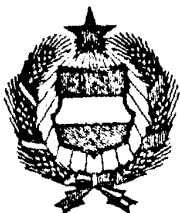


SZABADALMI LEÍRÁS

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



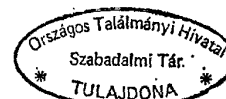
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

(11)

192 005

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO,

A 01 N 43/653
A 01 N 43/56
C 07 D 403/06



A bejelentés napja: (22) 1984. IV. 11. (21) 1426/84

A bejelentés elsőbbsége:

(33) DE (32) 1983. IV. 12. (31) P.33 13 073.6/

A közzététel napja: (42) 1985. I. 28.

Megjelent: (45) 1987. XII. 5.

(72)

Regel Erik, vegyész, Wuppertal, Prof. dr. Büchel Karl-Henz,
vegyész, Burscheid, dr. Reinecke Paul, biológus,
Leverkusen, dr. Brandes Wilhelm, mezőgazdász,
Leichlingen, DE

(73)

Bayer AG., Leverkusen, DE

(54)

Hatóanyagként 1-azolil-3-pirazolil-2-propanol- származékot tar-
talmazó fungicid szer és eljárás 1-azolil-3-pirazolil-2-propanol-
-származékok előállítására

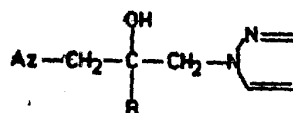
(57) KIVONAT

A találmány szerinti készítmények hatóanyagainak
(I) általános képletében

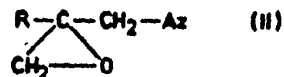
Az jelentése 1,2,4-triazol-1-il-csoport,

R jelentése halogénatommal mono-szubsztituált
fenilcsoport.

Az (I) általános képletű vegyületeket oly módon
állítják elő, hogy (II) általános képletű azolil-metil-oxi-
rán-származékot, a képletben Az és R jelentése a feni-
ti, pirazollal reagáltatnak alkálifém-alkoholát és hígí-
tószer jelenlétében.



(I)



A találmány tárgya hatóanyagként 1-triazolil-3-pirazolil-2- propanol-származékot tartalmaz fungicid szer és eljárás (I) általános képletű 1-azolil-3-pirazolil-2-propanol-származékok előállítására.

Az (I) általános képletben

Az jelentése 1,2,4-triazol-1-il- vagy pirazol-1-il-csoport,

R jelentése adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport.

Ismeretes, hogy bizonyos 1,3-diazolil-2-propanol-származékok, mint például az 1,3-di(1,2,4-triazol-1-il)-2-(4-klór-fenil)-2-propanol, kedvező fungicid tulajdonságot mutatnak (lásd az 0 044 605 számú európai szabadalmi bejelentést). E vegyületek hatása különösen alacsony alkalmazási mennyiségek és koncentráció mellett nem mindig kielégítő. A találmány szerinti új (I) általános képletű vegyületek kedvező fungicid hatást mutatnak.

Az (I) általános képletű vegyületeket oly módon állíthatjuk elő, hogy (II) általános képletű azolil-metil-oxirán-származékot — a képletben Az és R jelentése a fenti — pirazollal reagáltatunk alkálifém-alkoholát és hígítószer jelenlétében.

Az így kapott (I) általános képletű vegyületeket kívánt esetben savaddíciós sóvá vagy fémsókomplekszé alakíthatjuk.

Meglepő módon a találmány szerinti (I) általános képletű vegyületek kedvezőbb fungicid hatást mutatnak, mint a technika állásából ismert 1,3-di(1,2,4-triazol-1-il)-2-(4-klór-fenil)-2-propanol, amely szerkezetileg és hatás tekintetében közelálló vegyület. Ily módon a találmány szerinti vegyületek a technika állását gazdagítják.

Különösen kedvező hatásúnak bizonyultak azok az (I) általános képletű vegyületek, melyek képletében Az jelentése 1,2,4-triazol-1-il-csoport,

R jelentése halogénatommal egyszerűen szubsztituált fenilcsoport.

Előnyösen alkalmazhatók a találmány szerinti eljárással előállított vegyületek savaddíciós sói is.

Az addíciós só képzéséhez használható savak közül megemlítjük előnyösen a hidrogén-halogén-savakat, így például a sósavat, a hidrogén-borhidot, célszerűen a sósavat, továbbá a foszforsavat, salétromsavat, az egy és kétértékű karbonsavakat, hidroxikarbonsavakat, így például az ecetsavat, maleinsavat, borkösavát, borostyánkösavát, fumársavat, citromsavat, szalicilsavat, szorbinsavat, tejsavat, továbbá a szulfonsavakat, így például a p-toluolszulfonsavat és az 1,5-naftalindiszulfonsavat.

Ezen kívül kedvező hatásúak azok az addíciós termékek, amelyeket a II–IV főoszlop és az I, II, továbbá IV–VIII mellékoszlopokhoz tartozó fémek sóinak segítségével állítunk elő.

A sók közül megemlítjük a réz-, cink-, mangán-, magnézium-, ón-, vas- és a nikkelsókat. A sók anionjai közül számításba jöhetnek azon savakból levezethető anionok, amelyek fiziológiásan megfelelő addíciós termékekhez vezetnek. Különösen kedvezőek e tekintetben a hidrogén-halogénsavak, így például sósav, hidrogén-borhid, salétromsav vagy kénsav.

A találmány szerinti eljárásnál kiindulási anyagként 2-(2-klór-fenil)-2-(1,2,4-triazol-1-il-metil)-oxiránt, kálium-terc-butilátot, valamint pirazolt használunk, a reakció lefutását az A reakcióvázlattal szemléltethetjük.

