű vegyület	m	3,0	3,5	4,1
(41) képletű vegyület	5,1	6,5	6,7	8,2
(42) képletű vegyület	5,6	6,7	7,8	8,0
(43) képletű vegyület	5,7	6,5	6,9	7,1
(45) képletű vegyület	0	0	0	5,7
(46) képletű vegyület	2,3	2,7	3,1	3,5
(47) képletű vegyület	5,5	6,7	8,3	8,5
(48) képletű vegyület	3,5	3,7	3,9	4,5
(49) képletű vegyület	3,7	3,9	5,7	5,9
(50) képletű vegyület	2,6	3,1	3,5	4,5
(51) képletű vegyület	2,7	3,8	4,2	5,3
(52) képletű vegyület	m	m	2,5	3,7
(53) képletű vegyület	0	m	m	2,7
(54) képletű vegyület	0	m	m	m
(55) képletű vegyület	0	m	1,5	3,2
(56) képletű vegyület	2,7	3,8	4,2	4,7
(57) képletű vegyület	m	m	2,8	6,5
(58) képletű vegyület	2,5	4,1	5,0	5,7
(59) képletű vegyület	2,8	5,6	4,2	4,8
(60) képletű vegyület	2,0	4,1	4,5	5,1
(61) képletű vegyület	2,0	2,5	3,5	3,7
(62) képletű vegyület	3,5	4,2	5,3	8,1
(63) képletű vegyület	3,7	4,1	4,7	5,2
(64) képletű vegyület	2,5	8,1	8,7	8,8
(65) képletű vegyület	4,5	5,7	8,2	10,5
(66) képletű vegyület	2,3	4,1	4,5	5,7
(67) képletű vegyület	2,5	2,8	2,9	10,1

Kezeletlen kontroll

12,5

m= megindult a gombaképződés, de a telep nem fejlődött ki.

Phytophthora infestans elleni hatásvizsgálat

Az üvegházban előnevelt 4–6 leveles paradicsom növényekről a csúcsi, és a 2–3. levélkéből 15–18 mm átmérőjű levélkorongokat metszettünk ki. A levélkorongokat szűrőpapírra helyeztük, majd a levélkorong színén és a permetlé beszáradása után a fonákján elvégeztük a fungicides kezelést.

Petri-csészék aljába kettős szűrőpapír korongot helyeztünk, és kereszt alakban mikroszkópi tárgylemezt helyeztünk rá. 100 °C-on sterilizáltuk. Lehűtés után a szűrőpapírt steril desztillált vízzel átnedvesítettük. A levélkorongokat a tárgylemezre helyeztük, majd a körök között szuszpenzióját a levélkorongokra permetezzük.

A Petri-csészéket 48 óráig 12 °C-on, majd a tünetek jelentkezéséig 20–22 °C-on inkubáltuk.

Az értékelést a kezelést követő negyedik napon végeztük el. A vizsgálat eredményét értékszámokkal jellemeztük. Az értékelés levélkorongonként történt az alábbiak szerint:

- 0 = fertőzéstől mentes,
- 1 = 1–30 %-os borítottság,
- 2 = 31–60 %-os borítottság,
- 3 = 61–90 %-os borítottság,
- 4 = 91–100 %-os borítottság.

IV. táblázat

A Phytophthora infestans elleni vizsgálatok eredménye

A hatóanyagok megnevezése	A kezelésre jellemző értékszám az aktív hatóanyag különböző koncentrációja esetén			
	2000 ppm	1000 ppm	500 ppm	100 ppm
(1) képletű vegyület	0	0	0,4	1,0
(7) képletű vegyület	0	0,4	0,4	1,4
(8) képletű vegyület	1,6	2,0	3,2	3,2
(20) képletű vegyület	0	0	1	2
(21) képletű vegyület	0	0	0,4	0,8
(57) képletű vegyület	0	0	0,4	1
(45) képletű vegyület	0	0	0	0,7
METAXANIN 0,1 N-(2,6-dimetil fenil)-N-(2'-metoxi-acetil)-alanin-metil-észter	0,6	1	1	1,2
EFOSITE-AL Alumínium-trisz-(etil-foszfónát)	1,2	1,2	2,6	2,6
Fertőzött kontroll		4		

A biológiai kísérletek azt mutatják, hogy a találmány szerinti fungicid kompozíciók a növényeken élősködő gombakártevők irtására alkalmasak, és fungicid hatásuk a gyakorlatban bevált szerekéhez hasonló, illetve azok hatását felülmúlja.

