

[19]中华人民共和国专利局

[11]授权公告号

CN 1020249C



[12] 发明专利申请说明书

[21] 专利号 ZL 88107909

[51]Int.Cl⁵

A01N 43/78

[45]授权公告日 1993年4月14日

[24]颁证日 93.2.14

[21]申请号 88 1 07909.X

[22]申请日 88.11.16

[73]专利权人 南开大学

地 址 300071 天津市卫津路 94 号

共同专利权人 天津大学

[72]发明人 韩嘉祥 普敏莉

// (C07D277:04,C07D277:18)

[74]专利代理机构 南开大学专利事务所

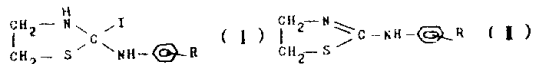
代理人 王惠林 谭海安

说明书页数: 附图页数:

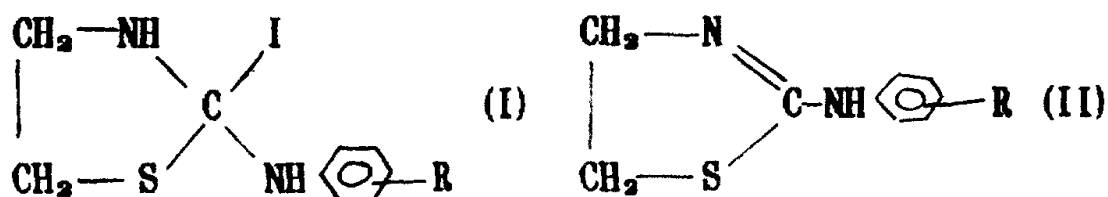
[54]发明名称 噻唑啉类农用杀菌剂

[57]摘要

具有结构(I)和(II)的噻唑啉化合物可用作农作物(甜菜、棉花、小麦等)的杀菌剂,用它可配成乳油、悬浮液和可湿性粉剂,使用该农药可防治甜菜褐斑病、小麦赤霉病、苹果轮纹病、番茄灰霉病、棉花立枯病,还能对甜菜起增产增糖作用。



1. 使用下列两大类噻唑啉化合物 (I) 和 (II)



其中R可以代表邻甲氧基, 对甲基, 对溴、对氯、羧甲基或羧基 中任一个化合物来配制农用杀菌剂的方法, 其特征是, 配悬浮剂时, 各组份的重量比为化合物: 木质素磺酸钠: 十二烷基磺酸钠: 聚乙烯醇: 水: 硅油: 乙烯甘醇 = 40: 4: 0. 5: 0. 5: 55: 0. 1: 0. 1, 在配制乳油时, 各组份的重量比为化合物: 二甲基苯: 失水山梨酸油酸酯: 脂肪醇环氧乙烷缩合物 = 40: 40: 15: 15, 在配制可湿性粉剂时, 各组份的重量比为化合物: 膨润土: 羧甲基纤维素: 木质素磺酸钠 = 30: 62: 2: 6。

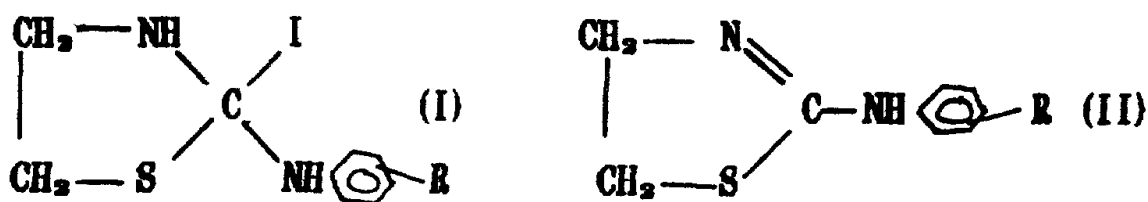
噻唑啉类农用杀菌剂

本发明属于农用杀菌剂。

目前,对于小麦赤霉病、甜菜褐斑病、苹果轮纹病、番茄灰霉病、棉花立枯病的防治,使用的杀菌剂品种较少,例如小麦赤霉病,一般使用多菌灵和甲基托布津,但这些药品长期使用其药效则下降,而甜菜褐斑病则会使作物减产、减糖。