Ha kiindulási anyagként 2-(klór-metil)-2-(4-klór-fenil)-oxiránt és pirazolt használunk, továbbá savmeg-

kötő anyagként kálium-karbonát szerepel, akkor a reakció lefutását a B reakcióvázlat szemlélteti.

Abban az esetben, ha kiindulási anyagként 1,3-diklór-2-(4-klór-fenil)-2-propanolt és pirazolt alkalmazunk, továbbá savmegkötő anyagként kálium-karbonát szerepel, a reakció lefutását a C reakcióvázlattal mutathatjuk be.

A kiindulási anyagként a találmány szerinti eljárásnál alkalmazott 2-(azolil-metil)-oxiránokat a (II) általános képlettel írhatjuk le. A képletben Az és R jelentése a fentiekben megadottal azonos.

A (II) általános képletű azolil-metil-oxirán származékok részben ismertek (A 0 044 605 és 0 061 835 számú európai bejelentés).

Ujak a (IIa) általános képletű oxiránok; a képletben R jelentése a fenti. A (II) általános képletű 2-azolil-metil-oxirán-származékokat oly módon állíthatók elő, hogy (IV) általános képletű 2-halogén-metil-oxiránt (III) általános képletű azollal — a képletben Az' jelentése pirazol-1-il- vagy 1,2,4-triazol-1-il közömbös szerves oldószerben, így például acetonban, savmegkötő anyag, így például kálium-karbonát jelenlétében 20 és 120°C közötti hőmérsékleten. (lásd az előállítási példákat).

A (II) általános képletű 2-(azolil-metil)-oxirán-származékok ismert módon is előállíthatók oly módon, hogy (VII) általános képletű azolo-ke-ton-származékat — a képletben Az és R jelentése a fenti —

α) (VIII) képletű dimetil-oxo-szulfónium-metiliddel hígítószer jelenlétében, így például dimetil-szulfoxidban 20 és 80°C közötti hőmérsékleten ismert módon reagáltatnak (J. Am. Chem. Sec. 87, 1363–1364 (1965), vagy

β) (IX) képletű trimetil-szulfónium-metil-szulfáttal ismert módon, közömbös szerves oldószer — így például acetonitril és bázis — mint például nátrium-metilát jelenlétében, 0–60°C közötti hőmérsékleten, előnyösen szobahőmérsékleten, reagáltatnak (Heterocycles 8, 397 (1977)).

Az így kapott (II) általános képletű oxirán-származékok adott esetben elkülönítés nélkül további átalakításnak vethetők alá.

A (II) általános képletű 2-(azolil-metil)-oxirán-származékok előállításánál szükséges (VII) általános képletű ketonok ismertek (a 24 31 407, 26 38 470 és 28 20 361 számú NSZK-beli közbeecsapási iratok) illetőleg egy korábbi szabadalmi bejelentés tárgyát képezik (P 30 48 266 számú NSZK-beli bejelentés), illetőleg ismert módon állíthatók elő.

Az α) eljárásváltozathoz szükséges (VIII) képletű dimetil-oxo-szulfónium-metilén szintén ismert (J. Am. Sec. 87, 1363–1364 (1965)). A fenti eljárásnál a (VII) képletű vegyület frissen elkészített állapotban használható fel oly módon, hogy e vegyületet in situ állítják elő trimetil-oxo-szulfónium-jodidot nátrium-hidriddel vagy nátrium-amiddal, célszerűen kálium-terc-butiláttal vagy nátrium-metiláttal, hígítószer jelenlétében reagáltatva.

A β) eljárásnál alkalmazott (IX) képletű trimetil-szulfónium-metil-szulfát szintén ismert (Heterocycles 8, 397 (1977)). E vegyület szintén frissen előállított állapotban használható fel; e vegyületet in situ állítják elő dimetil-szulfidnak dimetil-szulfáttal való reakciója révén.

A (III) általános képletű azolok ismert vegyületek. Egy másik eljárásban kiindulási anyagként alkalmazható 2-(halogén-metil)-oxirán-származékok (IV) általános képlettel írhatók le. E képletben R jelentése

az (I) általános képletnél megadott jelentéssel azonos, Hal jelentése célszerűen klór-, bróm- vagy jódatom.

A (IV) általános képletű 2-(halogén-metil)-oxirán-származékok ismertek, illetőleg ismert módon állíthatók elő oly módon, hogy (VI) általános képletű dihalogén-alkanolt vízes lúggal reagáltatnak (J. Org. Chem. 27, 2242 (1961)).

A kiindulási anyagként alkalmazható (V) általános képletű azol-származékok képletében M jelentése hidrogénatom, nátrium- vagy káliumatom.

Az (V) általános képletű azolszármazékok általában ismert vegyületek. Az alkálifém-sókat oly módon állítják elő, hogy pirazolt, illetve 1,2,4-triazolt, nátrium- vagy kálium-etiláttal reagáltatnak, vagy pirazolt, illetve 1,2,4-triazolt a megfelelő mennyiségű alkálifém-hidridekkel reagáltatnak.

Egy további eljárásnál kiindulási anyagként alkalmazható dihalogén-alkanolok (VI) általános képlettel írhatók le. A képletben R jelentése az (I) általános képletnél R vonatkozásában megadott jelentéssel azonos, Hal jelentése előnyösen klóratom.

A (VI) általános képletű dihalogén-alkanol-származékok ismertek, illetve ismert módon állíthatók elő oly módon, hogy 1,3-dihalogén-acetont, így célszerűen 1,3-diklór-acetont megfelelő Grignard reagenssel reagáltatjuk (J. Org. Chem. 27, 2242 (1961)).

