



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

Bejelentés napja: 1975. XI. 18.

(JA—745)

Amerikai egyesült államokbeli előbbiségei:
1974. XI. 18.
(524 587) és
1975. X. 9.
(620 989)

Közzététel napja: 1981. III. 28.

Megjelent: 1982. XII. 31.

Nemzetközi osztályozás:

A 01 N 5/00
A 01 N 9/22
C 07 D 249/08
C 07 D 317/28
C 07 D 319/06

Feltalálók:

Reet Gustaaf Van vegyész, Tessenderlo,
Heeres Jan vegyész, Vosselaar,
Wals Lourens vegyész, Turnhout,
Belgium

Szabadalmas:

Janssen Pharmaceutica N. V.,
Beerse, Belgium

Triazol-származékokat tartalmazó fungicid, baktericid vagy növényi növekedést szabályozó készítmények, valamint eljárás hatóanyaguk előállítására

1

2

A találmány új fungicid, baktericid vagy növényi növekedést szabályozó készítményekre, valamint az ezek hatóanyagát képező új 1-(β-aril)-etil-1H-1,2,4-triazol-ketál-származékok előállítására vonatkozik.

A 3 575 999 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból ismertté váltak baktericid és fungicid hatású 1-(β-aril)-etil-imidazol-ketál-származékok.

A szakirodalomból ismertek továbbá olyan triazol-származékok is (lásd például: 69.13.028 számú publikált holland szabadalmi bejelentés; 2 200 012 számú francia szabadalmi leírás, amelyet a Derwent Week V25 — Pharm., 7. o. irodalmi helyen ismertetnek), amelyek fungicid vagy növényi növekedést szabályozó hatásúak. Az új 1-(β-aril)-etil-1H-1,2,4-triazol-ketál-származékok azonban az ismert triazol-származékoktól a triazol nitrogénatomjához kapcsolódó oldallánc jellegében különböznek.

Azt találtuk tehát, hogy az új (I) általános képletű 1-(β-aril)-etil-1H-1,2,4-triazol-ketál-származékok — ahol Z jelentése —CH₂—CH₂—, —CH₂—CH₂—CH₂—, —CH(CH₃)—CH(CH₃)— vagy —CH₂—CH(alkil)-csoport, az utóbbi csoportban pedig az alkilcsoport 1—10 szénatomot tartalmaz, továbbá Ar jelentése naftil-, fluorenil-, adott esetben halogénatommal helyettesített tienil- vagy adott esetben 1—3 halogénatommal, 1—4 szénatomot tartalmazó alkil-, 1—4 szénatomot tartalmazó alkoxi-, ciano- vagy nitrocsoporthal helyettesített fenilcsoport —, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóik fungicid, baktericid és növényi növekedést szabályozó hatásúak.

Z helyettesítő jelentésén belül az alkilcsoport lehet egyenes vagy elágazó szénláncú, és jelenthet például metil-, etil-, 1-metil-etil-, propil-, 1,1-dimetil-etil-, butil-, pentil-, hexil-, heptil-, oktil- vagy decilcsoportot. Ar jelentésén belül az 1—4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport lehet egyenes vagy elágazó szénláncú, és jelenthet például metil-, etil-, propil-, 1-metil-etil-, butil-, vagy 1,1-dimetil-etil-csoportot. Ar jelentésén belül a halogénatom bármely 127 alatti atomsúlyú halogénatom, azaz fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom lehet.

Az (I) általános képletű ketálokat a találmány értelmében úgy állítjuk elő, hogy az előzetesen alkáli fém-sóivá, előnyösen egy alkálifém-alkohollal, különösen előnyösen nátrium-metiláttal végzett kezelés útján alkáli fém-sóivá alakított (II) képletű 1H-1,2,4-triazolt valamely (III) általános képletű ketál-származékkal — ahol Ar és Z jelentése az (I) általános képletnél megadott. Y pedig halogénatomot, előnyösen brómatomot jelent — reagáltatjuk. A reagáltatást az A reakcióvázlatban ábrázoljuk, ahol Z, Ar és Y jelentése a korábban megadott. NaOMe nátrium-metilátot, DMF dimetil-formamidot és NaI nátrium-jodidot jelent. A (II) képletű 1H-1,2,4-triazol fém-sójának és a (III) általános képletű ketál-származéknak reagáltatását előnyösen valamilyen poláris inert szerves oldószerben, így például N,N-dimetil-formamidban, N,N-dimetil-acetamidban, acetonitrilben vagy benzonitrilben végezzük. Ezek az oldószerek alkalmazhatók más inert szerves oldószerekkel, például benzollal, metil-benzollal vagy dimetil-benzollal kombinációban is. Ha a (III) általános képletben Y jelentése bróm- vagy klóratom, akkor célszerű a reakció-

elegyhez egy alkálifém-jodid, így például nátrium- vagy kálium-jodid hozzáadása. Célszerű továbbá nem túlságosan megemelt hőmérsékletek alkalmazása is a reakciósebesség fokozására, különösen előnyös pedig a reagáltatásnak a reakcióelegy forráspontján végzése.

A képződő (I) általános képletű ketálok a reakcióelegyből ismert módon különíthetők el és kívánt esetben tovább tisztíthatók. Az elkülönítésre és tisztításra alkalmazhatunk például kristályosítást, extrahálást, eldörzsölést és kromatografálást.

Az (I) általános képletű, szabad bázis formájában képződő (I) általános képletű ketálok kívánt esetben a mezőgazdaságban hasznosítható savaddíciós sóikká konvertálhatók e célra alkalmas savakkal, így szervesen savakkal, például sósavval, hidrogén-bromiddal, hidrogén-jodiddal, kénsavval, salétromsavval, tiociánsavval vagy foszforsavakkal, valamint szerves savakkal, például ecetsavval, propionsavval, 1,4-bután-dikarbonsavval, (Z)-2-bután-karbonsavval, (E)-2-bután-karbonsavval, 2-hidroxi-1,4-bután-dikarbonsavval, 2,3-dihidroxi-1,4-bután-dikarbonsavval, 2-hidroxi-1,2,3-propán-trikarbonsavval, hidroxiecetsavval, α -hidroxi-propionsavval, 2-oxo-propionsavval, etándikarbonsavval, propán-dikarbonsavval, benzoessavval, 3-fenil-propionsavval, α -hidroxi-benzolecetsavval, metánszulfonsavval, etánszulfonsavval, hidroxi-etánszulfonsavval, 4-metil-benzolszulfonsavval, α -hidroxi-benzoessavval, 4-amino-2-hidroxi-benzoessavval, 2-fenoxi-benzoessavval vagy 2-acetil-oxi-benzoessavval végzett reagáltatás útján. A savaddíciós sókból a szabad bázisok a szokásos módon végzett kezeléssel, azaz például egy alkálifém-hidroxiddal, így például nátrium- vagy kálium-hidroxiddal végzett kezelés útján szabadíthatók fel.

A (III) általános képletű kiindulási vegyületek — melyek egy része ismert vegyület — ismert módon állíthatók elő. Így például Z helyén $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ és $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ csoportot hordozó (III) általános képletű vegyületeket, illetve ezen vegyületek előállítását ismertetik a 3 575 999 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban. A (III) általános képletű vegyületek általában valamely (IV) általános képletű keton-származék — ahol Ar és Y jelentése a korábban megadott — valamely (V) általános képletű diollal — ahol Z jelentése a korábban megadott — végzett ketálozása útján állíthatók elő, és pedig például a Synthesis, 1, 23 (1974) irodalmi helyen ismertített ketálozási módszerek valamelyikével.

A (III) általános képletű vegyületek előállítására például előnyösen úgy járunk el, hogy a két reaktánst visszafolyatódó hűtő alkalmazásával több órán át forraljuk (és közben a vizet azeotrop elegy formájában elkülönítjük) egy alkalmas szerves oldószerben, előnyösen valamilyen egyszerű alkoholban, például etanolban, propanolban, butanolban vagy pentanolban valamilyen alkalmas erős sav, például 4-metil-benzolszulfonsav jelenlétében. A reagáltatáshoz szerves oldószerként alkalmazhatók még például az aromás szénhidrogének, így például a benzol, metil-benzol vagy dimetil-benzol és telített szénhidrogének, így például a ciklohexán is.

A (III) általános képletű vegyületek tehát például a B reakcióvázlathoz ábrázolt módon állíthatók elő. A B reakcióvázlathoz Ar, Y és Z jelentése a korábban megadott.