Szabadalmi igénypontok

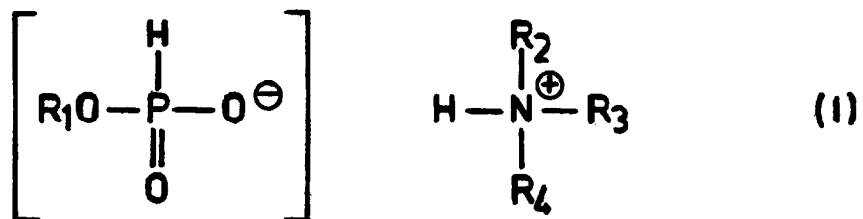
1. Fungicid készítmény növények gombakártevőinek irtására, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 1–95 s%-ban (I) általános képletű vegyületet tartalmaz – a képletben
- 5 R_1 1–13 szénatomos egyenes vagy elágazó szénláncú alkilcsoportot jelent;
- 10 R_2 jelentése 6–20 szénatomos alkilcsoport, az alkoxi-részben 1–16, az alkilrészben 1–4 szénatomos alkoxi-alkil-csoport, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport, furfuril-, ciklopentil-, cikloheptil-, tiazolil-, tiazolinil-, triazolinil-, piridil-, pikolil-, benzimidazolil-, piperonil-, pirimidinilcsoport, klóratommal és/vagy amino-csoporttal szubsztituált fenilcsoport, 2–4 szénatomos alkenil-, 2–4 szénatomos alkinil-, amino-(1–6 szénatomos alkil)-, az alkilrészekben 1–4 szénatomos alkil-amino-alkil- vagy (1–4 szénatomos alkil)-foszfónát-ammonium-(1–6 szénatomos alkil)-csoport;
- 15 R_3 jelentése hidrogénatom vagy 2–4 szénatomos alkenil-, 1–15 szénatomos alkil- vagy (1–4 szénatomos alkoxi)-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;
- 20 R_4 hidrogénatomot vagy 1–15 szénatomos alkilcsoportot jelent,
- 25 szilárd és/vagy cseppfolyós közömbös vivőanyagok – előnyösen természetes vagy mesterséges szilikát vagy aromás oldószer – és adott esetben felületaktív szerek – előnyösen alkil-aril-poliglikol-éter – mellett.
- 30 2. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására – R_1 , R_2 , R_3 és R_4 az 1. igénypontban megadott jelentésű – *azzal jellemezve*, hogy
- a) (II) általános képletű vegyületet – a képletben R_1 az 1. igénypontban megadott jelentése – (III) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 , R_4 a tárgyi körben megadott jelentése – vagy annak hidrokloridjával vagy hidrobromidjával reagáltatunk vizes és/vagy szerves oldószeres közegben, előnyösen a reakcióelegy forráspontjának hőmérsékletén;
- 35 b) (IV) általános képletű vegyületet – R_1 az 1. igénypontban megadott jelentése – (III) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 és R_4 a tárgyi körben megadott jelentése – reagáltatunk szerves oldószeres közegben, előnyösen a reakcióelegy forráspontjának hőmérsékletén;
- 40 c) (V) általános képletű vegyületet – a képletben R_1 az 1. igénypontban megadott jelentése – (VI) általános képletű vegyülettel – a képletben R_2 , R_3 és R_4 a tárgyi körben megadott jelentésű – reagáltatunk.
- 45
- 50
- 55

68 db ábra

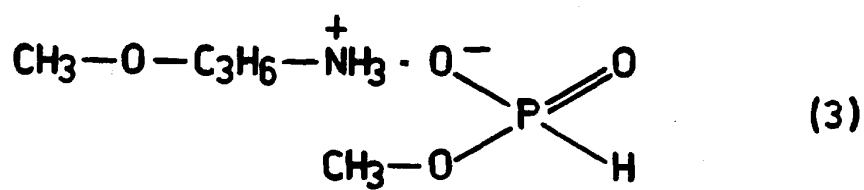
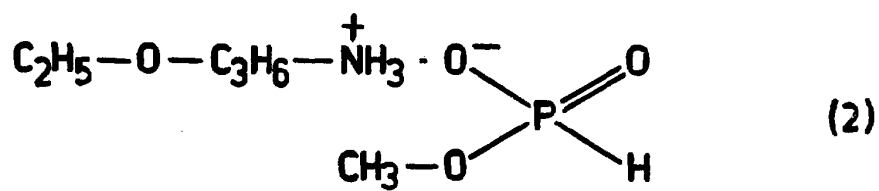
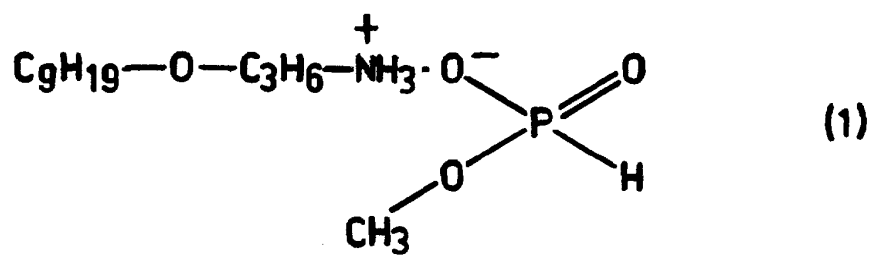
Felelős kiadó: Himer Zoltán osztályvezető
Megjelent a Műszaki Könyvkiadó gondozásában
Gyál – 85-467