Higítószerként a találmány szerinti eljárásnál előnyösen közömbös szerves oldószerek alkalmazhatók. Ezek közül említjük meg a nitrileket, mint az acetónitrit, az aromás szénhidrogéneket, mint például benzol, toluol vagy diklór-benzol; a formamidot, mint például dimetil-formamid; a halogénezett szénhidrogéneket, mint metilén-klorid vagy széntetraklorid, továbbá a hexametil-foszforsav-amidot.

A találmány szerinti eljárást alkálifém-alkoholátok jelenlétében hajtjuk végre. Ezek közül említjük meg a nátrium- és kálium-metilátot vagy etilátot, továbbá előnyösen a kálium-terc-butilátot.

A találmány szerinti eljárásnál a reakcióhőmérséklet széles tartományban változtatható, általában 30 és 150°C, előnyösen 80 és 150°C közötti hőmérsékleten dolgozunk.

A találmány szerinti eljárásnál 1 mól (II) általános képletű oxiránra előnyösen 1–4 mól pirazolt és 1–4 mól alkálifém-alkoholátot alkalmazunk. A végtermék elkülönítését általában ismert módon végezzük.

Az α) és β) eljárással előállított (II) általános képletű oxirán-származékok elkülönítés nélkül is továbbalakíthatók (I) általános képletű vegyületekkel.

Az (I) általános képletű vegyületek előállítására alkalmazható további eljárásnál higítószerként közömbös szerves oldószerek az előnyösek; ezek közül említjük meg a ketonokat, így például az acetont és a metil-etil-ketont; a nitrileket, mint például acetónitrit; az alkoholokat, mint például az etanol vagy izopropanol; az étereket, mint például a tetrahidrofuran vagy dioxán; a formamidokat, mint például a dimetil-formamid, továbbá az aromás és halogénezett szénhidrogéneket.

Ezek az eljárások adott esetben savmegkötő anyag jelenlétében végezhetők. Erre a célra bármely ismert szervesen vagy szerves savmegkötőanyag alkalmazható, így például az alkálifém-karbonátok, mint nátrium- vagy kálium-karbonát, továbbá a rövidszénláncú tercier-alkil-aminok, cikloalkil-aminok vagy aralkil-aminok, előnyösen a trietil-amin, N,N-dimetil-ciklohexil-amin, dicitlohexil-amin, N,N-dimetil-benzil-amin, továbbá piridin, és diazabicykloktán, továbbá megfele-

lő feleslegben vett azol.

Ezeknél az eljárásoknál a reakcióhőmérséklet széles tartományban változtatható, általában 20 és 150°C, előnyösen 20 és 150°C közötti hőmérsékleten dolgoznak.

Ez utóbbi eljárásoknál 1 mól (IV) általános képletű 2-(halogén-metil)-oxiránra illetve (VI) általános képletű dihalogén-alkanolra 2–4 mól (V) általános képletű azolszármazékot és adott esetben 2–4 mól savmegkötő anyagot alkalmaznak. A keletkezett (I) általános képletű vegyületeket a szokásos módon különítik el.

Az (I) általános képletű savaddíciós sókat szokásos módon állítjuk elő, így például az (I) általános képletű vegyületeket megfelelő közömbös oldószerekben feloldjuk, majd az oldathoz savat, így például sósavat adunk, majd a kapott sókat ismert módon, például szűrővel különítjük el; adott esetben a kapott sókat közömbös szerves oldószerekkel mosva tisztítjuk.

Az (I) általános képletű vegyületek fém-sókomplexeit ismert megoldással, egyszerű módon állíthatjuk elő, így például a fém-sót alkanolban, mint etanolban feloldjuk, majd ehhez az oldathoz hozzáadjuk az (I) általános képletű vegyületeket. A kapott fém-sókomplexeit ismert módon, például szűrővel különítjük el; a kapott terméket adott esetben átkristályosítással tisztítjuk.

A találmány szerinti vegyületek erős fungicid hatást mutatnak, és ezért nemkívánatos gombák ellen használhatók. A találmány szerinti vegyületeket ezért fungicid szerek hatóanyagaként használhatjuk fel.

A találmány szerinti fungicid szerek a növényvédelem területén alkalmazhatjuk az alábbi gombák ellen: Oomycetes, Chytridiomycetes, Zygomycetes, Ascomycetes, Basidiomycetes, Deuteromycetes.

A találmány szerinti készítményeket a növények jól tolerálják, ezért a készítményeket a szükséges koncentrációban használhatjuk a növények föld feletti részének a talaj valamint a vetőmag kezelésére.

A találmány szerinti készítményeket különösen jó eredménnyel használhatjuk a gabona betegségek leküzdésére, így például Cochliobolus sativus, Erysiphe graminis, Puccinia és Pyrenophora teres ellen, továbbá az alma-foltosodás (Venturia inaequalis) leküzdésére, továbbá a rizs megbetegedések, mint például Pyricularia és Pellicularia ellen.

A hatóanyagokat ismert módon készítménnyé alakíthatjuk, oldatokat, emulziókat, szuszpenziót, port, habot, pasztát, granulát, aeroszolt, hatóanyaggal bevont természetes és szintetikus anyagokat, polimer anyagok segítségével készített finom kapszulákat, a vetőmagok számára bevonóanyagot, hatóanyaggal bevont természetes és szintetikus anyagokat, továbbá füstpatronokat- és spirálokat, hideg és meleg ULV készítményeket állíthatunk elő.