A (IV) általános képletű keton-származékok általában

ismert vegyületek és a szerves kémiában jártas szakemberek számára ismert módon állíthatók elő.

Az (I) általános képletből szakember számára magától értetődő, hogy számos (I) általános képletű vegyület molekulájában aszimmetrikus szénatomot tartalmaz, és így ezek a vegyületek különböző sztereokémiájú optikai izomerek formájában fordulhatnak elő. Közelebbről, ha a dioxolángyűrű 4-helyzetében alkilcsoportot hordoz, akkor az a szénatom, amelyhez az alkilcsoport kapcsolódik, valamint a dioxolángyűrű 2-helyzetű szénatomja aszimmetrikus. Az (I) általános képletű vegyületek sztereokémiai optikai izomerjei önmagában ismert módon különíthetők el és szeparálhatók egymástól. Természetesen a különböző optikai izomereket is a találmány oltalmi körébe tartozóknak tekintjük.

Mint említettük, az (I) általános képletű vegyületek és savaddíciós sóik felhasználhatók gombák és baktériumok irtására. Így ezek a vegyületek alkalmazhatók patogén mikroorganizmusok okozta megbetegedésekben szenvedő növények kezelésére, valamint különböző anyagokon található mikroorganizmusok elpusztítására.

Az (I) általános képletű vegyületek tehát rendkívül hatásos mezőgazdasági fungicidek. Rendkívül hatásosak számos gombafajtával, így többek között különböző növényeken lisztharmatot okozó gombákkal, például Erysiphe graminis, Erysiphe polygoni, Erysiphe cichoracearum, Erysiphe polyphaga, Podosphaera leucotricha, Sphaerotheca pannosa, Sphaerotheca mors-uvae és Uncinula necator speciesekkel, valamint egyéb gombákkal, például a Venturia inaequalis, Colletotrichum lindemuthianum, Fusarium oxysporum, Alternaria tenuis, Thielaviopsis basicola, Helminthosporium gramineum és Penicillium digitatum speciesekkel szemben.

Az (I) általános képletű vegyületek különösen jól használhatók profilaktikus, gyógyító és szisztémikus hatásukra tekintettel. Fitopatogén gombákkal szemben kifejtett fungicid hatásukat az alábbi kísérletek eredményeivel kívánjuk demonstrálni.

Az alábbiakban ismertetett kísérletek közül számos kísérletben az (I) általános képletű vegyületek közé tartozó, (Ia) képletű 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt használjuk kísérleti vegyületként, ez azonban nem azt jelenti, hogy a találmányt erre a vegyületre kívánjuk korlátozni.

A) Az (I) általános képletű vegyületek profilaktikus hatása uborkán Erysiphe cichoracearum gomba ellen lombotkezeléssel.

Közel 10 napos uborkapalántákat olyan vizes oldattal permetezünk, amely a kísérleti vegyületet 250, 100 vagy 10 p. p. m. koncentrációban tartalmazza. Ugyanakkor kontrollnövényeket kezeletlenül hagyunk. A növényeket szállításuk után az Erysiphe cichoracearum spóráival fertőzzük meg úgy, hogy egy erősen fertőzött levéllel a növényeket gyengén bedörzsöljük. 15 nappal a mesterséges fertőzés után a megbetegedés mértékét megállapítjuk a növényeken a foltokat megszámlálva. Az alábbi I. táblázatban megadott értékek két növényre vonatkozó átlagértékek, amelyeket az alábbi értékelési rendszer szerint számoltunk ki.

0 = egyetlen folt sem észlelhető a növényen

1 = 1—5 folt észlelhető a növényen

2 = 6—10 folt észlelhető a növényen

3 = több mint 10 folt észlelhető a növényen

I. táblázat
(Ib) általános képletű vegyületek

Ar	R	Szabad bázis vagy só	Fungicid		hatás
			250 p.p.m	100 p.p.m	10 p.p.m
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	H	bázis	—	0	0
C ₆ H ₅	H	bázis	—	3	—
4—NO ₂ —C ₆ H ₄	H	bázis	0	—	—
3—Cl—C ₆ H ₄	H	bázis	—	2	—
2—Cl—C ₆ H ₄	H	exalát	—	0	—
4—Br—C ₆ H ₄	H	bázis	0	—	—
2—Br—C ₆ H ₄	H	oxalát	—	2	—
3—OCH ₃ —C ₆ H ₄	H	oxalát	1	—	—
2—CH ₃ —C ₆ H ₄	H	oxalát	0	—	—
4—F—C ₆ H ₄	H	oxalát	0	—	—
4—CH ₃ —C ₆ H ₄	H	oxalát	0	—	—
4—Cl—C ₆ H ₄	H	oxalát-monohidrát	—	0	—
2-naftil	H	oxalát	0	—	—
2,5—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	H	oxalát	—	0	—
4—CH—C ₆ H ₄	H	oxalát	0	—	—
3,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	H	oxalát	—	3	—
2—OCH ₃ —C ₆ H ₄	H	oxalát	1	—	—
2-tienil	H	oxalát	—	2	—
2-fluorenil	H	bázis	0	—	—
5—Cl—2-tienil	H	bázis	—	2	—
3—Br—4—CH ₃ —C ₆ H ₃	H	bázis	0	—	—
2—CH ₃ —4—Br—C ₆ H ₃	H	bázis	—	2	—
2—CH ₃ —4—Cl—C ₆ H ₃	H	bázis	0	—	—
3—Br—C ₆ H ₄	H	bázis	2	—	—
4—I—C ₆ H ₄	H	oxalát	0	—	—
3,5—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	H	oxalát	—	2	—
2,3—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	H	oxalát	0	—	—
3—NO ₂ —C ₆ H ₄	H	bázis	1	—	—
2,4—(Br) ₂ —C ₆ H ₃	H	oxalát	—	1	—
2,4,5—(Cl) ₃ —C ₆ H ₂	H	oxalát	0	—	—
2—Cl—4—OCH ₃ —C ₆ H ₃	H	oxalát	—	2	—
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	CH ₃	nitrát	0	—	—
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	C ₂ H ₅	nitrát	—	0	0
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₃ H ₇	nitrát	—	0	0
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₄ H ₉	1/2 oxalát	—	2	—
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₅ H ₁₁	nitrát	—	0	0
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₆ H ₁₃	nitrát	0	—	—
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₇ H ₁₅	nitrát	—	2	—
2,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	n—C ₈ H ₁₇	nitrát	0	—	—

A.1. Profilaktikus hatás Erysiphe polyphaga ellen uborkán lombozatkezeléssel.

Fiatal, egylevelű állapotú uborkapalántákat olyan vizes oldattal permetezzünk, amely az (Ia) képletű vegyületet 500, 250 vagy 125 p. p. m. koncentrációban tartalmazza. Ugyanakkor kontrollnövényeket kezeletlenül hagyunk. Az Erysiphe polyphaga spóráival a mesterséges fertőzést úgy végezzük, hogy a permetezést követő 4., 6. vagy 8. napon a növényeket gyengén megdörzsöljük egy erősen fertőzött levéllel. A kezelést követő 18. és 34. napon a gombák által a leveleken okozott fertőzés százalékos mértékét külön-külön megállapítjuk az eredetileg megfertőzött levelekre és az újonnan kifejlődött levelekre. Az alábbi I.1. táblázatban megadott értékek 5 növény átlagértékei és a kezeletlen kontrollhoz képest mérhető százalékos értékek.

B) Az (Ia) képletű vegyület profilaktikus hatása Erysiphe graminis ellen árpán talajkezeléssel.

Árpanövényeket öntözéssel kezelünk, és pedig növényenként 100 ml, 1000, 100 vagy 10 p. p. m. (Ia) képletű vegyületet tartalmazó vizes oldatot öntözünk ki. A kontrollnövényeket azonos térfogatú, de (Ia) képletű vegyületet nem tartalmazó oldattal öntözzük. A növényeket üvegházban fertőzött növények közelében tartjuk a természetes fertőződés előidézésére, majd a kezelést követő 16. napon a fertőzés mértékét a leveleken található foltok megszámlálásával értékeljük. Egy-egy koncentráció kiértékeléséhez 5 növényt használunk, és az öt növényre vonatkozó átlagértékeket a kontrollhoz képest mérhető százalékos értékekben az alábbi II. táblázatban adjuk meg.