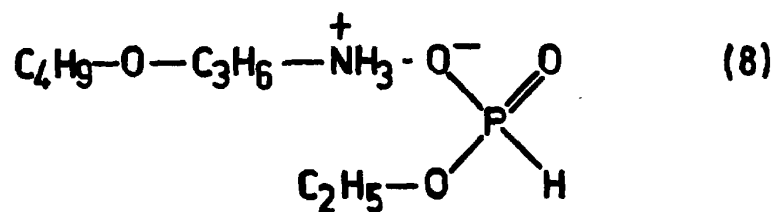
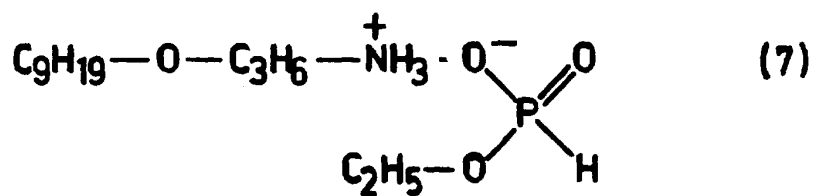
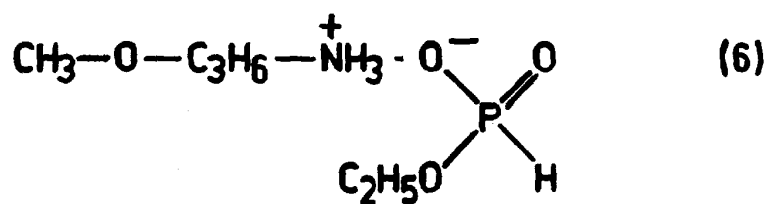
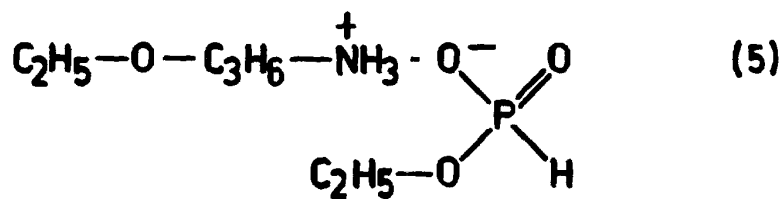
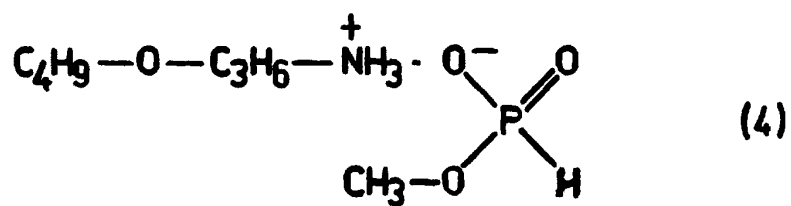
184 319

NSZO₃: A 01 N 57/10;
C 07 F 9/38

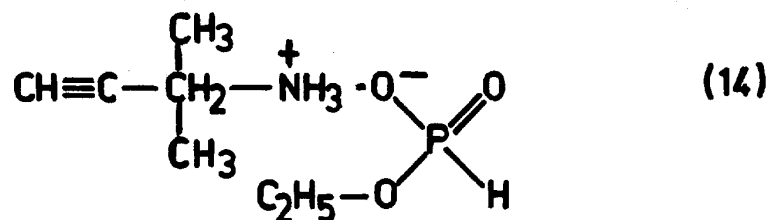
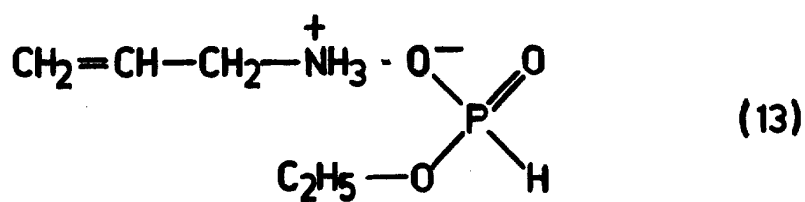
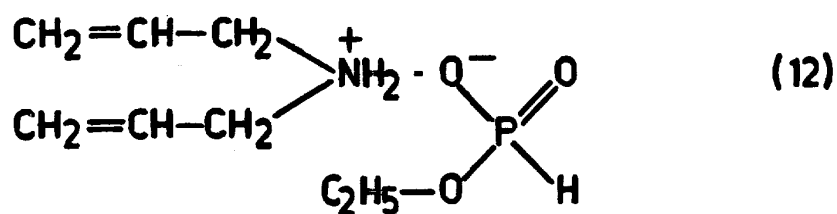
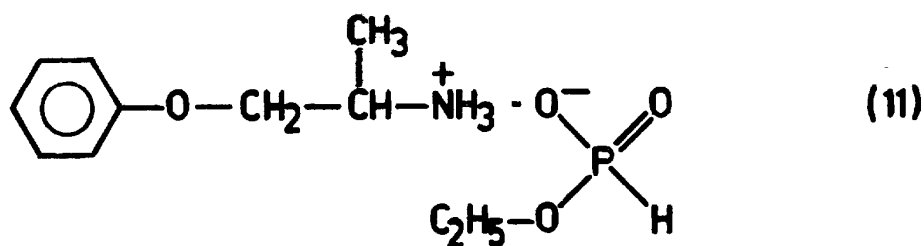
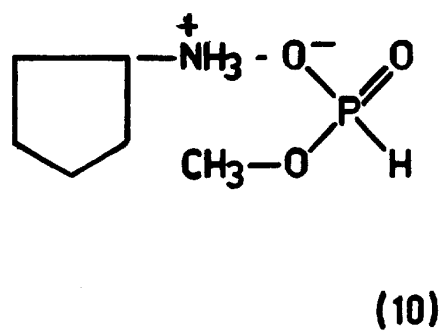
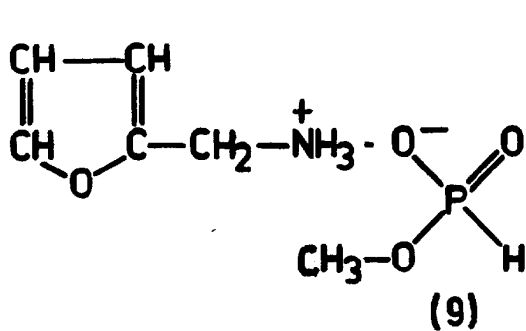


