

(19) H U

SZABADALMI LEÍRÁS

(11)

199426 B



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

(22) Bejelentés napja: 1988.06.10.

(21) 3010/88

(51) Int.Cl.₅
C 07 D 231/14
A 01 N 43/56

(30) Bejelentés elsőbbsége:
87 13769 87.06.12. GB

(41) (42) Közzététel napja: 1989.05.29.

(45) Megadás meghirdetésének dátuma
a Szabadalmi Közlönyben: 1990.02.28.



(72) Feltalálók:

BUNTAIN Ian George,
HATTON Leslie Roy, Chelmsford,
HAWKINS David William, Upminster,
Essex;
PEARSON Christopher John, Hertford,
Hertfordshire,
ROBERTS David Alan, London (GB)

(73) Szabadalmaz:

May and Baker Ltd., Dagenham, Essex
(GB)

(54) N-FENIL-PIRAZOL-SZÁRMAZÉKOKAT TARTALMAZÓ INSZEKTICID ÉS NEMATOCID KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány az (I) általános képletű N-fenil-pirazol-származékokat hatóanyagként tartalmazó inszezticid és nematocid készítményekre, valamint a hatóanyagok előállítására vonatkozik.

A képletben

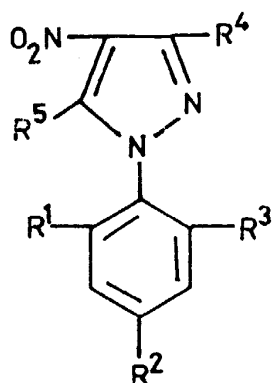
R¹ és R³ jelentése egymástól függetlenül fluor-, klór- vagy brómatom;

R² jelentése 1–4 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú, 3 halogénatom-

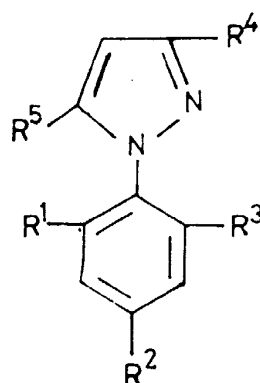
mal helyettesített alkilcsoport, előnyösen trifluor-metil-csoport;

R⁴ jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom, vagy cianocsoport; és

R⁵ jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom vagy aminocsoport, amely adott esetben (1–4 szénatomos alkil)-karbonilcsoporttal helyettesített.



(I)



(II)

HU 199426 B

A leírás terjedelme: 15 oldal, 9 képlet

A találmány hatóanyagként (I) általános képletű 4-nitro-N-fenil-pirazol - származékot tartalmazó inszekticid és nematocid készítményekre, valamint a hatóanyagok előállítására vonatkozik.

Az (I) általános képletben

- R^1 és R^3 jelentése egymástól függetlenül fluor-, klór- vagy brómatom;
 R^2 jelentése 1—4 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú, 3 halogénatommal helyettesített alkilcsoport, például trifluor-metil-csoport;
 R^4 jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom, vagy cianocsoport; és
 R^5 jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom vagy aminocsoport, amely adott esetben (1—4 szénatomos alkil)-karbonilcsoporttal helyettesített.

Az (I) általános képletű vegyületek hatékonynak bizonyultak különböző rovarkártevők, így ízeltlábúak és növényeken élősködő fonalférgek, különösen ízeltlábúak ellen.

Az (I) általános képletű vegyületek közül azok bírnak különösebb jelentőséggel, amelyek képletében az R^1 , R^2 és R^3 szimbólumokat mint a fenilcsoport szubsztituenseik együtt vizsgálva, azok 2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-csoportot eredményeznek.

Előnyösek azok a vegyületek, amelyek képletében R^5 jelentése amino- vagy acetil-amino-csoport, R^1 , R^2 , valamint R^3 jelentéséből adódóan a pirazolgyűrű 2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil-csoportot visel, és R^4 az előzőekben megadott jelentésű.

Kártevőirtó készítmények hatóanyagaiként kiemelkedőek az alábbi (I) általános képletű vegyületek:

1. 5-(Acetil-amino)-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
2. 5-(Acetil-amino)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
3. 5-(Acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
4. 5-Amino-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
5. 5-Amino-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
6. 5-Amino-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.
7. 5-Bróm-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol.

A találmány értelmében az ízeltlábúak és növényeken élősködő fonalférgek leküzdését az (I) általános képletű hatóanyagok — a képletben a szimbólumok az előzőekben megadott jelentésűek — hatásos mennyiségének a kártevők előfordulásának helyére juttatásával érjük el. Az (I) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó készítmények különösen jó eredménnyel alkalmazhatók az állattenyésztésben és a közegészségügy területén a különböző ízeltlábú rovarkártevők ellen. A találmány szerinti hatóanyagok alkalma-

zasi területe kiterjed a gerincesek, elsősorban melegvérű gerincesek, például az ember és különböző háziállatok, így szarvasmarha, juh, kecske, ló, sertés, szárnyasok, kutya, macska és halak külső élősdieire. Ilyenek például a pókszabásúak, köztük a kullancsok, amelyek közé soroljuk az Ixodes, Boophilus (például Boophilus microplus), Amblyomma, Hyalomma, Rhipicephalus (például Rhipicephalus appendiculatus), Haemaphysalis, Dermacentor és Ornithodoros (például Ornithodoros moubata) fajokat, és az atkákat, amelyek közül példaképpen a Damalinia, Dermahyssus gallinae, Sarcoptes (például Sarcoptes scabiei), Psoroptes, Chorioptes, Demodex és Eutrombicula fajokat említhetjük: a kétszárnyúak (Diptera) ahová az Aedes, Anopheles, Musca, Hypoderma, Gasterophilus és Simulium fajok tartoznak; a poloskafélék (Hemiptera) közül a Triatoma fajok; a Phtiraptera rendből például a Damalinia és Linognathus fajok; a bolhák (Siphonoptera) rendjéből például a Ctenocephalides fajok; a Dictyoptera rendből például a Periplaneta és Blatella fajok; a hártýásszárnyúak (Hymenoptera) közül például a Monomorium pharaonis.

A találmány szerinti hatóanyagokat alkalmazhatjuk tárolt termények, így gabonaneműek, szemes termés, liszt, földimogyoró, valamint állattápok, faanyagok, háztartási cikkek, szőnyegek és textilfélék megvédésére különböző ízeltlábúak, elsősorban bogarak, zsiszikek, lepkefélék és atkákat, például az Ephestia, Anthrenus, Tribolium, Sitophilus és Acarus fajokhoz tartozó egyedeivel szemben; csótányok, hangyák és tereszek, valamint hasonló rovarkártevők ellen, amelyek a lakóépületeket és ipari létesítményeket lepik el; csatornáknak, kutaknak, víztárolóknak, vagy más folyó- és állóvízben szunyoglárva ellen; épületek alapzatának és szerkezeti elemeinek, valamint a talaj kezelésére, azzal a céllal, hogy megvédjük az épületeket a tereszek, például a Reticulitermes, Heterotermes és Coptotermes fajok egyedeinek támadásával szemben; a mezőgazdaság területén az alábbi, a lepkék rendjébe (Lepidoptera) tartozó rovarkártevők kifejllett vagy lárváállapotú egyedei, illetve petéinek elpusztítására: Heliothis fajok, például Heliothis virescens, Heliothis armigera és Heliothis zea, Spodoptera fajok, például Spodoptera eximpta, Spodoptera littoralis és Spodoptera eridania, Mamestra configurata, Earias fajok, például Earias insulana, Pectinophora fajok, például Pectinophora gossypiella, Ostrinia fajok, például Ostrinia nubilalis és Trichoplusia ni, Pieris, Laphygma, Agrotis, Amathes, Wiseana, Chilo, Tryporyza és Diatraea fajok, Sparganothis pilleriana, Cydia pomonella és végül az Archips fajok, valamint Plutella xylostella;

az itt felsorolt kerülő, a bogarak (Coleoptera) rendjébe tartozó rovarkártevő fajok kifejllett, illetve lárváállapotú egyedei ellen: Hypothenemus hampei, Hylesinus, Anthrenus grandis, Acalymma, Lema, Leptinotarsa

decemlineata, Diabrotica, Gonocephalum, Agriotes, Dermolepida, Heteronychus, Phaedon cochleariae, Lissorhoptrus cryzophilus, Meligethus, Ceutorhynchus, Rhynchophorus és Cosmopolites; a poloskák (Hemiptera) rendjébe tartozó rovarkártevők alábbi fajai és egyedei irtására: Psylla, Bemisia, Trialeurodes, Aphis, Myzus, Megoura viciae, Phylloxera, Adalges, Phorodon humuli, Aenoelamia, Nephotettix, Empoasca, Nilaparvata, Perkinsiella, Pyrilla, Aonidiella, Coccus, Pseudococcus, Helopeltis, Lygus, Dysdercus, Oxycarenus és Nezara; a hártvány szárnyúak (Hymenoptera) rendjéből az Athalia, Cephus és Atta fajok ellen; a kétszárnyúak (Diptera) rendjéből a Hylemyia, Atherigona, Chlorops, Phytomyza és Ceratitis fajok ellen, a hólyagoslábiák (Thysanoptera) rendjébe tartozók, így a Thrips tabaci ellen; az egyenesszárnyúak rendjébe (Orthoptera) tartozó fajok, például Locusta és Schistocerca ellen; tücskök, például a Gryllus és Acheta fajok irtására; az ugróvillások rendjéből (Collembola) például a Sminthurus és Onychiurus fajok ellen; a fülbemászók rendjéből (Dermaptera) például a Forficula fajok ellen; valamint más, mezőgazdasági szempontból jelentős ízeltlábúak, így az atkák közül a Tetranychus, Panonychus, Bryobia, Eriophies, Polyphagotarsonemus, Blaniulus, Scutigera, Oniscus és Triops fajok ellen.