I.1. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület profilaktikus hatása Erysiphe polyphaga ellen uborkán lombozatkezeléssel]

A kiértékelés napja	Kezelés utáni 18. nap						Kezelés utáni 34. nap		
Kezelés után a megadott napon megfertőzve	4	6	8	4	6	8			
Fertőzött levelek (a) vagy újonnan nőtt levelek (b)	a b	a b	a b	a b	a b	a b			
(Ia) képletű vegyület koncentrációja a permetlében									
Kontroll	100	100	100	100	100	100	100	100	100
500 p. p. m.	0	0	0	0	0	0	0	0	0
250 p. p. m.	0	0	0	0	0	0	0	0	0
125 p. p. m.	0	0	0	0	0	0	0	0	0

II. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület profilaktikus hatása az Erysiphe graminis ellen árpan talajkezeléssel]

Növényenkénti dózis mg (Ia) képletű vegyületben kifejezve	A kontrollhoz képest mérhető százalékos érték
Kontroll	100
100 mg	0
10 mg	0
1 mg	53

C) Gyógyító hatás az Erysiphe graminis ellen árpan lombozatkezeléssel.

Erysiphe graminis által megtámadott árpanövényeket (Ia) vegyületet a jelzett koncentrációban tartalmazó vizes oldatokkal permetezzünk. A kezelést követő 16. napon növényenként megállapítjuk a foltok számát. Egy-egy koncentráció kiértékeléséhez 5 növényt használunk. Az alábbi III. táblázatban megadott értékek átlagértékek, illetve a kontrollhoz képest kifejezett százalékos értékek.

III. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület gyógyító hatása Erysiphe graminis ellen árpan lombozatkezeléssel]

Az (Ia) képletű vegyület koncentrációja a permetlében	A kontrollhoz képest mérhető százalékos érték
0	100
1000 p. p. m.	0
100 p. p. m.	1,5
10 p. p. m.	25

D) Az (Ia) képletű vegyület profilaktikus hatása Podosphaera leucotricha ellen almafalapalántákon permetezéssel.

Egy éves almafalapalántákat a jelzett koncentrációban Ia képletű vegyületet tartalmazó vizes oldatokkal permetezzünk be. A kezelés után 1 nappal az A) kísérletnél jelzett módon a palántákat Podosphaera leucotricha spóráival fertőzzük, majd 36 órán át inkubáljuk. A kezelés utáni 25.

20 napon a gombák okozta fertőzés mértékét a foltok számának megállapítása útján értékeljük. Egy-egy koncentráció vizsgálatára 2 palántát használunk. A kapott átlageredményeket az alábbi IV. táblázatban adjuk meg. Az értékek a kontrollhoz képest mért százalékos értékek.

IV. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület profilaktikus hatása Podosphaera leucotricha ellen almafalapalántákon permetezéssel]

Az Ia képletű vegyület koncentrációja a permetlében	A kontrollhoz képest mérhető százalékos érték
0	100
100 p. p. m.	0
10 p. p. m.	6

E) Thielaviopsis sp. elleni hatás.

5 mm vastag burgonya- és hagymaszeleteket az alábbiakban megadott koncentrációkban Ia képletű vegyületet tartalmazó vizes oldatokba mártunk. A bemártás után a szeleteket egy nagy, műanyagból készült tálban szűrőpapíron helyezük el, majd a tálat üveggel fedjük be. Mesterséges fertőzést végzünk a kezelés napján úgy, hogy a szeleteket Thielaviopsis sp. spóráinak koncentrált szuszpenziójával permetezzük, majd a szeleteket szobahőmérsékleten inkubáljuk. A kezelést követő 6. napon a gomba növekedését a szeletek felületének vizsgálata alapján értékeljük. Az alábbi V. táblázatban megadott értékek a kontrollhoz képest mért százalékos értékek.

V. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület aktivitása a Thielaviopsis sp. ellen]

Az (Ia) képletű vegyület p.p.m.-ben kifejezett kon- centrációja a kísérleti oldat- ban	A kontrollhoz képest mért százalékos fertőzöttség	Burgonya	Hagyma
0	100	100	100
1000	0	0	0
100	0	0	0
10	0	42,8	42,8
1	11	100	100

Antimikrobiális aktivitásukon túlmenően az (I) általános képletű vegyületek értékes növényi növekedést szabályzó hatásúak. A szabályzó hatás lehet növekedésgyorsító vagy növekedésgátló különböző tényezőktől, így például a kezelt növény fajtájától és az alkalmazott hatóanyag koncentrációjától függően. Így tehát az (I) általános képletű vegyületek felhasználhatók akár önmagukban is a növényi növekedés szabályzására. Közelebbről, legtöbbször az (I) általános képletű vegyületeket növekedésgátlásra, különösen pedig például dohányynál a hajtások növekedésének gátlására használjuk. Bizonyos körülmények között azonban felhasználhatók a növényi növekedés serkentésére is.

Az (I) általános képletű vegyületek növényi növekedést

szabályzó hatásának illusztrálására az (Ia) képletű vegyülettel végzett alábbi kísérleteket ismertetjük.

I. Paradicsomra kifejtett növényi növekedést szabályzó hatás talajkezeléssel.

Külön-külön cserepekben elültetünk fiatal, 3,5—4 cm magas paradicsomnövényeket. Mindegyik cserépben a talajt az Ia képletű vegyületet az alábbiakban megadott koncentrációban tartalmazó kísérleti oldatokkal öntözzük. A kezelés utáni 28. napon a növekedést értékeljük a növények hosszának és súlyának megállapítása útján. A kapott eredményeket az alábbi IX. táblázatban adjuk meg. A megadott értékek öt növényre vonatkozó átlagértékek, illetve a kontrollhoz képest számított százalékos értékek.

VI. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület növényi növekedést szabályzó hatása paradicsomon talajkezeléssel]

Az (Ia) képletű vegyület dózisa mg/növény egységben kifejezve	A növények hossza százalékban a kontrollhoz képest	A növények súlya százalékban a kontrollhoz képest
0	100	100
10	114	118
1	127	134
0,1	122	116

VII. táblázat

[Az (Ia) képletű vegyület növényi növekedést szabályzó hatása árpán lombozatkezeléssel]

Az (Ia) képletű vegyület p. p. m.-ben kifejezett koncentrációja a kísérleti oldatban	A növények átlagos súlya százalékban a kontrollhoz képest
0	100
125	126
60	116

J) Árpára kifejtett növényi növekedést szabályzó hatás lombozatkezeléssel.

Fiatalt, 3—4 levelű állapotú árpanövényeket a jelzett koncentrációkban Ia képletű vegyületet tartalmazó kísérleti oldatokkal permetezzünk. A kezelést követő 24 napon a növények növekedését súlyuk meghatározása alapján értékeljük. A kapott és az alábbi VII. táblázatban megadott eredmények tíz növényre vonatkozó átlagértékek, illetve a kontrollhoz képest számított százalékos értékek.

K) Dohánynövényeknél a hajtásokra kifejtett növekedésgátló hatás.

„Xanthi” fajtájú dohánynövényeket üvegházban termesztünk, majd korai bimbós állapotukban csúcsukat levágjuk. A levágást követő 5. napon a növények leveleit az (Ia) képletű vegyület olyan koncentrációjú vizes szuszpenziójával permetezzük be, ami megfelel 3 kg/hektár vagy 1,5 kg/hektár alkalmazási aránynak. Minden egyes kezelést háromszor megismételünk. 12 nappal a kezelés után a kezelés utáni hajtásnövekedést kiértékeljük a csúcsuktól megfosztott és kezeltlen kontrollnövényekkel összehasonlításban.

A hajtásnövekedés 3 kg/hektár alkalmazási aránynál 100%-kal, 1,5 kg/hektár alkalmazási aránynál 90%-kal csökken.

L) Növekedésgátló hatás szójababnál.

„Hark” fajtájú szójababnövényeket cserepekben termesztünk olyan klímakamrában, amelyben a hőmérséklet 23 °C, a megvilágítás 20 000 Lux erősségű és a megvilágítás időtartama 14 óra naponta.

Miután a sziklevek kifejlődése után kinövő levelek közül a harmadik levél kifejlődött, a növényeket bepermetezzük az (Ia) képletű vegyületet 1000, 500, 100 vagy 50 p. p. m. koncentrációban tartalmazó vizes szuszpenziókkal. A kezelés utáni 14. napon a kezelt növényeknek a kontrollhoz képesti százalékos növekedését megállapítjuk. A kapott eredményeket az alábbi VIII. táblázatban adjuk meg.