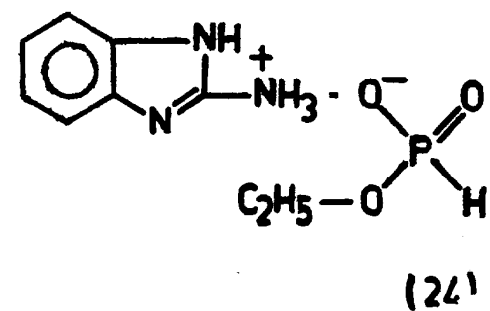
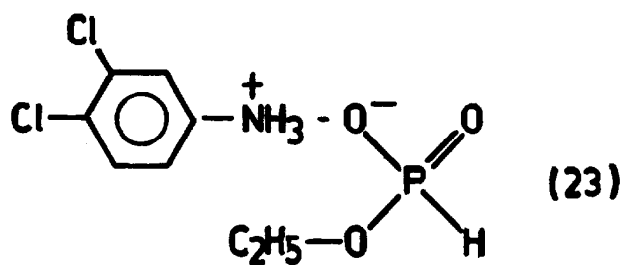
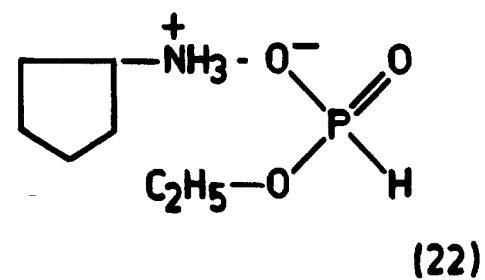
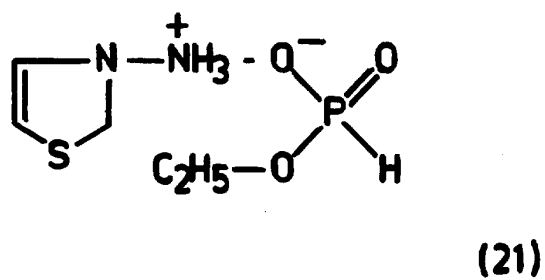
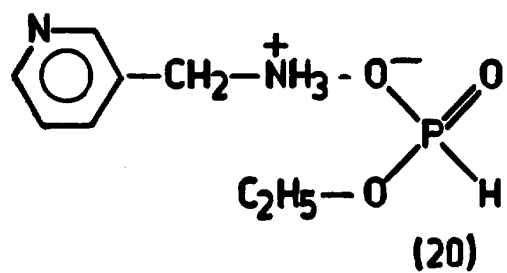
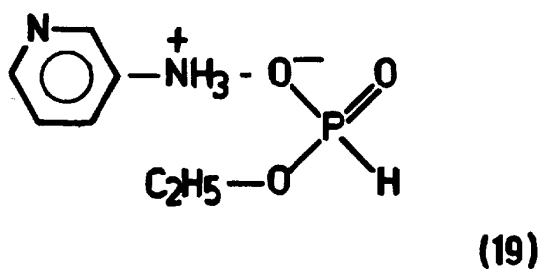
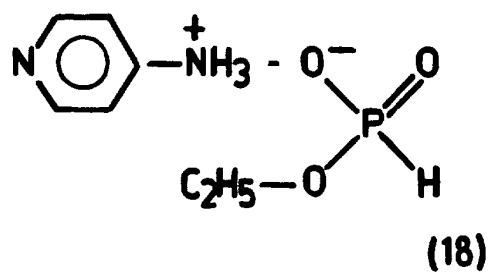
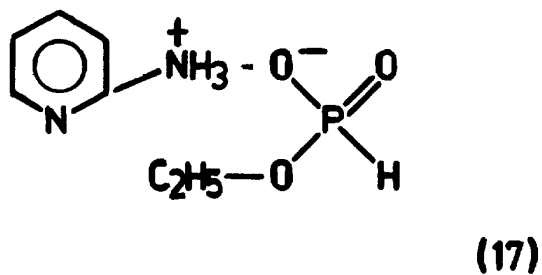
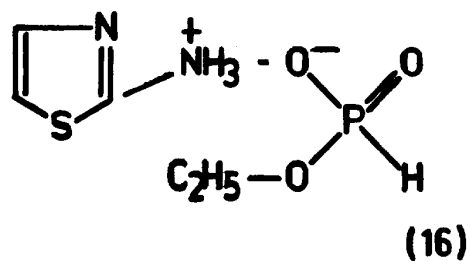
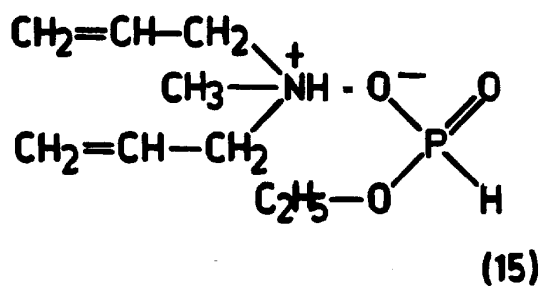
NSZO₃: A 01 N 57/10;
C 07 F 9/38