A készítményeket ismert módon állítjuk elő, így a hatóanyagot segédanyaggal, higítóanyaggal, folyékony oldószerekkel, nyomás alatt cseppfolyósított gázokkal és/vagy szilárd hordozóanyagokkal, adott esetben felületaktív anyagokkal, így emulgeálószerrel és/vagy diszpergálószerrel és/vagy habzást előidéző anyagokkal elegyíthetjük. Abban az esetben, ha higítószerként vizet használunk, oldást elősegítő anyagként használhatunk szerves oldószereket is. Folyékony oldószereként az alábbiak alkalmazhatók: aromás anyagok, így xilol, toluol, vagy alkil-naftalin, klórozott aromás vagy klórozott alifás szénhidrogének, így klór-benzol, klór-etilén vagy metilén-klorid, alifás szénhid-

rogének, mint ciklohexán vagy paraffinok, így például kőolaj frakciók; alkoholok, mint butanol, vagy glikol, továbbá ezek éter vagy észter származékai; ketonok, így acetone, metil-etil-keton, metil-izobutil-keton vagy ciklohexanon-, erősen poláros oldószerek, mint dimetil-formamid és dimetil-szulfoxid továbbá víz. Cseppfolyósított, normál nyomáson gázhalmazállapotú hígítók, illetve hordozóanyagok alatt olyan folyadékokat értünk, amelyek normál hőmérsékleten és nyomáson gázhalmazállapotúak, mint például az aerosol hajtógázok, így a halogénezett szénhidrogének, továbbá bután, propán, nitrogén és széndioxid. A szilárd hordozóanyagok közül említjük meg például a közüzalékokat, mint kaolin, agyagföld, talkum, kréta, kvarc, attapulgit, montmorillonit, diatomaföld, továbbá a szintetikus közüzalékokat, mint a nagy diszperzitású kovács, alumínium-oxid, vagy szilikátok. A granulátumok előállításához szilárd hordozóanyagként alkalmazhatók például az őrlött és frakcionált természetes kőzetek, így kalcit, márvány, habkő, szepiolit, dolomit, továbbá szervetlen és szerves lisztekből készült granulátumok valamint szerves anyagokból készült granulátumok, így például fűrészporból, kókuszdióból, kukorica-csutkából, a dohány növény szárából készült granulátumok. Emulgeáló és/vagy habképző szerként az alábbiak alkalmazhatók: nemionos vagy anionos emulgeátorok, így például poli(oxi-etenil)-zsírsav-észterek, poli(oxi-etenil)-zsírsav-észterek, például alkil-aril-poli(glikol-éter)-ek, alkil-szulfonátok, alkil-szulfátok, aril-szulfonátok, továbbá fehérje-hidrolizátum. Diszpergáló szerként az alábbiak alkalmazhatók, így például: a ligninszulfid, továbbá metil-cellulóz.

A készítményekben kötőanyagként karboxi-metil-cellulóz, természetes vagy szintetikus porszerű anyagok, szemcsés vagy latex alakú polimerek, így gumiarabikum, poli(vinil-alkohol), poli(vinil-acetát) alkalmazhatók.

A készítményekhez festékként használhatunk szervetlen pigmenteket, így például vas-oxidot, titán-oxidot, ferrocianidokat, továbbá szerves színezékeket, mint alizarint, azo- és fém-ftalocianin-színezékeket, valamint nyomelemeket, mint vas-, mangán-, bór-, réz-, kobalt-, molibdén- vagy cink-sókat.

A készítmények általában 0,1–95 tömeg%, célszerűen 0,5–90 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A találmány szerinti készítmények egyéb ismert hatóanyagokkal is összekeverhetők, így például fungicid, baktericid, inszekticid, akaricid, nematocid, herbicid hatású vegyületekkel, madarak elleni védőanyagokkal, a növekedést befolyásoló anyagokkal, növényi tápanyagokkal, talaj struktúra javító szerekkel.

A találmány szerinti eljárással előállítható vegyületek fungicid készítmények formájában hasznosíthatók, a készítményekből alkalmazás előtt hígítások készíthetők, vagy a felhasználásra kész oldatok, emulziók, szuszpenziók, porok, paszták, granulátumok közvetlenül felhasználhatók. A felhasználás szokásos módon történik, így például öntözéssel, merítéssel, permetezéssel, ködképzéssel, elgőzöltetéssel, injektálással, iszapolással, felkenéssel, porzással, szórással, száraz, nedves, vizes vagy iszapos pácolással, valamint inkusztálással.

A felhasznált készítmények koncentrációja széles tartományban változhat, általában 1 és 0,0001 tömeg%, célszerűen 0,5 és 0,001 tömeg% között lehet.

A vetőmag kezelésénél 50 g vetőmagra általában

0,001–50 g, célszerűen 0,01–10 g hatóanyag tartalmú készítményt viszünk fel.

A talaj kezelésénél a készítmény hatóanyagkoncentrációja 0,00001–0,1 tömeg%, előnyösen 0,0001–0,02 súlytömeg% között van.