VIII. táblázat

Kezelés	Százalékos növekedésgátlottság
(Ia) képletű vegyületből:	
1000 p. p. m.	70%
500 p. p. m.	40%
100 p. p. m.	25%
50 p. p. m.	0%
kontroll	0%

1000 p. p. m. hatóanyagkoncentrációnál a lombozat színe intenzívebben zöld.

A fentiekben ismertetett gombaölő, baktericid és növényi növekedést szabályzó hatásukra tekintettel az (I) általános képletű vegyületeket vagy savaddíciós sóikat előnyösen használhatjuk olyan készítmények formájában, amelyek a hatóanyagon kívül valamilyen oldószert vagy egy szilárd, féliszilárd vagy folyékony hígítószert vagy hordozóanyagot, továbbá adott esetben felületaktív anyagot tartalmaznak. A készítmények felhasználásra kész formái közül megemlíthetjük az emulziókat, szuszpenziókat, és diszperziókat, amelyek a megfelelő konzisztenciájú hordozóanyagon kívül természetes vagy mesterséges szappanokat, más detergenseteket, valamint kívánt esetben egyéb nem biológiailag hatásos adalékanyagok mellett például akaricid, inszekticid, ovidid, fungicid és/vagy baktericid hatású, önmagában ismert vegyületeket tartalmazhatnak.

Poralakú készítményekhez szilárd hordozóanyagként használhatunk különböző inert, porózus és porszerű, szervetlen vagy szerves eredetű anyagokat, például trikálcium-foszfátot, kalcium-karbonátot (örölt mészkő vagy szintetikus termék formájában), kaolint, festékföldet, bentonitot, kavasavagél vagy bórsavat, a szerves eredetűek közül pedig például porított parafát vagy fűrészport.

A hatóanyagot ezekkel a hordozóanyagokkal úgy keverjük össze, hogy például együtt öröljük velük. Alternatív módon eljárhatunk úgy is, hogy a közömbös hordozóanyagot átitatjuk a hatóanyagnak valamilyen könnyen illó oldószerezrel készült oldatával, majd az oldószert hevítés vagy csökkentett nyomáson végzett vákuumszűrés útján eltávolítjuk. Ha nedvesítőszeret és/vagy diszpergálószeret adagolunk, akkor ezek a készítmények vízzel nedvesíthetővé tehetők, így belőlük szuszpenziók készíthetők felhasználáskor.

A folyékony készítményekhez használt közömbös oldószereknek lehetőség szerint nehezen gyúlékonyaknak, szagtalanoknak, valamint melegvérű állatokkal vagy növényekkel szemben nemtoxikusaknak kell lenniük. Ilyen oldószerek például növényi eredetű, magasan forró olajok, valamint a legalább 30 °C lobbaspontú, alacsonyabb hőmérsékleten forró oldószerek, így például a poli-etilén-glikol, izopropanol, dimetil-szulfoxid, hidrogénezett naftalinok és alkilezett naftalinok. Természetesen használhatunk oldószerekeveket is. Az oldatok szokásos módon készíthetők, kívánt esetben oldódást elősegítő anyagok felhasználásával. További alkalmazható folyékony formák a hatóanyagnak vízzel vagy más alkalmas inert oldószerezrel készült emulziói vagy szuszpenziói, valamint az ilyen emulziók vagy szuszpenziók készítésére alkalmas koncentrátumok, amelyek közvetlenül a kívánt koncentrációra állíthatók be. E célból a hatóanyagot például valamilyen diszpergálószerrel vagy emulgátorral keverjük össze. A hatóanyag azonban közvetlenül is feloldható vagy diszpergálható egy inert oldószerezben és ezzel egyidejűleg vagy ezt követően összekeverhető egy diszpergálószerrel vagy emulgátorral.

Felhasználható továbbá a hatóanyag aeroszol formájában is. E célra a hatóanyagot feloldjuk vagy diszpergáljuk atmoszferikus nyomáson a szobahőmérsékletnél alacsonyabb hőmérsékleten forró oldószerekben vagy folyékony hordozókban, például difluor-diklór-metánban vagy más illékony oldószerezben. Így nyomás alatt lévő oldatot kapunk, amely permetezve aeroszolt ad. Ezekkel az aeroszollokkal különösen hatásosan irthatók gombák és baktériumok például zárt kamrákban és tárolóhelyiségekben, vagy

pedig az aeroszollokkal növények kezelhetők baktériumok vagy gombák elpusztítására vagy ezek által okozott fertőzések megelőzésére.

Az (I) általános képletű vegyületeket vagy az ezeket tartalmazó készítményeket hagyományos módon használjuk fel. Így például egy gomba- vagy baktériumtenyészetet vagy gombák vagy baktériumok által megtámadott vagy támadásnak kitett anyagot a készítményekkel beporozhatjuk, bepermetezhetjük, impregnálhatjuk, vagy a készítményekbe máthatjuk.

Ha az (I) általános képletű vegyületeket alkalmas hordozóanyagokkal kombinálva, azaz például oldat, szuszpenzió, porozható készítmény, nedvesíthető porkészítmény, vagy emulzió formájában használjuk, akkor igen tág hígítási koncentrációban is hatásosak. Így például az alkalmazott készítmény súlyára vonatkoztatva 0,1–90 súly% mennyiségben a hatóanyag hatásos gombák vagy baktériumok irtására.

A találmányt közelebbről az alábbi kiviteli példákkal kívánjuk megvilágítani.

1. példa

30 súlyrész 1-(4-amino-2-metoxi-fenil)-etanonból, 360 súlyrész tömény sósavoldatból, 75 súlyrész vízből és 30 súlyrész ecetsavból álló, kevert és 0 °C-ra lehűtött oldatot 17,25 súlyrész nátrium-nitrit 200 súlyrész vízzel készült oldatával diazotálunk. 0 °C-on 30 percen át végzett keverés után az oldatot keverés közben 30 súlyrész réz(I)-klorid 240 súlyrész tömény sósavoldattal készült oldatába öntjük. A reakcióelegyet ezután 1 órán át 60 °C-on tartjuk, majd szobahőmérsékletre lehűtjük és kétszer 2,2'-oxi-bisz-propánnal extraháljuk. Az egyesített extraktumokat vízzel, híg nátrium-hidroxid-oldattal és ismételt kétszer vízzel mossuk, szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. Így 28 súlyrész mennyiségben (hozam: 76%) 55 °C olvadáspontú 1-(4-klór-2-metoxi-fenil)-etanont kapunk.

2. példa

Keverés közben 78,8 súlyrész 2-bróm-1-(4-bróm-2-metil-fenil)-1-etanon és 200 súlyrész butanol keverékéhez 3 súlyrész 4-metil-benzolszulfonsavat és 225 súlyrész benzolt, majd pedig cseppenként 33,5 g súlyrész 1,2-etándiolt adunk. Az adagolás befejeztével a reakcióelegyet keverés közben vízszeparátorral felszerelt visszafolyató hűtő alkalmazásával egy éjszakán át forraljuk, majd bepároljuk és a kapott maradékot 2,2'-oxi-bisz-propánban feloldjuk. Az így kapott oldatot 15 súlyrész tömény nátrium-hidroxid-oldattal keverjük, majd a fázisokat elválasztjuk és a vizes fázist 2,2'-oxi-bisz-propánnal extraháljuk. Az egyesített szerves fázisokat vízzel semlegesre mossuk, majd szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A szilárd maradékot metanolból kristályosítjuk. Így 30,5 súlyrész mennyiségben 86 °C olvadáspontú 2-bróm-metil-2-(4-bróm-2-metil-fenil)-1,3-dioxolánt kapunk.

3. példa

A 2. példában ismertetett módon járunk el, de 2-bróm-1-(4-bróm-2-metil-fenil)-1-etanon helyett ekvivalens mennyiségben egy megfelelő 1-aryl-2-bróm-1-etanont használva az alábbi 2-aryl-2-bróm-metil-1,3-dioxolán-származékokat állíthatjuk elő:

4-(2-bróm-metil-1,3-dioxolán-2-il)-benzonitril, olvadáspontja 92,4 °C; és

2-bróm-metil-2-(2-naftil)-1,3-dioxolán, olvadáspontja 64 °C.