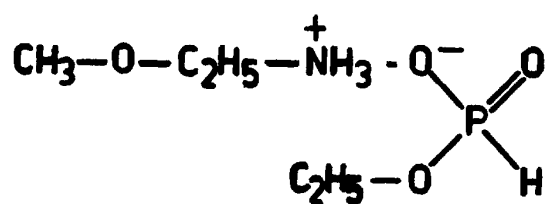




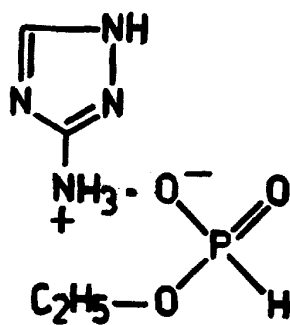
NSZO₃: A 01 N 57/10;
C 07 F 9/38



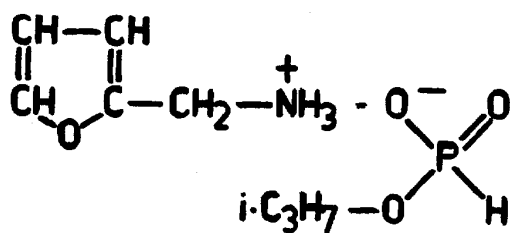




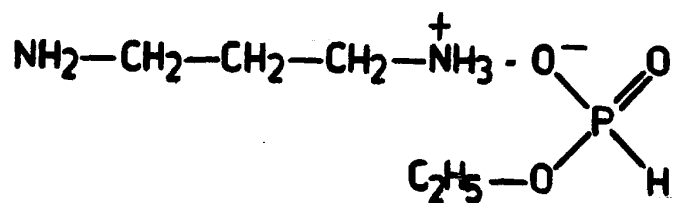
(25)



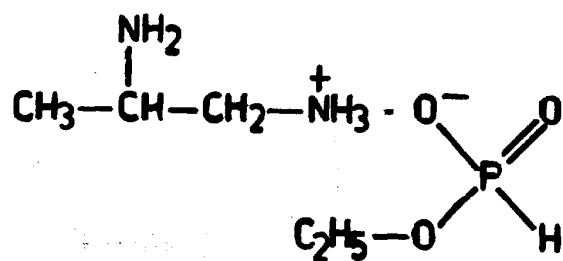
(26)



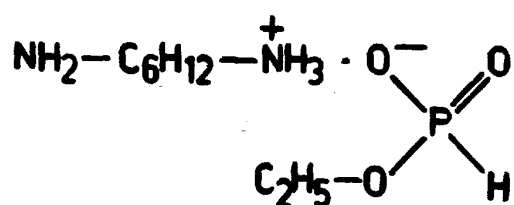
(27)