本发明的目的是寻求一类高效杀菌剂,以防治上述农作物的各种病害。

实验证明,具有下列结构的两大类化合物(I)和(II)对上述农作物的病害都有很好防治效果:



其中R可为卤素、烷氧基、烷基、羧甲基、羧基等,其各具体化合物代号见表1及表2。

表1

代号	化合物(I)
XAH-1	(R=邻甲氧基)
XAH-2	(R=对甲基)
XAH-3	(R=对溴)
XAH-4	(R=对氟)
XAH-5	(R=羧甲基)
XAH-6	(R=羧基)

表2

代号	化合物 (II)
XAH-7	(R=邻甲氧基)
XAH-8	(R=对甲基)
XAH-9	(R=对溴)
XAH-10	(R=对氯)
XAH-11	(R=羧甲基)
XAH-12	(R=羧基)

上述化合物的制备方法是以乙醇胺为原料,与硫酸反应生成硫酸氨基乙酸内盐,然后将内盐与二硫化碳反应生成2-噻唑啉硫酮,再制备成第I类化合物经离子交换树脂交换,制成第II类化合物。

本发明还提供这类化合物的制剂,例如可配成乳剂、悬浮剂、可湿性粉剂等。所用溶剂有甲苯、二甲苯、丙二醇、乙二醇、乙醇和二甲基甲酰胺。用水、溶剂、润湿剂、表面活性剂和本药剂可制成悬浮剂;以石灰石、砂土、粘土、硅藻土、木质素磺酸盐、固体肥料等配制为可湿性粉剂;以溶剂和适当的乳化剂配成乳油。制备粉剂的载体可以是天然物质,也可以是合成的物质。所采用的表面活性剂可以是阴离子表面活性剂,非离子表面活性剂和阳离子表面活性剂,例如脂肪族醇硫酸盐、十二烷基磺酸钠、脂肪酸酯、木质素磺酸盐等,也可以与其他的杀虫、杀菌剂混配使用。

通过药效测定和大田试验,证明本杀菌剂对小麦赤霉病、甜菜褐斑病均有很好的杀菌防病作用。另外,对苹果轮纹病、蕃茄灰霉病、棉花立枯病也有较好的防效作用;本药剂对甜菜有增产和增糖的作用。例如使用XAH-8杀菌剂,每亩只需用12克纯药,使用250ppm

的浓度,即可防治甜菜褐斑病,防效达65.0%,增产17.5%,增糖1.1度,而XAH-1号药剂,在室内以平板含量介质法测定,测定25ppm 对小麦赤霉病菌有100%的抑制,而对照药BAYTAN 25ppm抑菌率为70.1%。

实例1

α - (邻甲氧基苯胺) 基-2-噻唑啉碘氢化物 (XAH-1) 的制备

将2-甲硫基-2-噻唑啉碘氢化物52.0克(0.2mol)与对甲氧基苯胺24.6克(0.2mol)及甲醇200ml的四口瓶中,搅拌回流1小时,反应完毕后减压蒸去甲醇,残留物重结晶,得白色晶体60克, m. p. 188°C-190°C, 收率89.3%。

	C	H	N
元素分析值%	35.94	3.99	8.19
理论值%	35.71	3.81	8.33

实例2

α - (邻甲氧基苯胺) - 噻唑啉 (XAH-7) 的制备

将上述制得的XAH-1 60克,用200ml无水乙醇溶解,通过250ml的P-6905号离子交换树脂(强碱性苯乙烯系阳离子交换树脂)的交换柱,将流出液集中浓缩,得黄色晶体30.5克,收率73.3%, m. p. 120-121°C

	C	H	N
元素分析值%	57.95	5.80	13.35
理论值%	57.69	5.77	13.46

实例3

将XAH-9号化合物(合成方法同XAH-7)40克,加木质素磺酸钠4克,十二烷基磺酸钠0.5克,及聚乙烯醇0.5克,水55克和乙烯甘醇

0.1克、硅油0.1克共磨, 粒度控制在 $2-5\mu$, 则制成悬浮剂。

实例4

将XAB-8号化合物30克, 加膨润土62克、羧甲基纤维素2.0克、木质素磺酸钠6克, 则可配制成可湿性粉剂。

实例5

将XAB-12号化合物40克, 加二甲苯40克, 及乳化剂(失水山梨酸酯) 15克、乳化剂(脂肪环氧乙烷缩合物) 15克, 配成一种乳油。