4. példa

50 °C-on 220 súlyrész 1,2-etándiolban feloldunk 57 súlyrész 1-(5-klór-2-tienil)-1-etanont, majd a kapott oldathoz keverés közben cseppenként egy óra leforgása alatt hozzáadunk 64 súlyrész elemi brómot külső hűtés nélkül. Szobahőmérsékleten végzett egy órás keverés után a reakcióelegyhez 4 súlyrész 4-metil-benzolszulfonsavat és 360 súlyrész benzolt adunk. A reakcióelegyet ezután keverés közben vízszeparátorral felszerelt visszafolyató hűtő alkalmazásával egy éjszakán át forraljuk, majd bepároljuk és a kapott maradékot 2,2'-oxi-bisz-propánal felvesszük. A képződött oldatot egyszer alaposan átmoszuk híg nátrium-hidroxid-oldattal, majd háromszor vízzel, ezután pedig szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A kapott maradékot frakcionált desztillálásnak vetjük alá, amikor is 73,3 súlyrész (64,5%) mennyiségben a 0,1 torr nyomáson 125–127 °C forráspontú 2-bróm-metil-2-(5-klór-2-tienil)-1,3-dioxolánt kapjuk.

5. példa

A 4. példában ismertetett módon járunk el, de 1-(5-klór-2-tienil)-1-etanon helyett ekvivalens mennyiségben a megfelelő 1-aryl-1-etanont használva az alábbi 2-aryl-2-bróm-metil-1,3-dioxolán-származékokat állítjuk elő:

2-bróm-metil-2-(9H-fluorén-2-il)-1,3-dioxolán, olvadáspont 90 °C;

2-bróm-metil-2-(3-bróm-4-metil-fenil)-1,3-dioxolán, forráspont 126–130 °C 0,1 torr nyomáson;

2-bróm-metil-2-(4-jód-fenil)-1,3-dioxolán, olvadáspont 74 °C;

2-bróm-metil-2-(4-klór-2-metoxi-fenil)-1,3-dioxolán, olvadáspont 110 °C; és

2-bróm-metil-2-(2,4-dibrom-fenil)-1,3-dioxolán, olvadáspont 96 °C.

6. példa

A. lépés: 2,3 súlyrész fémnátrium 120 súlyrész metanolal készült, kevert oldathoz 6,9 súlyrész 1H-1,2,4-triazol 150 súlyrész dimetil-formamiddal készült keverékét adjuk, majd normál nyomáson a metanolt addig desztilláljuk, míg a reakcióelegy belső hőmérséklete a 130 °C értéket eléri. A reakcióelegyhez ezután 25 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolánt adunk, majd a reakcióelegyet keverés közben visszafolyató hűtő alkalmazásával 3 órán át forraljuk. A reakcióelegyet ezután szobahőmérsékletre hűlni hagyjuk, majd vízbe öntjük. A kivált terméket kiszűrjük, diizopropiléterben feloldjuk, a kapott oldatot aktív szénnel kezeljük, a szénelt kiszűrjük és az oldatot kristályosodni hagyjuk. Így 12 súlyrész mennyiségben 109,9 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt kapunk.

B. lépés: Az előző lépésben kapott vegyületből 6 súlyrész 2,2'-oxi-bisz-propánban nitrátsójjá konvertálunk. Hűtés után a sóat kiszűrjük, majd kétszer 2-propanolból kristályosítjuk. Így 3 súlyrész mennyiségben 172,7 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrátot kapunk.

C. lépés: Az A. lépésben kapott vegyületből 6 súlyrész 2,2'-oxi-bisz-propánban szulfátsójjá konvertálunk, majd a képződött szulfátsót kiszűrjük és 2-propanolból kristályosítjuk. A kivált kristályokat kiszűrjük, majd aktív szén kezelést is végezve etanolból átkristályosítjuk. A kivált kristályok szárítása után végül 6 súlyrész mennyiségben 207,1 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-szulfátot kapunk.

7. példa

2,3 súlyrész fémnátrium 80 ml metanolal készült kevert oldathoz 6,9 súlyrész 1H-1,2,4-triazol és 2 súlyrész nátrium-jodid 100 súlyrész N,N-dimetil-formamiddal készült elegyét adjuk. Ezután normál nyomáson a metanolt addig desztilláljuk, míg az elegy belső hőmérséklete 130 °C értéket ér el. Ekkor az elegyhez 34,4 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-metil-1,3-dioxolánt adunk, majd pedig a reakcióelegyet keverés közben visszafolyató hűtő alkalmazásával 3 órán át forraljuk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük, majd a vizes elegyet kétszer diizopropiléterrel extraháljuk. Az egyesített extraktumot vízzel mossuk, majd főlegben vett tömény salétromsavat adunk hozzá. A kivált nyers nitrátsót kiszűrjük, majd 2-propanol és diizopropiléter elegyből átkristályosítjuk. Így 15 súlyrész mennyiségben 137,8 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-metil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrátot kapunk.

8. példa

2,8 súlyrész fémnátriumból és 48 súlyrész metanolból készült nátrium-metilát-oldathoz keverés közben 8,3 súlyrész 1H-1,2,4-triazolt adunk. Szobahőmérsékleten 30 percen át végzett keverés után a reakcióelegyhez 135 súlyrész N,N-dimetil-formamidot adunk, majd a metanolt ledesztilláljuk. A reakcióelegyhez ezt követően 24,3 súlyrész 2-bróm-metil-2-fenil-1,3-dioxolán és 3 súlyrész kálium-jodid keverékét adjuk, majd a reakcióelegyet keverés közben visszafolyató hűtő alkalmazásával 3 órán át forraljuk. Ezután a reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűlni hagyjuk, majd vízbe öntjük. A vizes elegyből dörzsölésre a termék kicsapódik. A termékről ezután az anyalúgot leszivatjuk, majd vízzel mossuk, szárítjuk, végül pedig etanol és 2,2'-oxi-bisz-propán 1:5 arányú elegyből kristályosítjuk. Így 10,9 súlyrész (43,7%) mennyiségben 127,3 °C olvadáspontú 1-(2-fenil-1,3-dioxolán-2-il-metil)-1H-1,2,4-triazolt kapunk.

9. példa

A 8. példában ismertetett módon járunk el, de 2-bróm-metil-2-fenil-1,3-dioxolán helyett ekvivalens mennyiségben a megfelelő 2-aryl-2-brómmetil-1,3-dioxolánt használva az alábbi 1,2,4-triazol-származékokat kapjuk:

1-[2-(4-nitro-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 160,1 °C;

1-[2-(3-klór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 113,9 °C;

1-[2-(4-bróm-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 135,9 °C;

1-[2-(3-metil-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 105,4 °C;

1-[2-(3-bróm-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 115,4 °C; és

1-[2-(3-nitro-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 154,1 °C.

10. példa

1,6 súlyrész fémnátriumból és 48 súlyrész metanolból készült nátrium-metilát-oldathoz keverés közben 4,9 súlyrész 1H-1,2,4-triazolt adunk. Szobahőmérsékleten 1 órán át végzett keverés után a reakcióelegyhez 135 súlyrész N,N-dimetil-formamidot adunk, majd a metanolt normál nyomáson addig desztilláljuk, míg a reakcióelegy belső hőmérséklete a 130 °C értéket eléri. A reakcióelegyhez ezután 17,4 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2,3,4-triklór-fenil)-1,3-dioxolánt, majd pedig 3 súlyrész kálium-jodidot adunk. A reakcióelegyet ezt követően keverés közben visszafolytató hűtő alkalmazásával 1 éjszakán át forraljuk, majd szobahőmérsékletre hűtjük és vízbe öntjük. A vizes elegyből dörzsölésre a termék kicsapódik. A csapadékot kiszűrjük, vízzel mossuk, majd triklór-metánban feloldjuk. A kapott oldatot szilikagélen oszlopkromatográfiásan tisztítjuk eluálószerként triklór-metán és 5%-os vizes metanololdat elegyét használva. A tiszta frakciókat összeöntjük, majd bepároljuk. A kapott maradékot 2,2'-oxi-bisz-propán és metanol 9:1 térfogatarányú elegyből kristályosítjuk. Így 9,3 súlyrész (55,5%) mennyiségben 181,4 °C olvadáspontú 1-[2-(2,3,4-triklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt kapunk.

11. példa

A 10. példában ismertetett módon járunk el ekvivalens mennyiségű kiindulási anyagokat használva, amikor is az alábbi 1,2,4-triazol-származékokat kapjuk:

- 1-[2-(9H-fluorén-2-il)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 186,8 °C;
 1-[2-(5-klór-2-tienil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 117,4 °C;
 1-[2-(3-bróm-4-metil-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 120,7 °C;
 1-[2-(4-bróm-2-metil-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 148,1 °C; és
 1-[2-(4-klór-2-metil-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspont 147,9 °C.