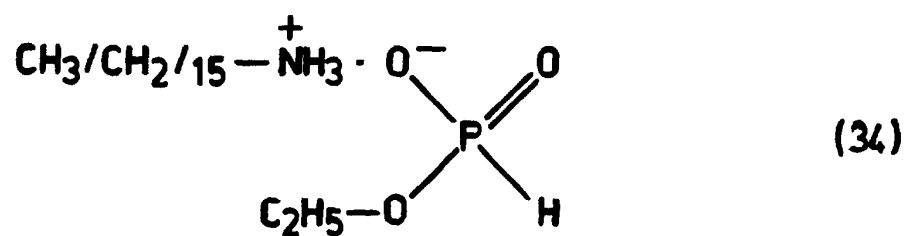
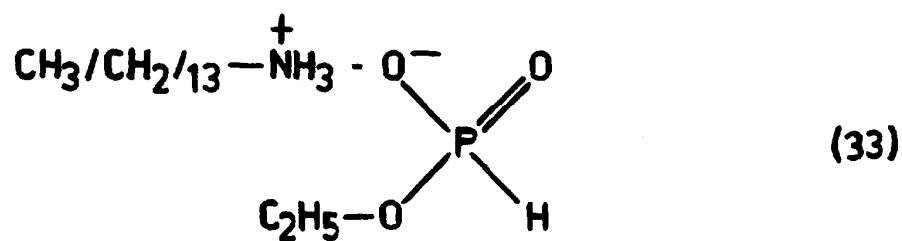
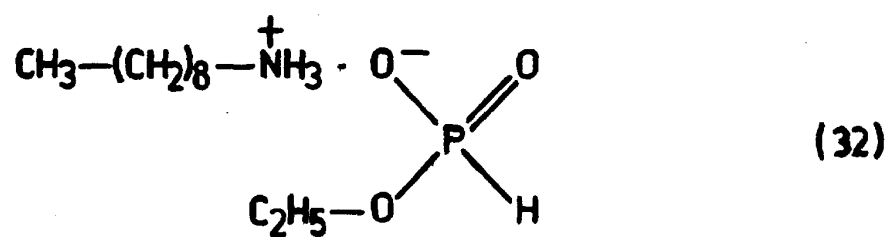
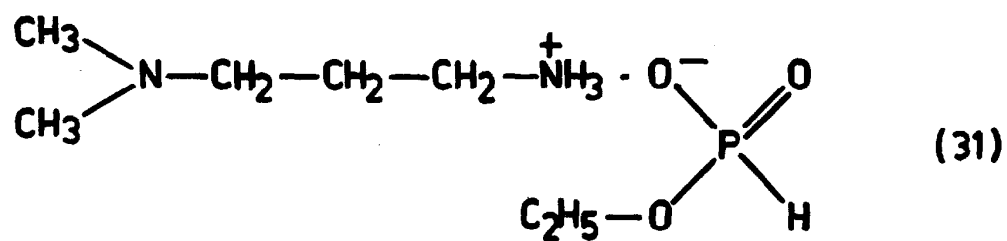
(28)

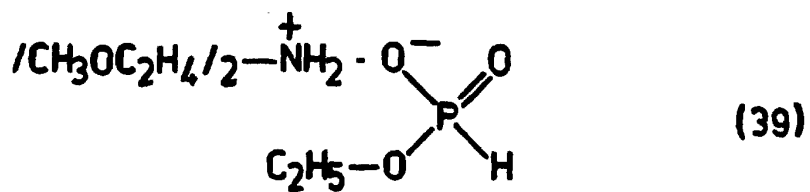
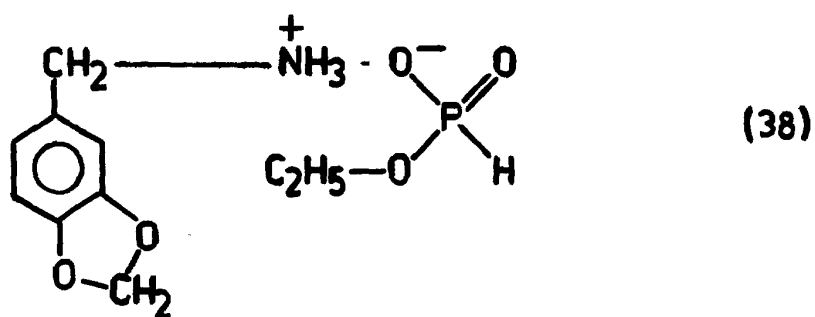
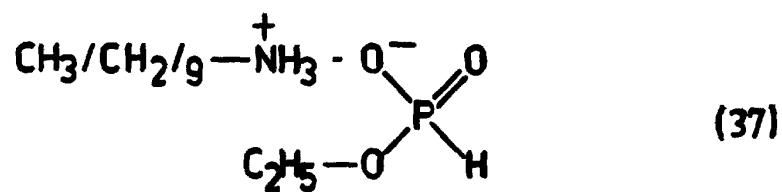
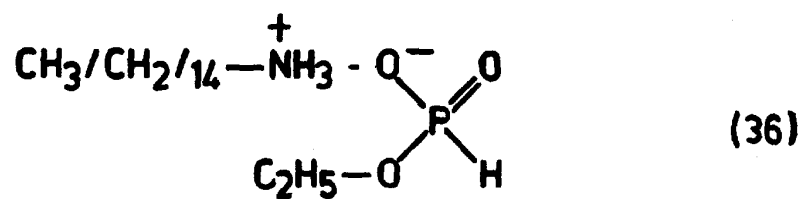
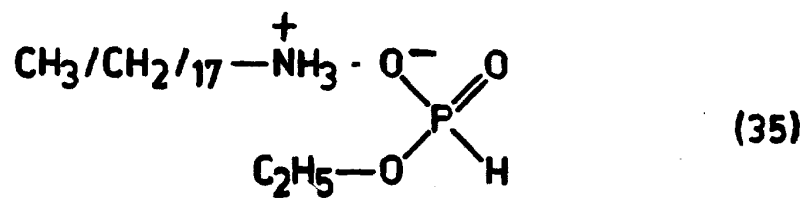