A fonálféreg megátadja a mezőgazdaságilag fontos növényeket és fákat, továbbá az erdőkben és kertészetekben nagy károkat okoznak akár közvetlenül, akár közvetve azáltal, hogy a növények baktériumos, vírusos vagy gombás fertőzéseit terjesztik, és ezért nem érdektelen, hogy a találmány szerinti hatóanyagokat sikerrel alkalmazhatjuk a gyökérgumós-fonálféreg Meloidogyne (például Meloidogyne incognita) fajai ellen; a hólyagképző fonálféreg Globodera (például Globodera rostochiensis), Heterodera (például Heterodera avenae) és Radophulus (például Radophulus similis) fajai ellen; a vándorló gyökér-fonálféreg ellen, így a Pratylenchus (például Pratylenchus pratensis), Belonolaimus (például Belonolaimus gracilis), Tylenchulus (például Tylenchulus semipenetrans), Rotylenchulus (például Rotylenchulus reniformis), Rotylenchus (például Rotylenchus robustus), Helicotylenchus (például Helicotylenchus multicinctus), Hemicycliphora (például Hemicycliphora gracilis), Criconemoides (Criconemoides similis) és a Trichodorus (például Trichodorus primitivus) fajok okozta károk megelőzésére, valamint a szájszuronyos fonálféreg Xiphinema (például Xiphinema diversicaudatum), Longidorus (például Longidorus eloogatus), Hoplolaimus (például Hoplolaimus coronatus), Aphelenchoides (például Aphelenchoides ritzema-bosi és Aphelenchoides besseyi) és Ditylenchus (például Ditylenchus dipsaci) fajai ellen.

Az ízeltlábúak és fonálféreg okozta károk megelőzése végett, általában azt a helyet,

ahol az elősdifertőzést észlelték, hektáronként a hatóanyag 0,1 kg-tól mintegy 25 kg-ig terjedő mennyiségével kezeljük. A leküzdendő rovarkártevőktől függően, ideális esetben a megadott értékek alsó határát jelentő mennyiség is megfelelő védelmet nyújthat. Másrészt azonban, kedvezőtlen időjárási viszonyok között, vagy a rovarkártevők ellenállóképessége, illetve egyéb tényezők miatt, nagyobb mennyiségű hatóanyag alkalmazása is szükségessé válhat. A levélzetre történő alkalmazáskor hektáronként 1—1000 g hatóanyagok számíthatunk.

Ha az elősdiek a talajban tenyésznek, a hatóanyagot tartalmazó készítményt egyenletes eloszlásban, bármely alkalmas módon kijuttatjuk a kezelendő területre. A kártevők elleni védekezés során a készítményt — ha úgy kívánjuk — alkalmazhatjuk a szántóföld vagy a bevetett terület kezelésére, illetve csaknem ugyanilyen eredménnyel a vetőmag vagy a növény kezelésére. A hatóanyagot bemoshatjuk a talajba a kezelt terület öntözésével, de rábizhatjuk ezt a természetre is, amikor az eső végzi el ezt a műveletet.

A kártevőirtó készítményt a mentesítendő területre történő kijuttatás közben, vagy azt követően, kívánt esetben gépi úton, például szántással vagy tárcsázással is szétoszthatjuk a talajban. A készítmény kijuttatása történhet a vetést megelőzően, a vetéssel egyidejűleg, valamint a vetést követően, de a növény kikelése előtt, illetve azután.

Az (I) általános képletű hatóanyagokat — szilárd vagy folyékony készítmény formájában — a talaj kezelésére mindenekelőtt akkor használhatjuk, ha az elősdieknek, amelyek ellen védekezni akarunk, az a természetes tartózkodási helyük, míg elsősorban a levélzetet kezeljük, akkor, ha olyan fonálféreg kártevését akarjuk elkerülni, amelyek a növény föld feletti részét támadják meg, például az előzőekben felsorolt Aphelenchoides és Ditylenchus fajok.

Az (I) általános képletű hatóanyagok értékes tulajdonsága, hogy akkor is elpusztítják a rovarkártevőket, amikor azok a növény egy távolabbi részén élősöknek, mint ahol a szer alkalmazása történt; így például a levélen élősök kártevőket előlhetjük úgy is, hogy a növény gyökérzetét kezeljük a hatóanyaggal.

A találmány szerinti eljárással előállított vegyületek ezenkívül csökkenthetik a károkozás mértékét rovarriasztó hatásuk révén, valamint azáltal, hogy az adott növényi részt, mint táplálékot élvezhetetlenné teszik az elősdi számára.

Az (I) általános képletű hatóanyagok különösen értékesnek bizonyultak szántóföldek, legelők, ültetvények, gyümölcsösök és szőlők kertek kártevőmentesítésében, disznóvényleg, ligetek és erdők fának védelmében; védelmet nyújthatnak a kártevők ellen például a gabonaműveknek, így a kukoricának, búzának, rizsnek és ciroknak, a gyapotnak és dohány-

nak, a főzelékféléknek és salátáknak, így a babnak, kelkáposztának, uborkának, fejessalátának, vöröshagymának, paradicsomnak és paprikának, szántóföldi növényeknek, így a burgonyának, cukorrépának, földimogyorónak szójababnak és repcének, a cukornádnak, a kaszálókon termett, valamint más takarmánynövényeknek, így a kukoricának, ciroknak és lucernának, az ültetvények növényeinek, köztük a teának, kávénak, kakaónak, banánnak, olajpálmának, kókusznek, gumifának és különböző fűszernövényeknek, a gyümölcsösökben és ligetekben található gyümölcsfáknak, így a csonthéjasoknak, alma-termésűeknek, citrusféléknek, kiwinek, avokádónak, mangónak, az olaj- és diófáknak, a szőlőnek, disznónövényeknek, így virágoknak és cserjéknek, akár üvegházban, akár kertekben vagy parkokban található, valamint erdei fáknak, beleértve a lombhullató és örökzöld fajokat, mind az erdőkben, mind a ligetekben vagy csemetekeretekben.

A találmány szerinti hatóanyagokat eredményesen alkalmazhatjuk faanyagok, így élőfa, kitermelt fa, fűrészáru, valamint raktározott faanyag és faszerkezetek megvédésére, különböző rovarkártevők, köztük a levéldarazsak, például az Urocerus, valamint bogarak, például szűfélék, fűrőlégfélék, a lyctidae és bostrychidae nemhez tartozó fajok, cincérfélék és álszűfélék, továbbá a természetes, például a Reticulitermes, Heterotermes és Coptotermes fajok egyedeinek támadásával szemben.

A találmány szerinti hatóanyagok alkalmazási területe kiterjed különböző raktározott termények, például szemtermések, diófélék, fűszeráru és dohány — akár egészben, akár őrölt vagy feldolgozott állapotban tároljuk azokat — megvédésére lepkefélék, bogarak és atkák támadásával szemben; különféle állati eredetű termékek, így bőrök, szőrmék, gyapjú és toll — természetes vagy feldolgozott formában, például mint szőnyeg vagy szövet — megvédésére a lepkefélék és bogarak ellen; továbbá tárolás közben húsok és halak megvédésére bogarak, atkák és legyek támadásával szemben.

Az (I) általános képletű hatóanyagok rendkívül értékesnek mutatkoztak az izeltlábúak elleni küzdelemben, amelyek okozói, terjesztői vagy fertőzőszövetítői az ember és a háziállatok betegségeinek. Ezek közé az élősködők közé sorolhatók a már korábban említettek, de különösen a kullancsok, atkák, tetvek, bolhák és szunyogok, valamint a csípő, kellemetlen és légylárva-betegséget terjesztő legyek. Különösen hasznosnak bizonyultak az (I) általános képletű hatóanyagok az izeltlábú rovarkártevők azon fajai elleni küzdelemben, amelyek a háziállatok bőrén élősködnek, továbbá az állatok vérének szívják.

A következőkben ismertetésre kerülő készítmények, amelyeket raktározott termékek, háztartási javak, valamint az általános környezethez tartozó egyéb vagyontárgyak és

területek kártevőmentesítésére irtak le, általában alkalmasak a lábon álló termés, a termőföld vagy a vetőmag kezelésére is.

Az (I) általános képletű hatóanyagok alkalmazásának lehetséges módozatai magukban foglalják:

általában a környezet, vagy speciálisan azoknak a helyeknek a kezelését, ahol a kártevők rejtőznek, így raktározott termékek, háztartási javak, ipari és lakóépületek kártevőmentesítését, amelyhez permetet, ködöt, füstöt, port, viaszos kenetet, mázt, szemcsés anyagot vagy csalétket használhatunk, továbbá vízelvezetők, kutak, víztárolók és más folyó- vagy állóvizek kártevőmentesítését, amelyekhez a hatóanyagot csepegtető adagolóval juttathatjuk el;

a háziállatok takarmányának kezelését; a lábon álló termés kezelését a hatóanyaggal a levélzetre alkalmazható permet, por, szemcsézett anyag, köd vagy hab, valamint finomra őrölt és kapszulázott készítmény formájában, továbbá a termőtalaj és a gyökérszer kezelésére alkalmas folyékony öntözőszer, por, szemcsézett anyag, füst és hab alkalmazását, vagy a vetőmag kezelését folyékony szuszpenzió, illetve por kiszerezésű hatóanyaggal.