12. példa

2,8 súlyrész fémnátriumból és 56 súlyrész metanolból készült nátrium-metilát-oldathoz keverés közben hozzáadjuk 8,3 súlyrész 1H-1,2,4-triazol és 135 súlyrész N,N-dimetil-formamid keverékét, majd a metanolt normál nyomáson addig desztilláljuk, míg a reakcióelegy belső hőmérséklete 130 °C értéket ér el. A reakcióelegyhez ezután 27,8 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2-klór-fenil)-1,3-dioxolán és 3 súlyrész kálium-jodid keverékét adjuk, majd keverés közben visszafolytató hűtő alkalmazásával 6 órán át forraljuk. A reakcióelegyet ezután szobahőmérsékletre hűlni hagyjuk, majd vízbe öntjük és a vizes elegyet háromszor 1,1'-oxi-bisz-etánnal extraháljuk. Az egyesített extraktumot kétszer vízzel mossuk, szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A kapott maradékot 4-metil-2-pentanonban oxalátsóvá konvertáljuk. A sót kiszűrjük, majd 4-metil-2-pentanonból kristályosítjuk. Így 16 súlyrész mennyiségben 156,5 °C olvadáspontú 1-[2-(2-klór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalátsót kapunk.

13. példa

A 12. példában ismertetett módon ekvivalens mennyiségű kiindulási anyagokat használva az 1c általános képletű 1,2,4-triazol-származékok állíthatók elő oxalátsóik formájában.

Ar	1c általános képletű vegyületek só	olvadáspont (°C)
2—Br—C ₆ H ₄	oxalát	172,1
3—OCH ₃ —C ₆ H ₄	oxalát	155,6
2—CH ₃ —C ₆ H ₄	oxalát	177,1
4—F—C ₆ H ₄	oxalát	185,5
4—CH ₃ —C ₆ H ₄	oxalát	151,2
4—Cl—C ₆ H ₄	oxalát-monohidrát	169,1
4—OCH ₃ —C ₆ H ₄	oxalát	187,1
2-naftil	oxalát	175
2,5—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	oxalát	173,7
4—CN—C ₆ H ₄	oxalát	186,3
3,4—(Cl) ₂ —C ₆ H ₃	oxalát	182,2
2-tienil	oxalát	144,5
2,4—(Br) ₂ —C ₆ H ₃	oxalát	190,3

14. példa

2,3 súlyrész fémnátriumból és 48 súlyrész metanolból készített nátrium-metilát-oldathoz keverés közben 6,9 súlyrész 1H-1,2,4-triazolt adunk. Szobahőmérsékleten 30 percen át végzett keverés után a reakcióelegyhez 135 súlyrész N,N-dimetil-formamidot adunk, majd a metanolt addig desztilláljuk normál nyomáson, míg a reakcióelegy belső hőmérséklete a 130 °C értéket eléri. A reakcióelegyhez ezután 3 súlyrész kálium-jodidot, majd pedig 16,4 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2-metoxi-fenil)-1,3-dioxolánt adunk. A reakcióelegyet ezután keverés közben 18 órán át visszafolytató hűtő alkalmazásával forraljuk, majd szobahőmérsékletre lehűtjük és vízbe öntjük. A vizes oldatot háromszor triklór-metánnal extraháljuk, majd az egyesített extraktumot négyszer vízzel mossuk, szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A maradékot szilikagélen oszlopkromatográfiásan tisztítjuk eluálószerként triklór-metán és 5%-os vizes metanololdat elegyét használva. A tiszta frakciókat összeöntjük, majd bepároljuk. A maradékot 4-metil-2-pentanonban oxalátsójjá konvertáljuk, majd a sót kiszűrjük, ezután pedig 2-propanon és 2,2'-oxi-bisz-propán 2:1 térfogatarányú elegyből kristályosítjuk. Így 5,5 súlyrész (26%) mennyiségben 166,4 °C olvadáspontú 1-[2-(2-metoxi-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalátot kapunk.

15. példa

A 14. példában ismertetett módon ekvivalens mennyiségű kiindulási anyagokat használva az alábbi 1,2,4-triazol-oxalátsókat kapjuk:

- 1-[2-(4-jód-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 169,8 °C;
 1-[2-(3,5-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 204,4 °C;
 1-[2-(2,3-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 188,4 °C;

1-[2-(4-klór-2-metoxi-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 173,2 °C;
1-[2-(2,4,5-triklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 178,4 °C; és
1-[2-(2-klór-4-metoxi-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-oxalát, olvadáspont 188,2 °C.

16. példa

9,5 súlyrész 1H-1,2,4-triazol és 225 súlyrész N,N-dimetil-formamid kevert elegyéhez kis adagokban 4,2 súlyrész 78%-os nátrium-hidrid-diszperziót adunk. A reakcióelegyet ezután addig keverjük, míg a habzás megszűnik, majd a reakcióelegyhez 16 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-propil-1,3-dioxolánt adunk és a reakcióelegyet keverés közben visszafolyató hűtő alkalmazásával 5 órán át forraljuk. A reakcióelegyet ezután lehűtjük, majd vízbe öntjük, a vizes elegyet pedig háromszor 2,2'-oxi-bisz-propánnal extraháljuk. Az egyesített extraktumot vízzel mossuk, szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A maradékot szilikagélén oszlopkromatográfiásan tisztítjuk, eluálószerként triklór-metán és 2%-os metanol-oldat elegyét használva. Az első frakciót elkülönítjük, majd bepároljuk. A maradékot 2,2'-bisz-oxi-propánban nitrátsójjá konvertáljuk, majd a sót kiszűrjük, végül pedig 2-propanon és petroléter elegyből kristályosítjuk. Így 8,2 súlyrész (45%) mennyiségben 132,6 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-propil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrátot kapunk.

17. példa

3,8 súlyrész fémnátriumból és 40 súlyrész metanolból készült nátrium-metilát-oldathoz keverés közben 11,5 súlyrész 1H-1,2,4-triazolt és 225 súlyrész N,N-dimetil-formamidot adunk, majd a metanolt addig desztilláljuk normál nyomáson, míg a reakcióelegy belső hőmérséklete 150 °C értéket ér el. A reakcióelegyhez ezután 19 súlyrész 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-etil-1,3-dioxolánt adunk, majd a kapott elegyet keverés közben visszafolyató hűtő alkalmazásával 4 órán át forraljuk. A reakcióelegyet ezután lehűtjük, majd vízbe öntjük, a vizes elegyet pedig háromszor 2,2'-oxi-bisz-propánnal extraháljuk. Az egyesített extraktumot vízzel mossuk, szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. A maradékot szilikagélén oszlopkromatográfiásan tisztítjuk, eluálószerként triklór-metán és 2%-os vizes metanol-oldat elegyét használva. Az első frakciót elkülönítjük, majd bepároljuk. A maradékot 2,2'-oxi-bisz-propánban nitrátsójjá konvertáljuk, majd kiszűrjük, végül pedig 4-metil-2-pentanon és 2,2'-oxi-bisz-propán elegyből átkristályosítjuk. Így 10,5 súlyrész (49%) mennyiségben 119,8 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-etil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrátot kapunk.

18. példa

A 17. példában ismertetett módon ekvivalens mennyiségű kiindulási anyagokból savaddíciós sók formájában az alábbi 1,2,4-triazol-származékok állíthatók elő:
1-[4-butil-2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-szeszkioxalát, olvadáspont 111,6 °C;
1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-pentil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrát, olvadáspont 130,3 °C;
1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-hexil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrát, olvadáspont 106,2 °C;

1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-heptil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrát, olvadáspont 96,8 °C; és
1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-oktil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-nitrát, olvadáspont 110,6 °C.

19. példa

A 6. példa A. lépésében ismertetett módon állíthatjuk elő a Z helyén $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ csoportot tartalmazó (I) általános képletű vegyületeket is. Így kiindulási anyagként ekvivalens mennyiségben a megfelelő 2-aril-2-bróm-metil-1,3-dioxánt használva az alábbi vegyületet kapjuk: 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, olvadáspontja 113,9—117,8 °C, míg nitrátjának olvadáspontja 143,1 °C.

Ugyancsak a 6. példa A. és B. lépésében ismertetett módon állítható elő a 125 °C olvadáspontú 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4,5-dimetil-1,3-dioxán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol-mononitrát.