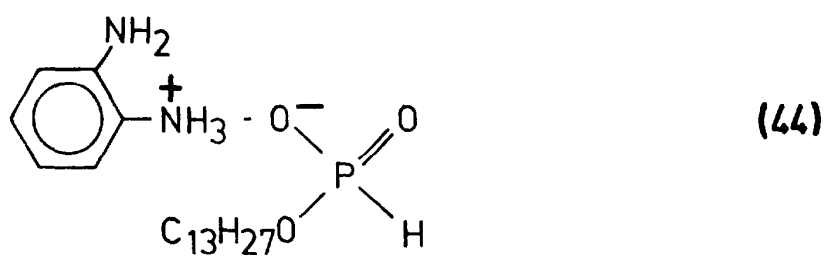
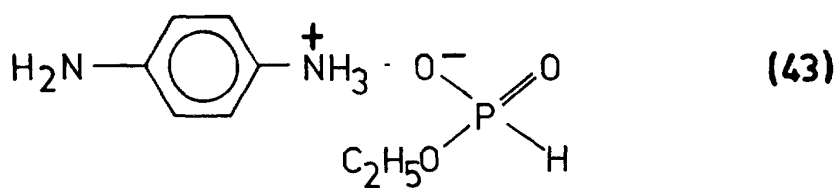
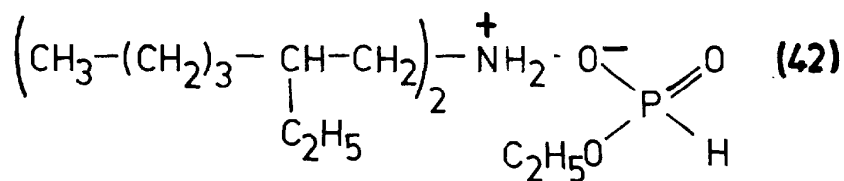
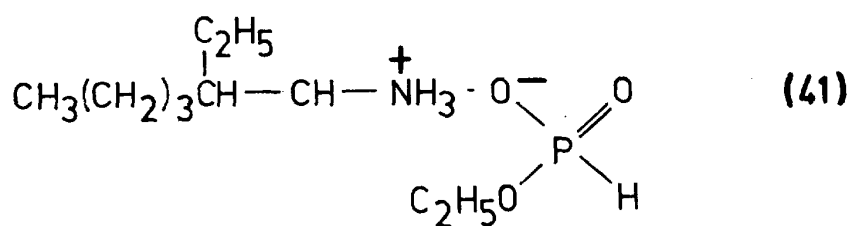
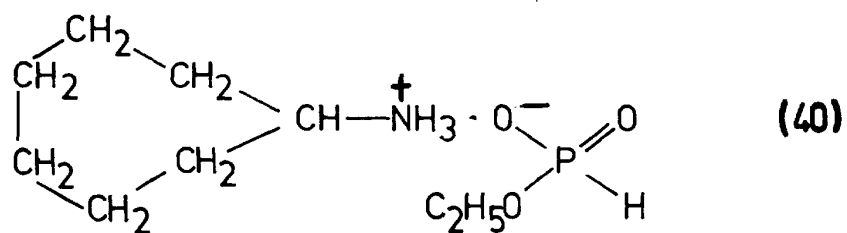
(29)