Az (I) általános képletű hatóanyagokat felhasználhatjuk az izeltlábú rovarkártevők elleni küzdelemben, bármely a technika mai állása szerint ismert készítmény formájában, amely alkalmas arra, hogy gerinceseket külsőleg kezeljük, továbbá alkalmas arra, hogy épületekben, illetve bármilyen nyitott vagy zárt területen elpusztítsa a rovarkártevőket. Egy ilyen készítmény hatóanyagaként az (I) általános képletű vegyületek közül legalább egyet, valamint azzal összeférhető egy vagy több hígítószer és a célnak megfelelő hatásjavító szer vagy szereket tartalmaz, és előállítása bármely a szakemberek előtt ismert módon történhet.

A bőrön helyi kezelésre szánt készítmények lehetnek például permet, por, lemosó fürdő, merítő fürdő, zuhany, folyadéksugár, kenőcs, sampon, krém, viaszos kenet, vagy külsőleg használatos készítmények, illetve eszközök, például fültampon, amelyeket kívülről elhelyezve az állatokon helyi, vagy az egész szervezetre kiterjedő kártevőirtó hatást érhetünk el.

A rovarkártevők irtására alkalmas szilárd vagy folyékony csalétket egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot, valamint hordozó- vagy hígítószeret tartalmaznak, amelyek közé tartozhat például valamilyen eleség vagy más egyéb anyag, amely az izeltlábúakat arra készíti, hogy fogyasszanak belőle.

A folyékony készítmények magukban foglalják a vízzel elegyedő vagy emulgalható sűrítmenyt, a folyós szuszpenziót és a nedvesíthető vagy oldható porokat, amelyek egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaznak és felhasználhatók a kártevők irtására, vagy az izeltlábúak által ellepített, illet-

ve annak kitett helyek, így például különböző helyiségek, nyitott vagy zárt raktárak és műhelyek, tartályok és szerelvények, valamint álló- vagy folyóvizek kezelésére.

Az egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot tartalmazó, szilárd, homogén vagy heterogén készítmények, amelyekkel álló- vagy folyóvizek kártevőmentességét biztosíthatjuk egy bizonyos időtartamra, lehetnek például szemcsézett anyagok, labdacso, valamint briktett vagy kapszula. Ugyanezt a hatást elérhetjük csepegtető vagy szakaszos adagolók használatával, amelyek töltete a már korábban itt leírt, vízben diszpergálható sűrítőanyag.

Használatosak még azok a készítmények, amelyek a hatóanyagot aeroszol, vizes, vagy nemvizes oldatok, illetve diszperziók formájában tartalmazzák, és alkalmasak arra, hogy permetként, ködként, valamint kis hígítású vagy úgynevezett „ultra-low volume”, vagyis nagyon kis hígítású permetként juttassuk el a hatóanyagot a kívánt helyre.

Az (I) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó készítmények előállításához megfelelő szilárd hígítóanyagok az alumínium-szilikát, kovaföld, pelyva, kalcium-foszfát, örölt parafa, aktív szén, magnézium-szilikát, agyagféleségek, például kaolin, bentonit vagy attapulgit, de alkalmazhatunk vízzeloldható polimereket is, és kívánt esetben az ilyen szilárd készítmények tartalmazhatnak egy vagy több összeférhető nedvesítő-, diszpergáló-, emulgáló- vagy színezőanyagot, amelyek ha szilárd halmazállapotúak, ugyancsak szolgálhatnak hígítószerként is.

Ezeket a szilárd halmazállapotú készítményeket, amelyek porózus, granulátum vagy nedvesíthető por formájában a legelterjedtebbek, általában úgy állítjuk elő, hogy a szilárd hordozót átitatjuk az (I) általános képletű hatóanyag valamely illékony oldószerrel készült oldatával, az oldószert lepároljuk és ha szükséges a terméket porrá őröljük, majd kívánt esetben granuláljuk vagy pirulává, illetve briktetté préseljük, vagy a finom eloszlású anyagot természetes, illetve szintetikus polimerekkel, például zselatinnal, szintetikus gyantákkal vagy poliamidokkal bevonjuk.

A nedvesítő-, diszpergáló- vagy emulgálószerként használatos anyagok, amelyek elsősorban a nedvesíthető por adalékai, lehetnek ionos vagy nemionos típusúak, illetve a kétféle típusú anyagok keverékei, például szulfuricinolátok, kvaterner ammónium-származékok, olyan kondenzációs termékek, amelyeket etilén-oxid és nonil-, vagy oktil-fenol reakciójával kapunk és anhidroszorbitorok karbon-savészterei, amelyeket úgy teszünk oldhatóvá, hogy a szabad hidroxil-csoportokat etilén-oxiddal reagáltatva éteresítjük. A nedvesíthető porokat közvetlenül a felhasználás előtt keverjük össze vízzel, amikor is kártevőirtásra alkalmas szuszpenziót kapunk.

Az (I) általános képletű hatóanyagok egyik felhasználási formáját képezik a folyékony készítmények, ami alatt az (I) általános képletű vegyületek oldatát, szuszpenzióját vagy emulzióját értjük — esetleg természetes vagy szintetikus polimer anyagú kapszulákba zárva — amelyek kívánt esetben nedvesítő-, diszpergáló- vagy emulgálószerként is tartalmazhatnak. Ezek az emulziók, szuszpenziók vagy oldatok készülhetnek vizes vagy szerves oldó- vagy hígítószerrel, illetve azok keverékeivel, amelyek ionos vagy nemionos típusú nedvesítő-, diszpergáló- vagy emulgálószerként, például az imént említetteket, vagy azok keverékeit is tartalmazhatják. Alkalmas oldó-, illetve hígítószerként például az acetofenon, izoforon, toluol, xilol, ásványi, valamint állati vagy növényi eredetű olajok és vízzeloldható polimerek, továbbá ezek keverékei. Kívánt esetben az (I) általános képletű hatóanyagokból önemulgáló sűrítőanyagokat készíthetünk, amelyek a hatóanyagot valamely emulgálószerben feloldva, vagy a vele összeférhető emulgálószerrel együtt valamilyen oldószerben feloldva tartalmazzák, és egyszerűen víz hozzáadásával állíthatunk elő belőlük felhasználásra kész kártevőirtószert.

Az (I) általános képletű hatóanyagokból előállított készítmények, amelyeket ízeltlábúak és növényeken élősködő fonálférgek irtására használhatunk, a fentiekben kívül hatásfokozó anyagokat, mint amilyenek például a piperonil-butoxid vagy a sesames, stabilizálószereket, más rovarirtókat vagy rühellenes szereket, illetve a növényeken élősködő fonálférgek ellen hatásos vegyületeket, gombaölő hatású szereket — a mezőgazdasági vagy állatorvosi alkalmazásnak megfelelően ilyenek például a benomil és iprodion — baktériumölő szereket, az ízeltlábúakat vagy gerinceseket vonzó, illetve riasztó adalékokat vagy feromonokat, a szagot elfedő anyagokat, illatanyagokat, színezékeket, továbbá kiegészítő gyógyászati anyagokat, például nyomelemeket tartalmazhatnak, azzal a céllal, hogy a készítmény hatékonyságát, tartósságát, biztonságát, vagy ahol kívánatos, felszívódását fokozzák, bővítsék, a kártevők körét, amelyek irtására felhasználhatók, vagy segítsék a szer más hasznos tulajdonságainak megnyilvánulását a már ismert alkalmazási területeken.

Azokból az egyéb kártevőirtószereként hatékony vegyületekből, amelyekből a találmány szerinti készítmények egyet vagy többet tartalmazhatnak, illetőleg amelyekkel együtt alkalmazhatók, példaképpen felsorolunk néhányat: acefát, klórpirofosz, demeton-S-metil, diszulfoton, etoprofosz, fenitroton, malation, monokrotofosz, paration, fozalon, pirimifosz-metil, triazofosz, ciflutrin, cipermetrin, deltametrin, fenpropatrin, fenvalerát, permetrin, aldikarb, karboszulfán, metomil, oxamil, pirimikarb, bendiokarb, teflubenzuron, dikofol, endoszulfán, lindán, benzoximát, kartap, cihe-xatin, tetradifon, avermektinsz, ivermektin,

milbemicinsz, tiofanát, triklórfon, diklórvosz, diaveridin és dimetridazol.

Az ízeltlábúak és növényeken élősködő fonálférgek ellen használatos készítmények hatóanyag-tartalma tömegszázalékban kifejezve általában 0,00001 és 95, az esetek többségében 0,0005 és 50 közötti érték lehet, amely úgy értendő, hogy ilyen arányban tartalmaznak egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot, vagy ilyen arányban tartalmaznak hatásos komponenseket, beleértve az (I) általános képletű vegyületeket, más az ízeltlábúak és a növényeken élősködő fonálférgek számára toxikus anyagokat, hatásfokozó anyagokat, nyomelemeket és stabilizálószereket. A ténylegesen felhasználásra kerülő készítményt, valamint annak mennyiségét, az elérendő hatás szem előtt tartásával, az állattenyésztő, állatorvos, továbbá a kártevőirtást végző szakember, vagy más erre kiképzett személy állapítja meg.