20. példa

A találmány szerinti eljárással előállítható (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítményeket gombák vagy baktériumok irtására a szokásos felhasználásra kész szereként, így például szuszpenzióként, porozható készítményként vagy oldatként formulázunk. A felhasználásra kész szerekre az alábbi példákat adjuk meg:

(a) Szuszpenzió

Komponens	Mennyiség
1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol	1 kg
technikai minőségű xilol	2 l
20 mol etilén-oxidot tartalmazó polietilén-szorbitán-monolaurát	350 ml

Az 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol stabil vizes szuszpenziót képez, ha feloldjuk xilolban, majd felületaktív anyag segítségével emulgeáljuk.

(b) Porozószer

20 súlyrész 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt 360 súlyrész talkummal összeőrölünk golyósmalomban, majd 8 súlyrész oleint adagolunk és a keverést folytatjuk, végül pedig a keverékhez hozzákeverünk 4 súlyrész mésztejet. A képződött por kitűnően szórható és megfelelő adhéziós képességű.

(c) Oldat

5 súlyrész 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt feloldunk 95 súlyrész 1-metil-naftalinban, majd a kapott oldatot permetként hasznosítjuk gombák által fertőzött egyedek kezelésére. Hasznosíthatjuk továbbá falak, folyosók vagy más tárgyak kezelésére gombafertőzés megelőzése céljából.

(d) Porozószer

1 súlyrész 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazolt 99 súlyrész nagydiszperzitású kova-savval homogenizálunk, amikor 1 súly% hatóanyagtartalmú porozható készítményt kapunk, amely közvetlenül felhasználható növényvédelmi célokra.

(e) Nedvesíthető porkészítmény

90 súlyrész 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol 5 súlyrész ligninszulfonsav-nátrium-sóval, 1 súlyrész dibutil-naftalinszulfonsavval és 4 súlyrész kovasavval homogenizálunk, amikor 90 súly% hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítményt kapunk. Ez a készítmény vízben könnyen diszpergálható és felhasználható kipermetezéssel.

21. példa

A következőkben összehasonlító kísérleteket, illetve azok eredményeit fogjuk ismertetni.

Az összehasonlító kísérletekben egyrészt az (I) általános képletű vegyületek közül a következőket használjuk.

Ar	Z	A vegyület sorszáma a példában
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH ₂ —		1
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH(CH ₃)—		2
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH(n—C ₄ H ₉)—		3
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH(n—C ₃ H ₇)—		4
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH ₂ —CH ₂ —		5
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH ₂ —CH(C ₂ H ₅)—		6
2,4-diklór- -fenil-csoport—CH(CH ₃)—CH(CH ₃)		7

Az összehasonlító kísérletekben másrészt a 3 575 999 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból ismertté vált 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-imidazolt (a példában az A vegyületet) és a 3 755 349 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból ismertté vált 1-[2,2-dimetoxi-1,1-difenil-1-etil]-imidazolt [a példában a B vegyületet] használjuk.

A következőkben a kísérleti módszereket ismertetjük.

a) Búzán *Puccinia triticina* ellen kifejtett hatás (visszamaradó védőhatás)

Hatnapos búzapalántákat csuromnedvesre permetezzük a hatóanyagot 600, 200, 60, illetve 20 p.p.m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval, amelyet a következő összetételű nedvesíthető porkészítmény vizes hígítása útján állítunk elő:

40 súlyrész hatóanyag
5 súlyrész ligninszulfonsav-nátriumsó
1 súlyrész dibutil-naftalinszulfonsav-nátriumsó
54 súlyrész kovasav

(Megjegyezzük, hogy a továbbiakban említésre kerülő nedvesíthető porkészítmények ugyanilyen összetételűek.)

24 órával később az így kezelt palántákat egyenletesen megfertőzzük a gomba uredospóráinak szuszpenziójával, 95—100%-os páratartalmú és közel 20 °C-os térben 48 órán át tartó inkubálást követően a növényeket közel 22 °C hőmérsékletű üvegházban helyezzük el. A kísérleti ve-

gyületek hatásának kiértékeléséhez a fertőzött területek számát és mértékét állapítjuk meg. Az 1—7. vegyületekkel kezelt búzapalánták valamivel rövidebbek, mint az A és a B vegyülettel kezelt növények, illetve a kezeletlen kontroll-növények.

b) Almafadugványon *Venturia inaequalis* ellen kifejtett hatás (visszamaradó védőhatás)

10—20 cm hosszú, új sarjadzásokat tartalmazó almafadugványokat bepermetezzük a hatóanyagot 600, 200, illetve 60 p.p.m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval, amely a hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítményből vizes hígítással készült. 24 óra elteltével az így kezelt dugványokat megfertőzzük a gomba konidiospóráinak szuszpenziójával. Ezután a növényeket 5 napon át 90—100% páratartalmú térben inkubáljuk, majd 20—24 °C hőmérsékletű üvegházban tartjuk 10 napon át. 15 nappal a fertőzés után kiértékeljük a varasodás mértékét.

c) Földimogyorón *Cercospora arachidicola* elleni hatás (visszamaradó védőhatás)

10—15 cm magas földimogyorónövényeket bepermetezzük a hatóanyagot 200, 60, 20, illetve 6 p. p. m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval, amelyet a hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítmény vizes hígításával állítunk elő. 48 órával később a növényeket megfertőzzük a gomba konidium-suszpenziójával. A fertőzött növényeket 24 órán át 21 °C hőmérsékletű és csaknem 100%-os páratartalmú térben inkubáljuk, majd ezután üvegházban tartjuk a jellegzetes levélfoltok megjelenéséig. 12 nappal a fertőzés után végezzük el a fungicid hatás kiértékelését, a foltok méretét és számát figyelembe véve.

d) Árpán *Erysiphe graminis* elleni hatás (visszamaradó védőhatás)

Közel 8 cm magas árpánövényeket bepermetezzük a hatóanyagot 200, 60, 20, 6, illetve 2 p.p.m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval, amelyet a hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítményből vizes hígítással állítunk elő. 48 óra elteltével a növényeket beporozzuk a gomba konidiospóráival. A fertőzött növényeket 22 °C körüli hőmérsékletű üvegházban tartjuk, majd a fertőzés után 10 nappal értékeljük ki a fertőzés mértékét.

e) Búzán *Puccinia triticina* elleni szisztémikus hatás

5 napos búzapalántákat a hatóanyagot 60, 20, illetve 6 p.p.m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval öntözünk, amelyet a hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítményből vizes hígítással állítunk elő. Az öntözés során gondot fordítunk arra, hogy a szuszpenzió ne érintkezessen a növény földfeletti részével. 48 óra elteltével a kezelt növényeket egyenletesen megfertőzzük a gomba uredospóráinak szuszpenziójával. 48 órán át 95—100% páratartalmú és közel 20 °C hőmérsékletű térben végrehajtott inkubálást követően a növényeket 22 °C körüli hőmérsékletű üvegházban tartjuk. A kísérleti vegyületek hatékonyságának kritériumaként a fertőzött területek száma és nagysága szolgál. Az 1—7. vegyületekkel kezelt búzapalánták valamivel rövidebbek, mint az A és a B vegyülettel kezelt növények, illetve a kezeletlen kontrollnövények.

f) Árpán Erysiphe graminis elleni szisztémikus hatás

Közel 8 cm magas árpánövényeket a hatóanyagot 60, 20, 6, illetve 2 p.p.m. koncentrációban tartalmazó olyan szuszpenzióval öntözünk, amelyet a hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető porkészítményből vizes hígítással állítunk elő. 48 óra elteltével a kezelt növényeket a gomba konidiospóráival beszórjuk. A fertőzött növényeket ezután közel 22 °C hőmérsékletű üvegházban tartjuk, majd 10 nap elteltével kiértékeljük a fertőzöttség mértékét.

A kapott eredményeket a IX. táblázatban adjuk meg. A IX. táblázatban az a)–d) kísérletek vonatkozásában a

p.p.m.-ben kifejezett hatóanyagtartalom a kezeléshez használt vizes szuszpenzióra, míg az e) és f) kísérletek esetén a talajtérfogatra van vonatkoztatva.

A hatást a kezeletlen kontrollnövényen jelentkező gombafertőzöttség mértékével (100%) összehasonlításban adjuk meg, mégpedig a százalékos fertőzöttség mértékét a következő négy tartományba sorolva:

0 = 0— 5%-os fertőzöttség

1 = 5— 20%-os fertőzöttség

2 = 20— 50%-os fertőzöttség

3 = 50—100%-os fertőzöttség (vegyület hatástalan)

Mindegyik kísérletet kétszeres ismételtsben végezzük el.