Előállítási példák

1. Példa

(1) képletű vegyület előállítása

3,4 g (50 mmól) pirazolt, 2,8 g (25 mmól) kálium-terc-butilatot és 5,9 g (25 mmól) 2-(2-klór-fenil)-2,1,2,4-triazol-1-il-metil-oxiránt 200 ml dimetil-formamid-ban elegyítünk, majd az elegyet 36 óra hosszat 100°C hőmérsékleten forraljuk. A reakcióelegyet ezt követően vákuumban betöményítjük, a maradékot kloroformban feloldjuk, szűrjük, majd vízzel mossuk. A kloroformos oldatot nátrium-szulfáttal szárítjuk, szűrjük, vákuumban betöményítjük. A visszamaradó anyagot kromatográfián tisztítjuk (Merck féle 60-as kovács/kloroform). Ily módon 5,8 g (70%-os hozam) 2-(2-klór-fenil)-1- (pirazol-1-il)-3- (1,2,4-triazol-1-il)-2-propanolt kapunk. Törésmutató:

$$n_D^{20} = 1,5690.$$

Kiindulási vegyületek előállítása

(II-1) képletű vegyület előállítása

68,5 g (0,33 mól) 2-(2-klór-fenil)-2-klór-metil-oxiránt 50 ml acetoneban oldunk, majd az oldatot 24,2 g (0,35 mól) triazol és 48,3 g (0,35 mól) kálium-karbonát 300 ml acetoneval készült elegyéhez csepegtetjük. A reakcióelegyet 20 óra hosszat visszafolyatós hűtő alkalmazásával forraljuk, szűrjük, majd a szűrletet betöményítjük. A maradékot metilén-kloridban oldjuk, vízzel mossuk, nátrium-szulfáttal szárítjuk, szűrjük, majd ismét betöményítjük. A maradékot oszlopkromatográfia segítségével tisztítjuk (Merck-féle 60-as kovács/kloroform). Ily módon 159 g (20,5%-os hozam) 2-(2-klór-fenil)-2- (1,2,4-triazol-1-il-metil)-oxiránt kapunk. Törésmutató:

$$n_D^{20} = 1,5572.$$

Fentiek szerint eljárva állíthatjuk elő az 1. táblázatban felsorolt (I) általános képletű vegyületeket.

1. Táblázat

(I) általános képletű vegyületek jellemző adatai

Példa száma	R	Az	Olvadáspont (°C)
55	2.	4-klór-fenil-csoport	pirazol-1-il-csoport 118
	3.	2-klór-fenil-csoport	pirazol-1-il-csoport 100
60	Alkalmazási példa		

A biológiai vizsgálatokhoz összehasonlító anyagként az ismert (A) képletű vegyületet használtuk.

A példa

Cochliobolus sativus vizsgálat (árpa/védőhatás)

Oldószer: 100 tömegrész dimetil-formamid

Emulgeátor: 0,25 tömegrész alkil-aril-poli(glikol-éter)

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot vízzel az A táblázat szerint meghígítjuk.

A védőhatás ellenőrzésére fiatal palántákat fenti készítménnyel harmatnedvesre bepermetezzük. A permetlé leszáradása után a növényeket *Cochliobolus sativus* spóraszuszpenziójával bepermetezzük. (A növényeket 48 óra hosszat 20°C hőmérsékleten 100% relatív nedvességtartalmú inkubátorban tartjuk. Ezután a növényeket mintegy 20°C hőmérsékletű és mintegy 80% relatív nedvességtartalmú növényházba állítjuk.

7 nappal a fertőzés után végezzük a kiértékelést. Az eredményeket az A táblázat foglalja össze.

Az 1. példa szerint előállított találmány szerinti vegyület lényegesen jobb hatást mutat, mint a technika állásából ismert vegyületek.

A táblázat

Hatóanyag	Hatóanyag koncentráció a permetlében %-ban	Fertőzés mértéke a kezeletlen kontrollhoz viszonyítva %-ban
(A) képletű ismert vegyület	0,025	100
(1) képletű találmány szerinti vegyület	0,025	12,5

B példa

Venturia vizsgálat (alma)/védőhatás

Oldószer: 4,7 tömegrész acetone

Emulgeátor: 0,3 tömegrész alkil-aril-poli(glikol-éter)

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot vízzel a B táblázat szerint meghígítjuk.

A védőhatás vizsgálatára fiatal palántákat a fenti készítménnyel harmatnedvesre bepermetezzük. A permetlé leszáradása után a növényeket az alma foltosodást előidéző gomba (*Venturia inaequalis*) vizes spóraszuszpenziójával fertőzzük. Ezután a növényeket egy napig 20°C hőmérsékletű, 100% relatív nedvességtartalmú inkubátorba helyezzük.

A növényeket ezután 20°C hőmérsékletű, 70% relatív nedvességtartalmú növényházba állítjuk.

12 nappal a fertőzés után következik a kiértékelés. Az eredményeket a B táblázat foglalja össze.

Az 1. példában leírt találmány szerinti vegyület lényegesen jobb hatást mutat, mint a technika állásából ismert vegyületek.

B táblázat

5	Hatóanyag	Fertőzés mértéke %-ban 25 ppm hatóanyagkoncentrációjú permetlével való kezelés után
10	(A) képletű ismert vegyület	13
	(1) képletű találmány szerinti vegyület	0

15

C példa

Pyrenophora teres vizsgálat (árpában)/védőhatás

Oldószer: 100 tömegrész dimetil-formamid

Emulgeátor: 0,25 tömegrész alkil-aril-poli(glikol-éter)

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot vízzel a C táblázat szerint meghígítjuk.

A védőhatás vizsgálatára fiatal palántákat fenti készítménnyel harmatnedvesre bepermetezzük. A permetlé megszáradása után a palántákat *Pyrenophora teres* spóra-suszpenzióval bepermetezzük. A palántákat ezután 20°C hőmérsékletű és 100% relatív nedvességtartalmú növényházban állítjuk fel és 48 óra hosszat itt tartjuk.

Ezt követően a növényeket 20°C hőmérsékletű 80% relatív nedvességtartalmú növényházba helyezzük.

7 nappal a fertőzést követően végezzük az értékelést. Az eredményeket a C táblázat foglalja össze.