A szilárd vagy folyékony készítmények, amelyek állatok, faanyagok, raktározott termékek és háztartási javak helyi kezelésére alkalmasak, általában 0,00005-től 90 tömegszázalékig, leggyakrabban 0,001-től 10 tömegszázalékig terjedő arányban tartalmaznak egy vagy több (I) általános képletű vegyületet. A takarmányhoz kevert egy vagy több (I) általános képletű hatóanyag mennyisége, rendes körülmények között, tömegszázalékban kifejezve 0,001 és 3 értékek közé esik. A takarmánykeverék előállítására szolgáló szűrítmenyek és adalékok egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaznak 5–90, előnyösen 5–50 tömegszázaléknyi mennyiségben. A sónyalatók hatóanyag-tartalma, amely alatt egy vagy több (I) általános képletű vegyületet értünk, szokványos körülmények között 0,1 és 10 tömegszázalék között van.

A porok és folyékony készítmények, amelyek különböző javak, továbbá épületek és szabad területek kártevőmentesítésére alkalmasak, 0,0001-től 15 tömegszázalékig, közelebbről meghatározva 0,005-től 2,0 tömegszázalékig terjedő arányban tartalmaznak egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot. Vizekben, a kívánt hatás elérése végett, a hatóanyag, azaz egy vagy több (I) általános képletű vegyület megfelelő koncentrációja 0,0001 és 20 ppm, az esetek zömében 0,001 és 5 ppm között van, amely tenyésztőkben, a helyes időtartam megválasztásával, a halak gyógyszeres kezelésére is alkalmas. Csalétkék 0,01–5, előnyösen 0,01–1,0 tömegszázaléknyi mennyiségben tartalmazhatnak egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot.

Az (I) általános képletű hatóanyagokat ismert eljárásokkal — azaz amelyeket már korábban alkalmaztak, vagy leírtak a kémiai szakirodalomban —, vagy ismert eljárások adaptációjával állíthatjuk elő. A heterociklus kialakítását követően, ahol szükséges, általában a helyettesítők kicserélésével jutunk a

kívánt termékhez, amelynek során, szükség esetén, a többi helyettesítőt megvédjük — például az aminocsoportot acilezéssel — és végül a védőcsoportot eltávolítjuk, például a következőkben ismertetésre kerülő módon.

A leírás következő részében előfordulhat, hogy a képletekben szereplő szimbólumok jelentését egyik vagy másik helyen nem adjuk meg külön, amikor is azok jelentését úgy kell értelmezni mint előzőleg meghatározottat, összhangban azzal a jelentéssel, amelyet akkor adtunk meg, amikor az adott szimbólum első ízben fordult elő. Az eljárások ismertetése során, ha másképpen nem határozzuk meg, az aminocsoport alatt minden esetben helyettesítetlen aminocsoportot kell érteni.

Amint az a következőkből kiderül, az itt ismertetendő eljárásokat vagy azok adaptációit megfelelő kombinációban kivitelezve állíthatjuk elő a megcélzott (I) általános képletű hatóanyagokat, például acilezett aminocsoportot helyettesítetlen aminocsoporttá hidrolizálhatunk. Valamely (I) általános képletű vegyületet ismert eljárásokkal alakíthatunk át egy másik (I) általános képletű vegyületté.

Az „a” változatnak nevezett eljárás szerint, amely egyébként jellemző része a találmánynak, egy (I) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^5 jelentése aminocsoport, úgy állíthatunk elő, hogy egy (IB) általános képletű vegyületet, amelynek képletében az R^6 szimbólum jelentése formilcsoport, vagy 2–7 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú alkanoilcsoport, amely helyettesítőként egy vagy több halogénatomot viselhet, hidrolizálunk. A hidrolízist általában savakkal, például sósavval vagy hidrogén-bromiddal, valamilyen oldószerben, például ecetsavban vagy dioxánban, illetőleg alkálifém-hidroxidokkal, például nátrium- vagy kálium-hidroxiddal, vízben, inert szerves oldószerben, vagy víz és valamely rövid szénláncú alkohol elegyében, szobahőmérséklet és a reakcióelegy forráspontja közé eső hőmérsékleten végezzük.

A „b” változatnak nevezett eljárás szerint, amely jelen találmánynak ugyancsak jellemző részét képezi, egy (I) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^5 jelentése az előzőekben meghatározott, de helyettesítetlen aminocsoporttól eltérő jelentésű, a megfelelő (II) általános képletű vegyület, amelynek képletében R^1 , R^2 , R^3 és R^4 a jelen leírásban korábban már megadott jelentésű, és R^5 helyett $R^{5'}$ áll, amelynek jelentése azonos az R^5 szimbólumra az előzőekben megadottal, de helyettesítetlen aminocsoporttól eltérő jelentésű — és valamilyen nitráló reagens, előnyösen salétromsav, adott esetben kénsav jelenlétében, vagy valamilyen oldószerben, például ecetsavban vagy ecetsavanhidridben, 0 és 100°C közötti hőmérsékleten kivitelezett reakciójával állíthatunk elő.

Azokat a kiindulási vegyületeket, amelyek (IB) általános képlettel írhatók le, és amelyek képletében R^6 jelentése egy R^9 -CO- általános képletű csoport, ahol R^9 1–6 szénatomos,

egyenes vagy elágazó láncú, helyettesítetlen, illetőleg egy vagy több halogénatommal helyettesített alkilcsoportot jelent, úgy állíthatjuk elő, hogy egy (I) általános képletű vegyületet, ahol R^5 jelentése helyettesítetlen aminocsoport, vagy annak alkálifémsóját egy (III) általános képletű vegyülettel, amelynek képletében X^1 jelentése klór- vagy brómatom, vagy egy (IV) általános képletű dikarbonsav-származékkal reagáltatjuk. A reagáltatást oldószer nélkül, vagy valamilyen inert szerves oldószer, például acetonitril, tetrahidrofuran, ketonok, például aceton, aromás szénhidrogének, például benzol vagy toluol, továbbá kloroform, metilén-diklorid vagy N,N-dimetil-formamid jelenlétében, adott esetben valamilyen savmegkötőszert, például piridin, trietil-amin, valamint alkálifémek karbonátjai vagy hidrogén-karbonátjai, így nátrium- vagy kálium-karbonát, illetve nátrium- vagy kálium-hidrogén-karbonát jelenlétében, 0°C és a reakcióelegy forráspontja közötti hőmérséklet-tartományban végezhetjük, aminek eredményeképpen a megfelelő (IB) általános képletű vegyület keletkezik, amelynek képletében R^6 jelentése egy $R^9\text{-CO-}$ általános képletű csoport, ahol R^9 a korábban megadott jelentésű lehet.

Azokat az (IB) általános képletű vegyületeket, amelyeknek képletében R^6 jelentése formilcsoport, úgy állíthatjuk elő, hogy egy (I) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^5 jelentése helyettesítetlen aminocsoport, (ecetsav-hangyasav) anhidriddel reagáltatunk. Az (ecetsav-hangyasav) anhidridet hangyasavból és ecetsavanhidridből állíthatjuk elő, és az (I) általános képletű vegyületekkel reagáltathatjuk oldószer nélkül, vagy valamilyen inert szerves oldószerben, például ketonok, így aceton, aromás szénhidrogének, így benzol vagy toluol jelenlétében, adott esetben valamilyen savmegkötőszert, például piridin, trietil-amin, valamint alkálifémek karbonátjai vagy hidrogén-karbonátjai, így nátrium- vagy kálium-karbonát, illetve nátrium- vagy kálium-hidrogén-karbonát jelenlétében, 0°C és a reakcióelegy forráspontja közötti hőmérséklet-tartományban, aminek eredményeképpen olyan (IB) általános képletű vegyületeket kapunk, amelyek képletében R^6 jelentése formilcsoport.

A „c” változatnak nevezett eljárás értelmében, amelyet a találmány további jellemző részeként ismertetünk, az (I) általános képletű vegyületek közül azokat, amelyek képletében R^5 jelentése fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom, úgy állíthatjuk elő, hogy egy (II) általános képletű vegyületben, amelynek képletében R^5 jelentése aminocsoport, az aminocsoportot halogénatomra cseréljük. Ezt elérhetjük olyan módon, hogy a vegyületet először diazotáljuk, majd hidrogén-[tetrafluoro-borát] és kénsav jelenlétében nátrium-nitrít — -10 és $+10^\circ\text{C}$ közötti hőmérsékleten reagáltatva a pirazolgyűrű 4-es helyzetű hid-

rogénjét nitrocsoporra cseréljük, és végül — -30 és $+30^\circ\text{C}$ közötti hőmérséklet-tartományban, feleslegben vett hidrogén-[tetrafluoro-borát] jelenlétében fotolízissel kapjuk a megfelelő terméket, amelynek képletében R^5 jelentése fluoratom, de eljárhatunk úgy is, hogy az aminoszármazékot valamilyen alkil-nitrítel, előnyösen terc-butil-nitrítel reagáltatjuk 0 és 100°C közötti hőmérsékleten, valamilyen halogénezőszert, előnyösen vízmentes réz-klorid, bromoform vagy jód — a kívánt halogénatomnak megfelelően — jelenlétében, amikor is olyan termékhez juthatunk, amelynek képletében R^5 jelentése klór- vagy bróm-, illetve jódatom.