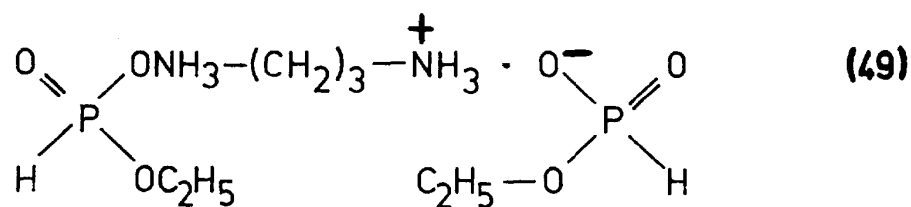
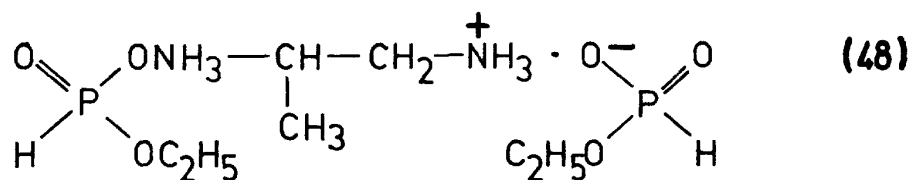
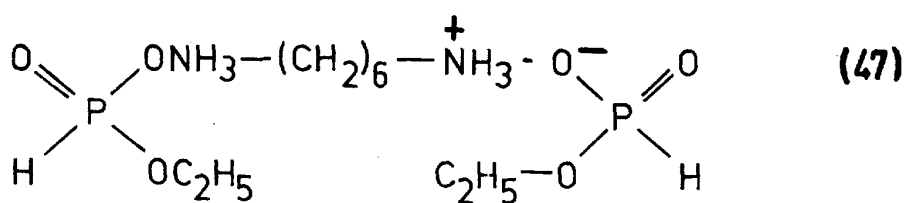
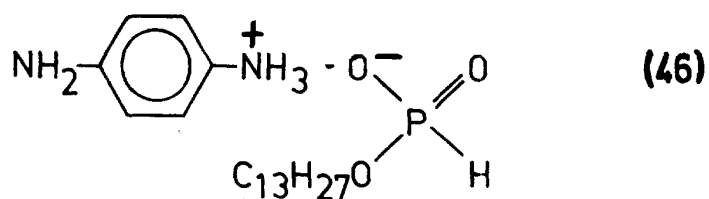
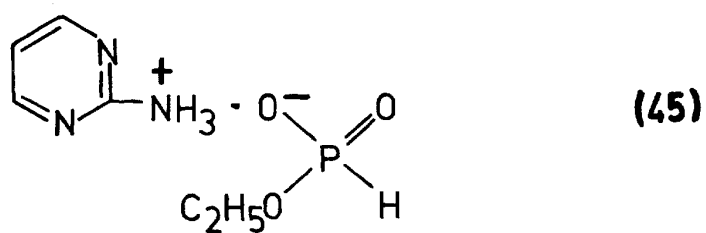


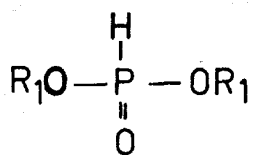
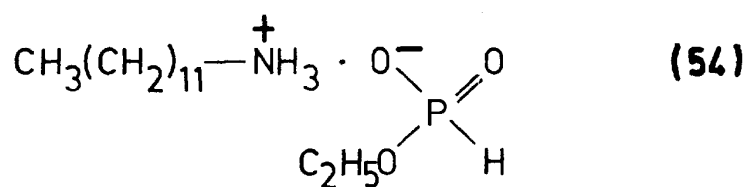
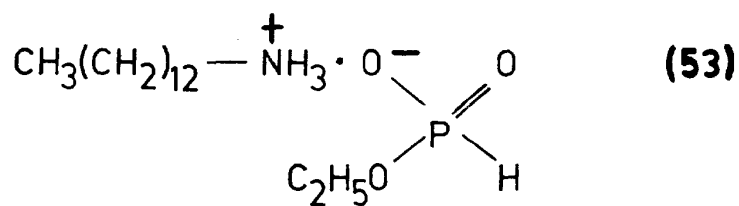
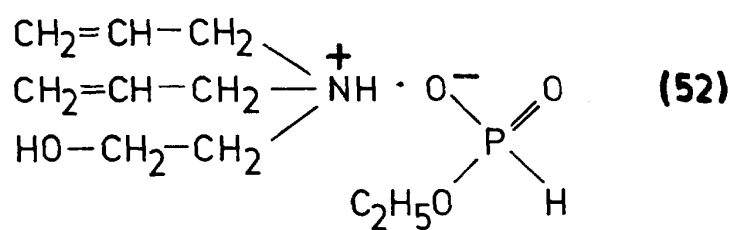
(30)



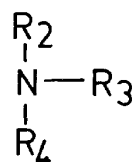




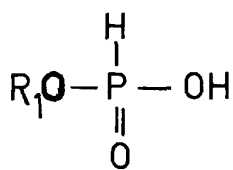




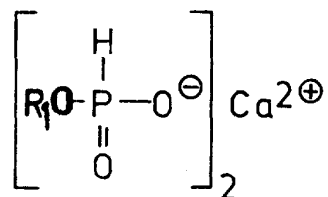
(II)



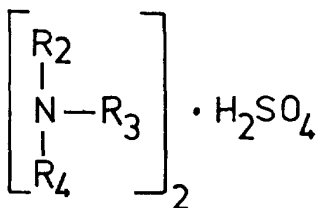
(III)



(IV)



(V)



(VI)