35

C táblázat

40	Hatóanyag	Hatóanyag tartalom a permetlében (%)	Fertőzés mértéke %-ban a kezeletlen kontrollhoz viszonyítva
45	(B) képletű ismert vegyület	0,025	100
	(1) képletű találmány szerinti vegyület	0,025	17,8

50

D példa
Uromyces vizsgálat (törpe babon)/védőhatás

Oldószer: 4,7 tömegrész acetone

Emulgeátor: 0,3 tömegrész alkil-aril-poli(glikol-éter)

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot a D táblázat szerint vízzel meghígítjuk.

A védőhatás vizsgálatára fiatal palántákat fenti készítménnyel harmatnedvesre bepermetezzük. A permetlé leszáradása után a palántákat *Uromyces appendiculatus* (a bab rozsdásodás előidézőjének) vizes spóraszuszpenziójával fertőzzük. A palántákat ezt köve-

tően 24 óra hosszat 20–22°C hőmérsékletű, 100% relatív nedvességtartalmú térbe helyezzük.

Ezt követően a növényeket 9 napig intenzív megvilágítás mellett 20–22°C hőmérsékletű, 70–80% relatív nedvességtartalmú növényházba helyezzük.

Az értékelést 10 nappal a fertőzést követően végezzük.

Az eredményeket a D táblázat foglalja össze.

D táblázat

Hatóanyag	Fertőzés %-ban 5 ppm hatóanyagtartalmú permetlé alkalmazása esetén
(B) képletű ismert vegyület	22
(I) képletű találmány szerinti vegyület	14

Formálási példák

1. példa

Porozószer

5 tömegrész 1. példa szerinti hatóanyagot 95 tömegrész természetes közetlisszel elegyítünk és porfinomságúra őrölünk. Az így kapott készítményt a növényekre illetőleg ezek életterére felszórjuk.

2. példa

Szórópor (diszpergálható porkészítmény)

a) folyékony hatóanyag formálása

25 tömegrész 1. példászerinti hatóanyagot 1 tömegrész dibutil-naftalinszulfonáttal, 4 tömegrész ligninszulfonáttal, 8 tömegrész nagydiszperzitású kovással továbbá 62 tömegrész természetes közetlisszel elegyítünk, majd az elegyet finom porrá őröljük. A kapott porkészítményt felhasználás előtt kívánt mértékben vízzel hígítjuk.

b) szilárd hatóanyag formálása

80 tömegrész 2. példa szerinti hatóanyagot 1 tömegrész dibutil-naftalinszulfonáttal, 4 tömegrész ligninszulfonáttal, 8 tömegrész nagydiszperzitású kovással továbbá 7 tömegrész természetes közetlisszel elegyítünk, majd az elegyet finom porrá őröljük. Felhasználás előtt a készítményt vízzel kívánt mértékben meghígítjuk.

3. példa

Emulgeálható koncentrátum

5

25 tömegrész 3. példa szerinti hatóanyagot 55 tömegrész xilol és 10 tömegrész ciklohexanon elegyében feloldunk. Ezután emulgeátorként 10 tömegrész, dodecil-benzolszulfonsav-kalciumsó és nonil-fenol-poli(glikol-éter) tartalmú elegyet adunk hozzá. Felhasználás előtt az emulgeálható koncentrátumot kívánt mértékben vízzel meghígítjuk.

10

4. példa

Granulátum előállítása

15

a) folyékony hatóanyag formálása

1 tömegrész 1. példa szerinti hatóanyagot 9 tömegrész granulált, abszorpcióra képes agyagra permetezzünk. A kapott granulátumot a növényekre illetőleg ezek életterére szórjuk.

20

b) szilárd hatóanyag formálása

25

91 tömegrész 0,5–10 mm szemcseméretű homokot 2 tömegrész orsóolajjal, majd ezután 7 tömegrész finomra őrölt hatóanyag eleggyel keverünk össze; ez utóbbi 75 tömegrész 2. példa szerinti hatóanyagot és 25 tömegrész természetes közetlisszel tartalmaz. Az elegyet mindaddig kevertetjük, amíg egyenletes, könnyen gördülő, nem porzó granulátumot kapunk. A kapott granulátumot a növényekre és ezek életterére kívánt mennyiségben felhordjuk.

30

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

35

1. Fungicid szer, amelyben szilárd hordozóanyagként célszerűen közetlisszel, folyékony hordozóanyagként célszerűen xilol és ciklohexanon, továbbá adott esetben felületaktív anyagként célszerűen dibutil-naftalinszulfonát, vagy dodecil-benzolszulfonsav-kalciumsó és nonil-fenol-poli(glikol-éter) van azzal jellemezve, hogy a készítmény 0,5–90 t%-ban valamely (I) általános képletű 1-azolil-3-pirazolil-2-propanol-származékot – a képletben

40

Az jelentése 1,2,4-triazol-1-il-csoport,
R jelentése halogénatommal monoszubsztituált fenilcsoport –

45

tartalmaz.

2. Eljárás az (I) általános képletű 1-azolil-3-pirazolil-2-propanol-származékok előállítására – a képletben Az jelentése 1,2,4-triazol-1-il- vagy pirazol-1-il-csoport,

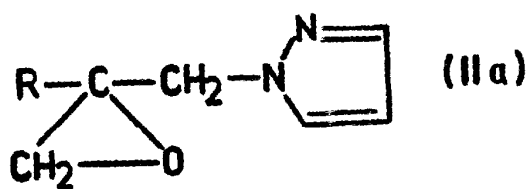
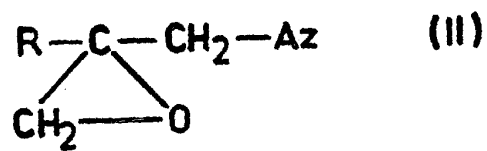
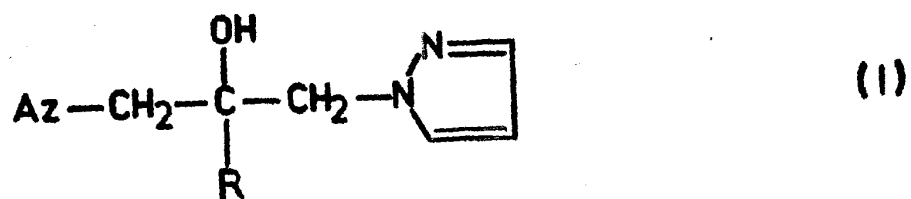
50