A (II) általános képletű köztitermékeket, amelyek képletében R^4 jelentése fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom-, és a pirazolgyűrűn 4-helyzetben egy R^8 szimbólummal jelölt csoportot viselnek, amelyek jelentése ciano-, formil-, vagy egy $R^{15}\text{-O-CO-}$ általános képletű csoport lehet, ahol R^{15} jelentése 1—8 szénatomos alkilcsoport, előnyösen etilcsoport, a megfelelő (II) általános képletű vegyületekből, amelyek képletében R^4 jelentése aminocsoport és 4-es helyzetben a pirazolgyűrűn egy R^8 szubsztituens található, diazotálással állíthatjuk elő, amelynek kivitelezése során vagy úgy járunk el, hogy — -10 és $+10^\circ\text{C}$ közötti hőmérsékleten először nátrium-nitrítel reagáltatjuk a kiindulási vegyületet, hidrogén-[tetrafluoro-borát] és kénsav jelenlétében, majd ezt követően — -30 és $+30^\circ\text{C}$ közötti hőmérséklet-tartományban hidrogén-[tetrafluoro-borát] feleslegében végzett fotolízissel kapjuk a megfelelő fluorszármazékot, azaz ahol a képletben R^4 jelentése fluoratom, vagy valamilyen alkil-nitrítel, előnyösen terc-butil-nitrítel, 0 és 100°C közötti hőmérsékleten, valamilyen halogénezőszert, előnyösen vízmentes réz-klorid, bromoform vagy jód — a kívánt halogénatomnak megfelelően — jelenlétében hajtjuk végre a reakciót, amikor is olyan termékhez juthatunk, amelynek képletében R^4 jelentése klór- vagy bróm-, illetve jódatom.

Azokat a (II) általános képletű köztitermek észtereket, amelyek képletében R^4 jelentése klór-, bróm- vagy jódatom, vagy R^4 jelentése aminocsoport, és a pirazolgyűrű 4-es szénatomján a hidrogénatom helyett egy $R^{15}\text{-O-CO-}$ általános képletű csoport található — a képletben R^{15} jelentése az előzőekben meghatározott lehet —, a (XII) általános képletű vegyületekből, amelyek képletében R^{15} jelentése a fenti, diazotálással állíthatjuk elő.

A (XII) általános képletű diamino-észterek, amelyek képletében R^{15} jelentése az előzőekben meghatározott, előállíthatók a (IX) általános képletnek megfelelően helyettesített fenil-hidrazinokból vagy azok savaddíciós sóiból, ha azokat valamilyen alkil-(diciano-acetát), előnyösen etil-(diciano-acetát), alkálifém-, például káliumsóval reagáltatjuk sósavas közegben, szobahőmérséklet és a reak-

cióelegy forráspontja közötti hőmérsékleten. Az alkil-(diciano-acetát)-ok előállítása során úgy járunk el, hogy malononitrilt kálium-hidroxid jelenlétében, tetrahidrofuranban, 0 és 100°C közötti hőmérsékleten a megfelelő alkil-(klór-formiát)-tal reagáltatunk.

A (II) általános képletű köztitermék aldehideket, amelyek képletében R^4 jelentése cianocsoport vagy fluor-, illetve klóratom, és pirazolgyűrű 4-es szénatomja formilcsoportot visel, a megfelelő (XI) általános képletű vegyület — $R^{4'}$ jelentése cianocsoport, klór- vagy fluoratom redukciójával állíthatjuk elő, amelyet hangyasavban Raney-nikkelrel, vagy valamilyen inert oldószerben, például tetrahidrofuranban, —78 és 0°C közötti hőmérsékleten, diizobutil-alumínium-hidriddel végezhetünk.

A (XIII) általános képletű köztitermékeket amelyek képletében R^4 jelentése halogénatom, úgy állíthatjuk elő, hogy a megfelelő (II) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^4 jelentése halogénatom, és a pirazolgyűrű 4-helyzetű hidrogénatomja helyett formil- vagy R^{15} -O-CO- általános képletű csoport áll, valamilyen ásványi sav, például sósav és ecetsav elegyében forraljuk.

Ha az előállítandó (II) általános képletű köztitermék képletében R^4 jelentése bróm- vagy jódatom, akkor úgy járunk el, hogy a megfelelő (II) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^4 jelentése klóratom, ecetsav és hidrogén-bromid, illetve hidrogén-jodid elegyével forraljuk.

A (XIII) általános képletű köztitermékek közül azokat, amelyek képletében R^4 jelentése cianocsoport, előállíthatjuk a megfelelő anilból, amelyet molárisan ekvivalens mennyiségű nátrium-nitrítrel valamilyen ásványi savas közegben, például tömény kénsav és ecetsav elegyében, 0 és 60°C közötti hőmérsékleten diazotálunk, majd azt követően a diazóniumsót 0-tól 50°C-ig terjedő hőmérséklet-tartományban, valamilyen inert oldószerben, például víz és etanol elegyében, valamilyen puffer, például feleslegben vett nátrium-acetát jelenlétében egy $NC-CH_2-CH(CN)-CO-R^0$ általános képletű vegyülettel, ahol R^0 jelentése valamilyen alkoxi-, előnyösen etoxi-csoport, reagáltatjuk.

A fenti (XIII) általános képletű köztitermékek — R^4 jelentése cianocsoport — előállítása során úgy is eljárhatunk, hogy a megfelelő karbonsavat valamilyen klórozó-szerrel, előnyösen szulfinil-kloriddal, szobahőmérséklet és a reakcióelegy forráspontja közötti hőmérsékleten reagáltatjuk, a keletkezett savkloridból ammóniával savamidot készítünk, amelyet azután valamilyen vízelvonó-szerrel, például foszfor-triklorid-oxiddal, 50 és 200°C közötti hőmérsékleten dehidratálunk.

A fenti köztitermék karbonsavakat a megfelelő észter hidrolízisével állíthatjuk elő, amelynek egy előnyös kiviteli módja, ha valamilyen bázissal, például nátrium-hidroxiddal, valamilyen oldószerben, például vizes

8

alkoholban, 0°C és a reakcióelegy forráspontja közötti hőmérsékleten végezzük.

A (IX) általános képletű vegyületek előállítása bármely, önmagában ismert eljárással történhet.

A kártevőirtó hatás vizsgálata

A találmány szerinti vegyületek ízeltlábú rovarkártevőkkel szemben mutatott hatékonyságát 50%-os acetonnal készült egy vagy több hígításban vizsgáltuk.

A vizsgálatok céljára kiválasztott faj: *Spodoptera littoralis*. Zöldbab leveléből kivágott korongokat Petri-csészében agarba ágyaztunk, és ráhelyeztünk 5 darab második stádiumban lévő lárvát. Minden egyes vizsgálathoz négy Petri-csészét készítettünk elő a fenti módon, majd a hatóanyagból készített megfelelő hígítású oldattal bepermeteztük azokat. Két nap múlva az élő lárvákat át-helyeztük egy hasonló, de hatóanyaggal nem kezelt, agarba ágyazott levélkorongot tartalmazó tálkába. Újabb két vagy három nap múlva a kísérleti tálkákat eltávolítottuk az állandó, 25°C hőmérsékletre beállított helységről, ahol azokat a kísérlet időtartama alatt tartottuk, és meghatároztuk a lárvák átlagos halálozási arányszámát. Az így kapott adatot korrigáltuk azzal az értékkel, amelyet akkor kaptunk, ha a kísérletben kontrollként szolgáló 50%-os vizes aceton hatására bekövetkezett elhalást vizsgáltuk.

A fenti módon kivitelezve a vizsgálatot, 500 ppm koncentrációban — a koncentráció a vizsgálati oldat hatóanyag-tartalmát mutatja — a bevezetőben felsorolt, kiemelkedőnek ítélt hatóanyagok közül az 1, 2, 3, 4, 5 és 6 sorzámmal jelöltek a *Spodoptera littoralis* lárváinak legalább 70%-át elölték.

További vizsgálatokat végeztünk a hatóanyagok 50 tömeg%-os vizes acetonnal készült oldatával.

(a) *Plutella xylostella* és *Phaedon cochleariae* elleni hatás

Fehérrepa leveleiből kivágott korongokat Petri-csészében lévő agarra helyeztünk és megfertőztünk 10–10 lárvával (második fejlődési szakaszú *Plutella* vagy harmadik fejlődési szakaszú *Phaedon*). Mindegyik kezelést négy ismétlésben végeztünk. A Petri-csészéket megpermeteztük a vizsgálandó hatóanyag megfelelően hígított oldatával. A kezelés után 4–5 nappal a csészéket eltávolítottuk az állandó hőmérsékletű (25°C) helységről és a lárvák százalékos pusztulási arányát meghatároztuk. Ezeket az adatokat a csak 50 t%-os vizes acetonoldattal kezelt kontrollhoz viszonyítva korrigáltuk.

(b) *Megoura viciae* elleni hatás

Cserepekben nevelt bab leveleit előzőleg megfertőztünk különböző fejlődési szakaszokban lévő *Megoura* tetvekkel, majd laboratóriumi permetezőkészülékkel a leveleket cse-

15

pegősre permeteztük a vizsgálandó hatóanyag acetonos oldatával. A kezelt növényeket 2 napig növényházban tartottuk, majd a tetvek pusztulási arányát csak 50 t%-os vizes acetonnal kezelt kontrollal összehasonlítva állapítottuk meg és kiszámítottuk a százalékos pusztulási arányt. Mindegyik kezelést 4 ismétlésben végeztünk.