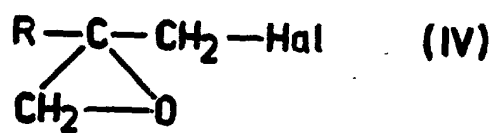
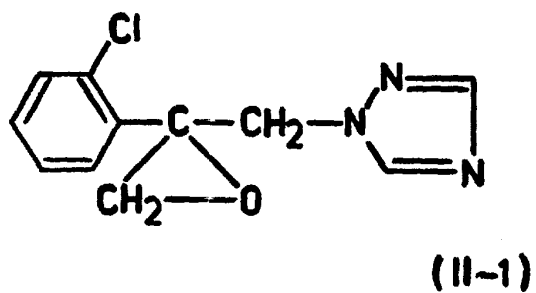
R jelentése adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport, azzal jellemezve, hogy (II) általános képletű azolil-metil-oxirán-származékot, a képletben Az és R jelentése a fenti, pirazollal reagáltatunk alkálifém-alkoholát és hígítószer jelenlétében.

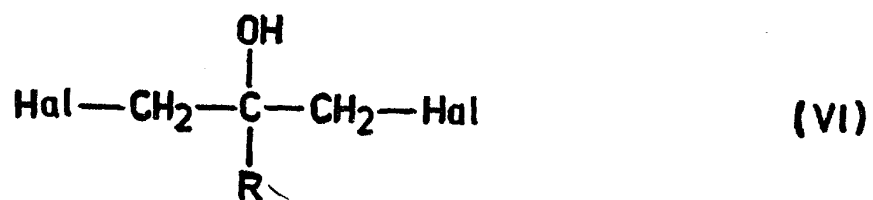
55

18 db ábra

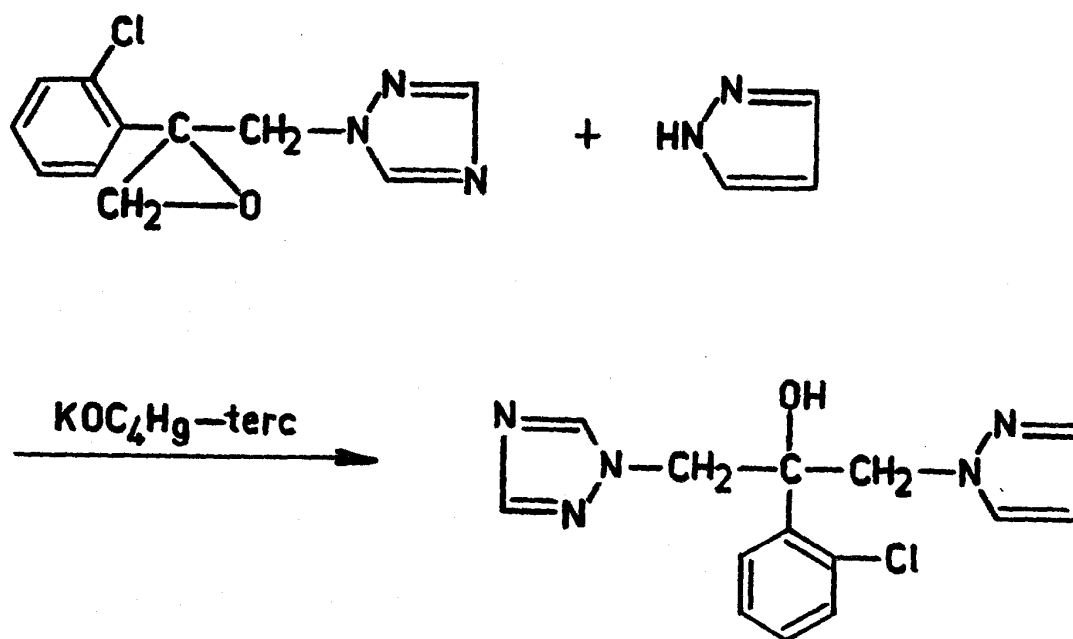
Országos Találmányi Hivatal
F.k.: Himer Zoltán
Kódex