Az eredményeket a következő táblázatban foglaljuk össze.

Hatóanyag száma	Px	Mv	Pc
1	>500	> 50	> 5
2	>500	> 50	> 5
3	100	> 50	> 5
4	>500	> 50	3
5	300	> 5	3
6	500	2	> 5
7	> 10	5	> 0,5

A találmány szemléltetésére az alábbiakban a hatóanyag előállítását ismertető és hivatkozási példákat, valamint az (1) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó, ízelt-lábúak, növényeken élősködő fonálférgek, bél-férgek és véglényszerű élősködők irtására használatos készítmények előállítását bemutató példákat adunk meg.

Példák a hatóanyag előállítására:

Ha a leírásban másként nem szerepel, a kromatográfiás tisztítást vagy elválasztást szilikagél oszlopon (Merck, 0,040–0,063 mm szemcseméretű), 6,8 Nm⁻² nyomással végeztük.

1. példa

Az 1, 2 és 3 sorszámú hatóanyagok előállítása

4,7 g 5-(acetyl-amino)-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol 1 ml ecetsavanhidrid és 60 ml tömény ecetsav elegyével készített oldatához, keverés közben 1,7 ml füstölő salétromsavat csepegtetünk. 1,5 óra múlva a reakcióelegyet 60°C-ig melegítjük, és ezen a hőmérsékleten hagyjuk 5 óra hosszáig keveredni. Ezután a reakcióelegyet lehűtjük, 200 ml vízre öntjük, és telített kálium-karbonát-oldattal megúgosítjuk, hogy az oldat pH-ja 12 legyen, majd dietil-éterrel extraháljuk. Az extraktumokat egyesítjük és mosjuk 2×100 ml telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldattal, szárítjuk és bepároljuk, aminek eredményeképpen 4,0 g barna mézgát kapunk. Ezt a nyersterméket kromatográfiás oszlopra visszük és metilén-dikloriddal eluáljuk, amelynek során szintelen kristályos anyag-

16

A vizsgált hatóanyagokat a leírás elején megadott sorszámukkal jelöljük, a táblázatban alkalmazott rövidítések: Px=Plutella xylostella, Pc=Phaedon cochleariae, Mv= Megoura viciae. Azt a koncentrációt adjuk meg ppm-ben, amely legalább 65%-os, illetve 90%-os mortalitást fejtett ki.

5

30

35

40

45

50

55

60

65

ként 2,9 g 5-(acetyl-amino)-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt kapunk, amelynek olvadáspontja 179–180,5°C.

A fentiekkel azonos módon eljárva, de az 5-(acetyl-amino)-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol helyett más pirazolszármazékból kiindulva állítottuk elő az alábbi vegyületeket:

5-(Acetyl-amino)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolból 5-(acetyl-amino)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt, mely egy 177–178,5°C-on olvadó szintelen kristályos anyag.

5-(Acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolból 5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt, amely egy krémszínű, 226–228,5°C-on olvadó anyag.

2. példa

A 4, 5 és 6 sorszámú hatóanyag előállítása

1,0 g 5-(acetyl-amino)-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol, 5 ml 48%-os hidrogén-bromid és 15 ml dioxán elegyét 18 órán át visszacszepegő hűtő alatt forraljuk. A reakcióelegyet ezután lehűtjük, vákuumban bepároljuk és a maradékhoz vizet adunk. A kicsapódott terméket szűrjük és 100°C-on megszáritjuk, aminek eredményeképpen 0,8 g szintelen, 235–236°C-on olvadó szilárd anyagként kapjuk az 5-amino-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt.

Hasonlóképpen eljárva, azonban az 5-(acetyl-amino)-3-brom-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt más származék-

9

ra felcserélve, és hidrogén-bromid helyett 6 M sósavat alkalmazva állítottuk elő az alábbi hatóanyagokat:

5-(Acetil-amino)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolból 5-amino-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt, amely szintelen kristályos anyag, és olvadáspontja 219—220,5°C. A terméket metilén-dikloridot alkalmazva eluensként kromatografáljuk, majd metilén-diklorid-hexán-elegyből átkristályosítottuk.

5-(Acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolból 5-amino-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt, amely egy 255,5—256,5°C-on olvadó krémszínű anyag. A terméket toluolból átkristályosítva tisztítottuk.

3. példa

A 7-es sorszámú hatóanyag előállítása

3,7 g 5-amino-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt feloldunk 13,3 ml bromoformban és 10 ml acetonitrilben, szobahőmérsékleten hozzáadunk 6,6 ml terc-butil-nitritet, majd az elegyet 4,5 órán át 50—60°C-on tartjuk. Ezután az oldószert ledesztilláljuk, és a visszamaradó narancsszínű olajat közepes nyomású folyadékkromatográfiával, eluensként hexán és dietil-éter 2:1 arányú elegyét alkalmazva, tisztítjuk. A kapott termék 5-bróm-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol, amelynek olvadáspontja 147—150°C.

Hivatkozási példák

1. hivatkozási példa

5,0 g 5-amino-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol 30 ml vízmentes kloroformmal készített oldatához 3,0 g acetil-kloridot, majd ezt követően, cseppenként 4,0 ml piridint adunk, aminek következményeképpen exoterm reakció megy végbe (az elegy hőmérséklete nem haladja meg a 60°C-ot). A reakcióelegyet 2 óra hosszágig szobahőmérsékleten keverjük és szárazra pároljuk. A maradékot feloldjuk 25 ml etanolban, 25 ml 0,880 sűrűségű ammónium-hidroxidot adunk hozzá, és az oldatot visszacsépegő hűtő alatt 1 órán át forraljuk. A lehűtött elegyet szárazra pároljuk, feloldjuk a maradékot 100 ml metilén-dikloridban és mossuk 3×50 ml hígított sósavval majd 50 ml vízzel, vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk, szűrjük és bepároljuk, aminek eredményeképpen 5,3 g 5-(acetil-amino)-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt kapunk, amely egy 180—187°C-on olvadó, világosbarna, szilárd anyag. Hasonlóképpen eljárva, azonban az 5-amino-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol helyett más pirazolszármazékot reagáltatva, a következő vegyületeket állítottuk elő:

5-Amino-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolból 5-(acetil-amino)-3-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt, amely kromatografálás után — eluensként

ként metilén-dikloridot alkalmazunk — egy szintelen, 195—197°C-on olvadó anyag.

5-Amino-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolból 5-(acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt, amely egy narancsszínű, 200,5—201,5°C-on olvadó anyag.

2. hivatkozási példa

3,3 g 5-amino-4-(etoxi-karbonil)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol, 30 ml 45%-os hidrogénbromid és 50 ml ecetsav elegyét 18 órán át visszacsépegő hűtő alatt forraljuk. Az elegyet ezután bepároljuk és 2 M nátrium-hidroxid-oldattal meglúgosítjuk, a kivált terméket szűrjük, szárítjuk, és a kapott 2,9 g tömegű nyersteget etanol és víz elegyéből átkristályosítjuk. Ilyen módon 132,5—134°C-on olvadó, szintelen anyag formájában, 2,5 g 5-amino-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt kapunk.

3. hivatkozási példa

50,0 g 3,5-diamino-4-(etoxi-karbonil)-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol, 21,0 g réz(II)-klorid és 600 ml acetonitril elegyéhez állandó keverés közben, a hőmérsékletet külső hűtéssel 0°C-on tartva, mintegy 10 perc alatt, 15,0 g terc-butil-nitritet adunk cseppenként. A reakcióelegyet 2 órán át 0°C-on majd további 2 órán át szobahőmérsékleten keveredni hagyjuk, azután bepároljuk és 1,5 l 5 M sósavra öntjük. A kapott oldatot 3×100 ml metilén-dikloriddal extraháljuk, az extraktumokat egyesítjük és mossuk 2×600 ml 2 M sósavval, majd magnézium-szulfáton szárítjuk és bepároljuk amikor is barna, kátánszerű anyag marad vissza. Ezt az anyagot száraz szilikagél oszlopra visszük és eluáljuk metilén-diklorid-hexán 4:1 arányú elegyével, majd az így kapott terméket tovább tisztítjuk közepes nyomású kromatográfiával, ugyanazt az oldószerelegyet használva eluensként. Ilyen módon 15,8 g narancsszínű 5-amino-4-(etoxi-karbonil)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt különíthetünk el, amelynek olvadáspontja 143—146,5°C.

4. hivatkozási példa

5,0 g 5-amino-4-(etoxi-karbonil)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol, 75 ml 6 M sósav és 75 ml ecetsav elegyét 24 óra hosszat visszacsépegő hűtő alatt forraljuk. Az elegyet ezután bepároljuk, 2 M nátrium-hidroxid-oldattal pH 12-re lúgosítjuk, és a terméket 3×75 ml dietil-éterrel kiestraháljuk. Az egyesített extraktumokat bepárolva sárga gyantás maradékot kapunk, amelynek tömege 3,5 g. Ezt a maradékot feloldjuk 30 ml 6 M sósav és 60 ml dioxán elegyében, majd visszacsépegő hűtő alatt 48 óra hosszágig forraljuk az oldatot. Az illékony anyagokat ezután vákuumban eltávolítjuk az elegyből, és a maradékot kromatográfiás eljárással tisztítjuk, amelynek során eluensként metilén-diklorid és hexán 4:1 arányú elegyét alkalmazzuk.

Az így kapott 5-amino-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol tömege 1,3 g, színe piszkosfehér, olvadáspontja 128–129°C.

5. hivatkozási példa

49 g [2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-hidrazint felszuszpenzálunk 220 ml 0,9 M sósavban, keverés közben hozzáadunk 35,2 g etil-(diciano-acetát)-káliumsót, és keverés közben 18 órán át visszacsépező hűtő alatt forraljuk az elegyet. Lehűtve, a kivált csapadékot kiszűrjük, 250 ml dietil-éterrel eldörzsöljük és megszáritjuk, majd etil-acetát és hexán elegyből átkristályosítjuk, aminek eredményeként 29,2 g, piszkosfehér szilárd termék formájában kapjuk a 196–197°C-on olvadó 3,5-diamino-4-(etoxi-karbonil)-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazolt.

6. hivatkozási példa

90 ml tömény kénsavhoz keverés közben, kis részletekben 8,8 g nátrium-nitritet adunk, és a kapott oldatot lehűlés után, cseppenként, mintegy 20 perc alatt, 23,0 g [2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-hidrazin 180 ml ecetsavval készített oldatához adagoljuk úgy, hogy az elegy hőmérséklete ne haladja meg a 30°C-ot. Az adagolás végeztével az elegyet lehűtjük 5°C-ra, és 35 perc alatt hozzácsépegtetjük, keverés közben, 17,1 g etil(2,3-diciano-propionát), 300 g nátrium-acetát, 1,2 l víz és 1,5 ml etanol elegyéhez, miközben a hőmérsékletet 17 és 22°C között tartjuk. Az elegyet ezután 2,5 óra hosszat szobahőmérsékleten keverjük, éjszakán át állni hagyjuk, majd 2,0 l vízzel meghígítjuk és 3×500 ml metilén-dikloriddal extraháljuk. Az egyesített extraktumokat háromszor egymás után mossuk hígított nátrium-hidroxid-oldattal, majd nátrium-klorid-oldattal, vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk és vákuumban bepároljuk, aminek eredményeként 25,2 g barna olajat kapunk. A maradékot feloldjuk a lehető legkisebb térfogatú toluol-hexán-elegyben, szennyezzük, szűrjük, majd lehűtjük, aminek következtében 8,7 g világosbarna anyag formájában kiválik az 5-amino-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-pirazol, amelynek olvadáspontja 141–142°C.

7. hivatkozási példa

520 g etil-(klór-formiát), 330 g malononitril és 500 ml tetrahidrofuran elegyét egy óra alatt hozzácsépegtetjük 560 g kálium-hidroxid 2,0 l vízzel készített oldatához. Adagolás közben az oldatot keverjük, és a hőmérsékletét külső hűtéssel 40°C-alatt tartjuk. Ezután szobahőmérsékleten folytatjuk a keverést további egy óra hosszat, majd 0°C-ra hűtve az elegyet, a kivált csapadékot szűrjük és foszfor(V)-oxid felett megszáritjuk. Az így kapott piszkosfehér színű termék az etil-(diciano-acetát) káliumsója, amelynek tömege 334,4 g.

Példák a kártevőirtó készítmények előállítására

Az 1–6. példák olyan készítmények előállítását ismertetik, amelyek mindegyike vízzel hígítható, és így alkalmasak arra, hogy megfelelő koncentrációban termőföldek permetezésére használják azokat.

Az alábbiakban ismertetjük azokat a kereskedelembe kapható adalékanyagokat, amelyek a példákban előfordulnak:

- | | | |
|----|---------------|---|
| 10 | Ethylan BCP | nonil-fenol és etilén-oxid kondenzációs terméke |
| | Soprophor BSU | trisz(sztiril-fenol) és etilén-oxid kondenzációs terméke |
| 15 | Arylan CA | kalcium-(dodecil-benzolszulfonát) 70 tömeg% koncentrációjú oldata |
| | Solvesso 150 | 10 szénatomos aromás oldószer, könnyűpárlat |
| 20 | Arylan S | nátrium-(dodecil-benzolszulfonát) |
| | Darvan | nátrium-ligninszulfonát |
| | Celite PF | szintetikus magnézium-szilikát hordozó |
| 25 | Sopropon T36 | polikarbonsav nátriumsója |
| | Rhodigel 23 | poliszacharid, xantán gyanta |
| | Bentone 38 | magnézium-montmorillonit szerves származéka |

30 1. készítmény példa

Vízoldható sűrítmény, amelynek tömegkoncentrációban kifejezett összetétele:

- | | | |
|----|---|----------------------|
| 5- | (acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]- | |
| 35 | -4-nitro-pirazol | 7% |
| | Ethylan BCP | 10% |
| | N-metil-pirrolidonnal | 100%-ra kiegészítve. |

Az Ethylan BCP-t az N-metil-pirrolidon egy részében feloldjuk, hozzáadjuk a hatóanyagot, majd oldódásig melegítjük és keverjük az elegyet. Végül a maradék oldószerral az elegyet a meghatározott térfogatra feltöltjük.

45 2. készítmény példa

Emulgalható sűrítmény, amelynek tömegkoncentrációban kifejezett összetétele:

- | | | |
|----|---|-----|
| 5- | (acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]- | |
| 50 | -4-nitro-pirazol | 7% |
| | Soprophor BSU | 4% |
| | Arylan CA | 4% |
| | N-metil-pirrolidon | 50% |

55 Solvesso 150 olószerral 100%-ra kiegészítve.

A soprophor BSU és az Arylan CA adalékot, valamint a hatóanyagot feloldjuk az N-metil-pirrolidonban, majd Solvesso 150 olószerral a meghatározott térfogatra hígítjuk.

60 3. készítmény példa

Nedvesíthető por, amelynek összetétele:

- | | | |
|----|---|-----------|
| 5- | (acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]- | |
| 65 | -4-nitro-pirazol | 30 tömeg% |

Arylan S 2 tömeg%
Darvan, 2. számú 5 tömeg%
Celite PF adalékkal 100 tömeg%-ra kiegészítve.

Az alkotórészeket összekeverjük és a keveréket kalapácsmalomban megőröljük. A szemcseméret 50 µm-nél kisebb kell legyen.

4. készítmény példa

Folyékony vizes készítmény, amelynek tömegkoncentrációban kifejezett összetétele:

5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol 30%
Ethylan 1%
Sopropon T36 0,2%
Etilénglikol 5%
Rhodigel 23 0,15%
Vízzel 100%-ra kiegészítve.

Az alkotórészeket alaposan összekeverjük, és golyósmalomban 3 µm-nél kisebb átlagos szemcseméretűre őröljük a keveréket.

5. készítmény példa

Emulgálható szuszpenzió sűrítvény, amelynek tömegkoncentrációban kifejezett összetétele:

5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol 30%
Ethylan BCP 10%
Bentone 38 0,5%
Solvesso 150 oldószerrel 100%-ra kiegészítve.

Az alkotórészeket alaposan összekeverjük, és golyósmalomban 3 µm-nél kisebb átlagos szemcseméretűre őröljük a keveréket.

6. készítmény példa

Vízben diszpergálható granulátum, amelynek tömegszázalékban kifejezett összetétele:

5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol 30%
Darvan, 2. számú 15%
Arylan S 8%

Celite PF hordozóanyaggal 100%-ra kiegészítve. Az alkotórészeket egy folyadéksugaras mikronizálóberendezésben mikronizáljuk, majd forgórendszerű készülékben, a szükséges, 10 tömegszázalékot meg nem haladó mennyiségű víz hozzáadása után, granuláljuk. Az így kapott granulátumból a feleslegben vizet lebegtető szárítóban távolítjuk el.

7. készítmény példa

Porózószert úgy készíthetünk, hogy 1—10 tömegszázaléknyi 5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt szuperfinom talkummal alaposan összekeverünk.

Ezt a készítményt használhatjuk az izeltlábúak által fertőzött helyek, például szemétdombok és lerakóhelyek, raktározott termékek, háztartási javak vagy állatok, illetve ilyen fertőzés veszélynek kitett helyek kártevőmentesítésére.

12

A készítmény az izeltlábúak szervezetébe jutva — orálisan — fejti ki hatását. A porózószernak a kívánt helyre juttatása történhet gépi úton, fúvókával, kézi porózóval, illetve az állattenyésztés területén önkezelő berendezésekkel.

8. készítmény példa

Csalétket úgy készíthetünk, hogy 5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol 0,1—1,0 tömegszázaléknyi mennyiségét 80 tömegszázalék búzalisztrel összekeverjük, és melasszal 100 t%-ra egészítjük ki, majd alaposan elkeverjük.

A csalétket elhelyezhetjük a legkülönbözőbb helyeken, például lakóépületekben, ipari létesítményekben, konyhában, kórházakban, raktárakban és szabad területeken, amelyek különböző izeltlábúakkal, például hangyákkal, sáskákkal, csótányokkal vagy legyekkel fertőzöttek. A készítmény orálisan az izeltlábúak szervezetébe jutva fejti ki hatását.