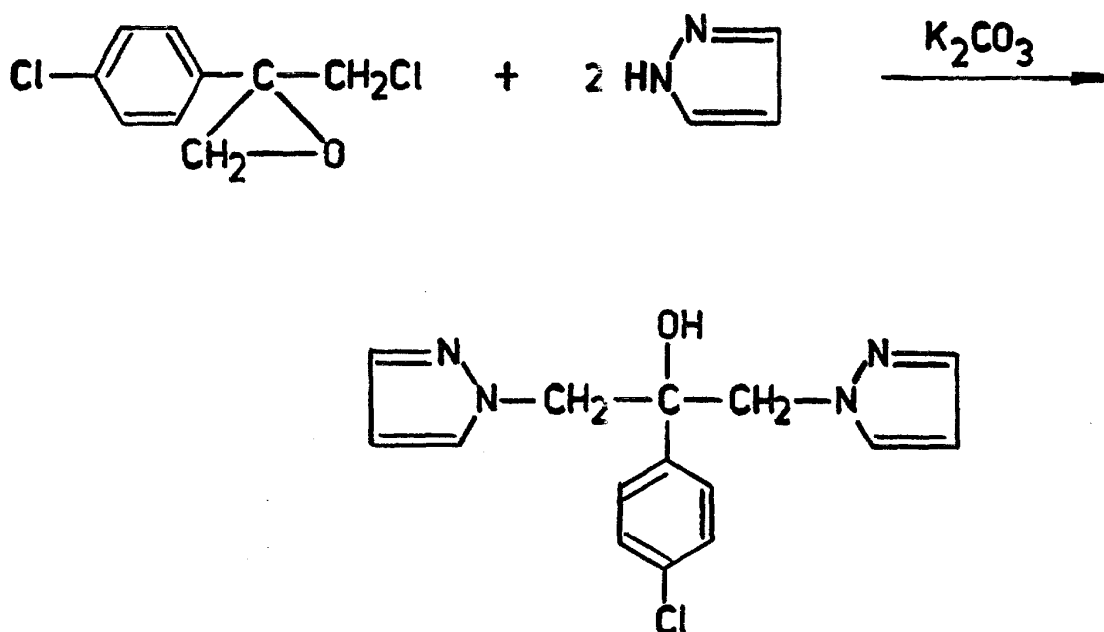




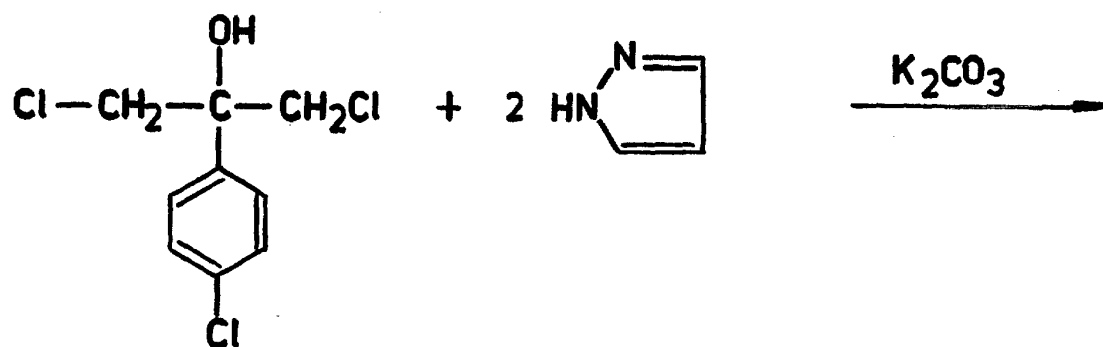
A reakcióvázlat

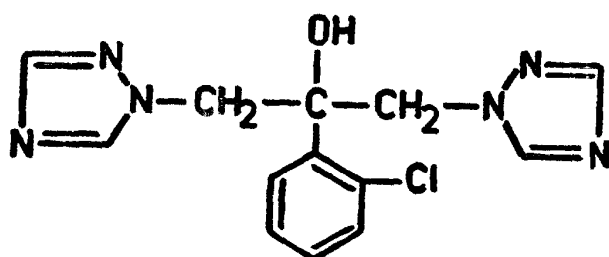
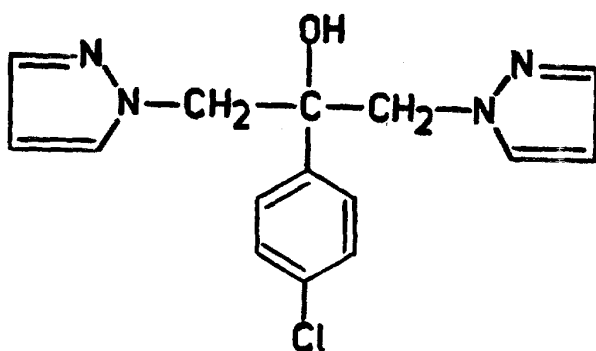


B reakcióvázlat

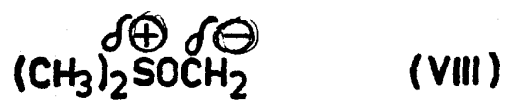
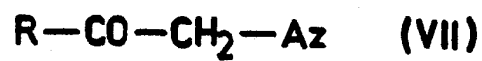


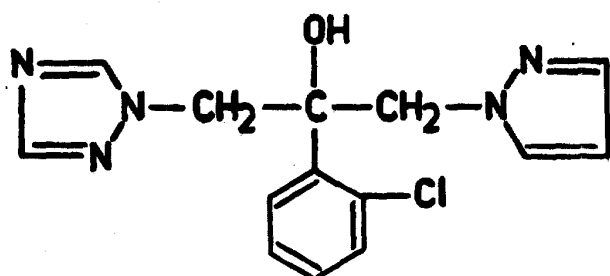
C reakcióvázlat



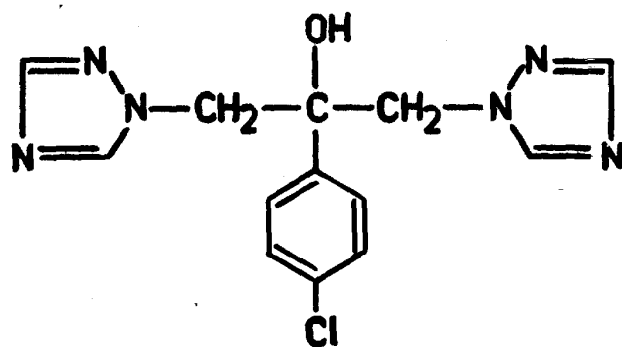


(B)





(1)



(A)