9. készítmény példa

Oldat készítéséhez 5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt 15 tömeg% mennyiségben feloldunk dimetil-szulfoxidban. A műveletet úgy hajtjuk végre, hogy először a pirazolszármazékot feloldjuk a dimetil-szulfoxid egy részében, majd oldódás után a kívánt térfogatra egészítjük ki az oldatot dimetil-szulfoxiddal.

Az oldatot izeltlábúakkal fertőzött háziállatok kezelésére használhatjuk, amelyet adagolhatunk bőrön át, amikor az állatot leöntjük vagy bedörzsöljük a készítménnyel, vagy pedig egy 0,22 µm pórusméretű poli(tetrafluor-etilén) membránon megsűrűve sterilizáljuk, és parenterális injekcióként adjuk. A dózis az állat testtömegének minden 100 kg-ra számítva 1,2—12 ml lehet.

10. készítmény példa

Nedvesíthető port az alábbi összetevőkből készíthetünk:

5-(acetyl-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklor-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazol 50 tömegszázalék
Ethylan BCP 5 tömegszázalék
Aerosil (nagyon finom szemcseméretű szilícium-dioxid) 5 tömegszázalék
Celite PF 40 tömegszázalék

Az Ethylan BCP adalékot az Erosilan adszorbeáltatjuk, majd a többi alkotórésszel összekeverve, az egészet kalapácsmalomban megőröljük. Az így kapott nedvesíthető port vízzel olyan mértékben hígíthatjuk, hogy az 0,001-től 2 tömeg% mennyiségben tartalmazza a pirazolvegyületet, és ilyen formában használhatjuk az izeltlábúakkal fertőzött helyek kezelésére, például a kétszárnyúak lárvái vagy növényeken élősködő fonálférgek ellen permetként, háziállatok kezelésére,

amelyek fertőzöttek vagy ki vannak téve a fertőzés veszélyének izeltlábuak, békégek vagy véglények által, amikor is a készítményt permetként vagy merülő fürdőként alkalmazhatjuk, vagy adhatjuk az ivóvízzel orálisan, a rovarkártevők, békégek vagy véglények kiirtása végett.

11. készítmény példa

Nyújtott hatású pasztillát granulátumból készíthetünk, amely tömörítő-, kötő-, valamint a lassú kioldódást biztosító anyagokat, és hatóanyagként 5-(acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt tartalmaz. A keverékből préseléssel olyan pasztillákat készíthetünk, amelyek fajlagos tömege legalább 2 vagy annál nagyobb, és amelyet orálisan kérődző háziállatoknak adva, a pasztilla a recésgyomorban marad, ahol a pirazolszármazék lassú, folyamatos kioldódása hosszú időn keresztül elpusztítja a háziállatot megtámadó izeltlábu rovarkártevőket, békékeket, illetve véglényeket.

12. készítmény példa

Nyújtott hatású, 0,5-től 25 tömegszázalékig terjedő hatóanyag-tartalmú készítményt úgy állíthatunk elő, hogy 5-(acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt poli(vinil-klorid) alapanyaggal és alkalmas lágyítóval, például dioktil-ftaláttal összekeverünk, és lágsajtólással, vagy öntéssel alkalmas formájú homogén készítményt, például granulátumot, pasztillát, brikettet, vagy csíkot készíthetünk. Az ilyen készítmények alkalmasak arra, hogy állóvizekben elhelyezve, vagy például csík esetében abból gallért képezve, vagy földugóvá alakítva és az állatokra megfelelő módon felhelyezve, a lassan kioldódó pirazolszármazék hatása révén hosszú időn keresztül elpusztítsuk a rovarkártevőket.

A fenti példákban leírtakkal azonos módon, hasonló készítményeket állíthatunk elő, ha az 5-(acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt bármely más (I) általános képletű hatóanyag megfelelő mennyiségével helyettesítjük.

13. készítmény példa

90 t%-os nedvesíthető port állítottunk elő a következő alkotórészekből:

3. hatóanyag	90 tömeg%
nátrium-alkil-naftalinszulfonát (NEKAL BX)	5 tömeg%
nátrium-polikarboxilát (SOPROPON T36)	2 tömeg%
nátrium-dodecil-benzolszulfonát (ARYLAN SX)	2 tömeg%
lecsapott kovasav (TIXOSIL38)	1 tömeg%

Az alkotórészeket összekevertük, majd légsugaras malomban megőröltük.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Inszekticid és nematocid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,00001–95 tömeg% (I) általános képletű 4-nitro-N-fenil-pirazol-származékot tartalmaz — a képletben R^1 és R^3 jelentése egymástól függetlenül fluor-, klór- vagy brómatom;
- 5 R^2 jelentése 1–4 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú, 3 halogénatommal helyettesített alkilcsoport, előnyösen trifluor-metil-csoport;
- 10 R^4 jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom, vagy cianocsoport; és
- 15 R^5 jelentése halogénatom, így fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom vagy aminocsoport, amely adott esetben (1–4 szénatomos alkil)-karbonilcsoporttal helyettesített,
- 20 szilárd és folyékony hordozó-, illetve hígítóanyag — előnyösen természetes és mesterséges ásványi őrlmény, alifás, aromás és ciklusos szénhidrogén, víz, ásványolaj-frakció — és felületaktív adalék — előnyösen ionos és nemionos diszpergáló-, emulgeáló- és nedvesítőszer — legalább egyikével együtt.
- 25 2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében R^2 jelentése trifluor-metil-csoport.
- 30 3. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében az R^1 , R^2 és R^3 szimbólumok a fenil-csoporttal együtt, 2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil-csoportot képeznek.
- 35 4. Az előző igénypontok bármelyike szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében R^5 jelentése amino- vagy acetil-amino-csoport.
- 40 5. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy (I) általános képletű hatóanyagként 5-(acetil-amino)-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt,
- 45 5-(acetil-amino)-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt,
- 50 5-(acetil-amino)-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt,
- 55 5-amino-3-bróm-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt,
- 60 5-amino-3-klór-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt, vagy 5-bróm-3-ciano-1-[2,6-diklór-4-(trifluor-metil)-fenil]-4-nitro-pirazolt tartalmaz.
- 65 6. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek — a jelképek az 1. igénypontban megadottak — előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a) ha a képletben R^5 jelentése aminocsoport, akkor egy (IB) általános képletű vegyü-

25

letet — a képletben R^5 jelentése R^6NH - általános képletű csoport, ahol R^6 formilcsoportot, 2—7 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú, adott esetben egy vagy több halogénatommal helyettesített alkanoilcsoportot jelent — hidrolizálunk; vagy

b) ha a képletben R^5 a tárgyi körben megadott, de helyettesítetlen aminocsoporttól eltérő jelentésű, akkor egy (II) általános képletű vegyületet, amelynek képletében R^5 a

26

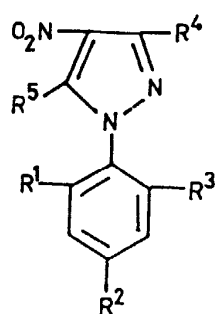
fent megadott, de helyettesítetlen aminocsoporttól eltérő jelentésű, továbbá R^1 , R^2 , R^3 és R^4 jelentése a fent meghatározott, valamilyen nitrálószerrel reagáltatunk; vagy

5

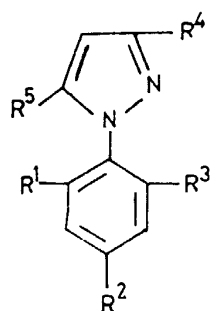
c) ha a képletben R^5 jelentése halogénatom, akkor a megfelelő (I) általános képletű vegyületet — a képletben R^5 jelentése helyettesítetlen aminocsoport — diazotáljuk, és a diazotált aminocsoportot ismert módon halogénatomra cseréljük.

1 lap rajz képletekkel

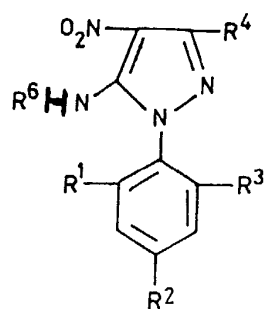
Int.Cl₅ C 07 D 231/14; A 01 N 43/56.



(I)



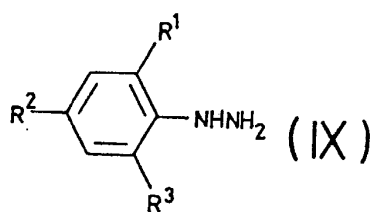
(II)



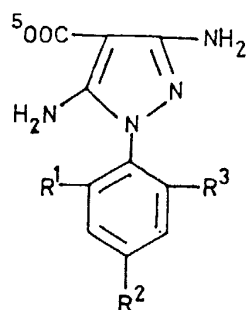
(IB)

R^9COX^1 (III)

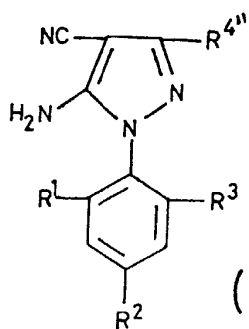
$(R^9CO)_2O$ (IV)



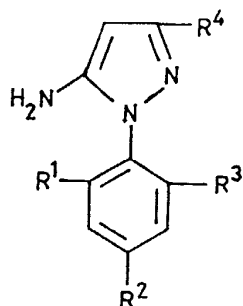
(IX)



(XII)



(XI)



(XIII)

Kiadja: Országos Találmányi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető

№ 986. Nyomdaipari vállalat, Ungvár