A vegyület sorszáma	Puccinia (visszamaradó) 600 200 60 20	Venturia (visszamaradó) 600 200 60	Cercospora (visszamaradó) 200 60 20 6	Erysiphe (visszamaradó) 200 60 20 6 2	Puccinia (szisztémikus) 60 20 6	Erysiphe (szisztémikus) 60 20 6 2
1	0 1 0 0 0 1 1 0	0 1 3 1 1 3	0 2 3 2 0 2 3 2	0 0 1 2 3 0 0 1 2 3	0 2 3 0 2 3	0 0 1 2 0 0 1 3
2	0 0 0 1 0 0 0 1	0 0 0 0 0 1	0 0 0 2 0 0 0 2	0 0 1 1 2 0 0 1 1 2	0 0 1 0 0 2	0 1 1 2 0 1 1 2
3	0 0 0 0 0 0 0 1	0 0 1 0 0 2	0 0 0 1 0 0 0 1	0 0 0 0 1 0 0 0 0 1	1 2 3 2 2 3	0 1 1 2 0 1 2 3
4	0 0 0 0 0 0 0 0	0 0 0 0 0 1	0 0 0 0 0 0 0 0	0 0 0 1 1 0 0 1 1 1	0 0 1 0 0 2	0 0 1 1 0 0 1 1
5	0 0 2 3 0 1 2 3	0 0 2 0 0 2	0 0 0 0 0 0 1 0	0 0 0 1 2 0 0 0 1 2	0 0 0 0 1 1	0 0 1 2 0 0 1 2
6	0 1 1 0 0 2 1 0	0 0 0 0 0 1	0 0 0 0 0 0 0 0	0 0 0 1 2 0 0 0 1 2	0 0 1 0 0 1	0 1 2 3 0 1 2 3
7	0 0 0 0 0 0 1 0	0 0 0 0 0 0	0 0 0 1 0 0 0 1	0 0 0 1 1 0 0 0 1 1	0 0 0 0 0 0	0 0 1 1 0 0 1 2
A	1 2 2 1 2 2 3 2	1 1 3 1 2 3	1 1 2 1 1 1 2 1	0 0 1 2 3 0 0 1 2 3	0 3 3 1 3 3	0 1 2 3 0 1 2 3
B	1 1 2 3 1 2 2 3	3 3 3 3 3 3	2 3 3 2 2 3 3 2	0 1 1 2 3 0 1 1 2 3	1 1 3 1 2 3	2 3 3 3 2 3 3 3

Szabadalmi igénypontok

1. Fungicid, baktericid vagy növényi növekedést szabályozó készítmény, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 0,1–90 súly% mennyiségben valamely (I) általános képletű triazol-származékot — ahol

Z jelentése —CH₂CH₂—, —CH₂—CH₂—CH₂—, —CH(CH₃)—CH(CH₃)— vagy CH₂—CH(alkil)— csoport, az utóbbi csoportban pedig az alkil-

Ar jelentése naftil-, fluorenil-, adott esetben halogénatommal helyettesített tienil- vagy adott esetben 1–3 halogénatommal, 1–4 szénatomot tartalmazó alkil-, 1–4 szénatomot tartalmazó alkoxi-, ciano- vagy nitrocsoporttal helyettesített fenilcsoport — vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját, valamint összesen a 100%-hoz szükséges mennyiségben hordozóanyagot, célszerűen talkumot vagy kovássavat, és adott esetben felületaktív anyagot, célszerűen nedvesítőszert vagy emulgeálószeret tartalmaz, azzal a megkötéssel, hogy a felületaktív anyag mennyisége legfeljebb 20 súly%. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

2. Fungicid, baktericid vagy növényi növekedést szabályozó készítmény, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 0,1–90 súly% mennyiségben valamely (I) általános képletű triazol-származékot — ahol

Z jelentése —CH₂—CH₂—, —CH₂—CH₂—CH₂—, —CH(CH₃)—CH(CH₃)— vagy CH₂—CH(CH₃)— csoport, továbbá

Ar jelentése naftil-, adott esetben halogénatommal helyettesített tienil- vagy adott esetben 1–3 halogénatommal, 1–4 szénatomot tartalmazó alkil-, 1–4 szénatomot tartalmazó alkoxi-, ciano- vagy nitrocsoporttal helyettesített fenilcsoport —

vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját, valamint összesen a 100%-hoz szükséges mennyiségben hordozóanyagot, célszerűen talkumot vagy kovássavat, és adott esetben felületaktív anyagot, célszerűen nedvesítőszert vagy emulgeálószeret tartalmaz, azzal a megkötéssel, hogy a felületaktív anyag mennyisége legfeljebb 20 súly%. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

3. Az 1. vagy a 2. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját tartalmazza. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

4. Az 1. vagy a 2. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-metil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját tartalmazza. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

5. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-etil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját tartalmazza. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

6. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-propil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját tartalmazza. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

7. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-pentil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol vagy mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóját tartalmazza. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

8. Eljárás az 1. igénypont szerinti készítmény hatóanyagát képező (I) általános képletű triazol-származékok — ahol

Z jelentése $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ vagy $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{alkil})-$ csoport, az utóbbi csoportban pedig az alkil-csoport 1—10 szénatomot tartalmaz, továbbá
Ar jelentése naftil-, fluorenil-, adott esetben halogén-atommal helyettesített tienil- vagy adott esetben 1—3 halogénatommal, 1—4 szénatomot tartalmazó alkil-, 1—4 szénatomot tartalmazó alkoxi-, ciano- vagy nitrocsoporthal helyettesített fenil-csoport —, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóik előállítására, azzal jellemezve, hogy a (II) képletű 1H-1,2,4-triazol valamelyik alkálifém-sóját egy (III) általános képletű vegyülettel — ahol Ar és Z jelentése a tárgyi körben megadott, Y pedig halogénatomot jelent — reagáltatjuk, előnyösen valamilyen inert poláris szerves oldószerben megemelt hőmérsékleten, és kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyület sztereokémiai optikai izomerjeit egymástól ismert módon elkülönítjük, továbbá kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyületet vagy valamelyik optikai izomerjét megfelelő savval végzett kezeléssel savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

9. Eljárás a 2. igénypont szerinti készítmény hatóanyagát képező (I) általános képletű triazol származékok — ahol

Z jelentése $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ vagy $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ csoport, továbbá
Ar jelentése naftil-, adott esetben halogénatommal helyettesített tienil- vagy adott esetben 1—3 halogénatommal, 1—4 szénatomot tartalmazó alkil-, 1—4 szénatomot tartalmazó alkoxi-, ciano- vagy nitrocsoporthal helyettesített fenil-csoport —,

valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sóik előállítására, azzal jellemezve, hogy a (II) ké-

letű 1H-1,2,4-triazol valamelyik alkálifém-sóját egy (III) általános képletű vegyülettel — ahol Ar és Z jelentése a tárgyi körben megadott, Y pedig halogénatomot jelent — reagáltatjuk, előnyösen valamilyen inert poláris szerves oldószerben megemelt hőmérsékleten, és kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyület sztereokémiai optikai izomerjeit egymástól ismert módon elkülönítjük, továbbá kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyületet vagy valamelyik optikai izomerjét megfelelő savval végzett kezeléssel mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

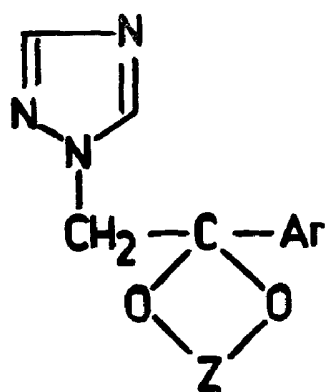
10. A 8. vagy a 9. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sói előállítására, azzal jellemezve, hogy az 1H-1,2,4-triazol nátriumsóját 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-1,3-dioxolánnal reagáltatjuk, és kívánt esetben a kapott vegyületet megfelelő savval mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

11. A 8. vagy a 9. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-metil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sói előállítására, azzal jellemezve, hogy az 1H-1,2,4-triazol nátriumsóját 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-metil-1,3-dioxolánnal reagáltatjuk, és kívánt esetben a kapott vegyületet megfelelő savval mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1974. november 18.)

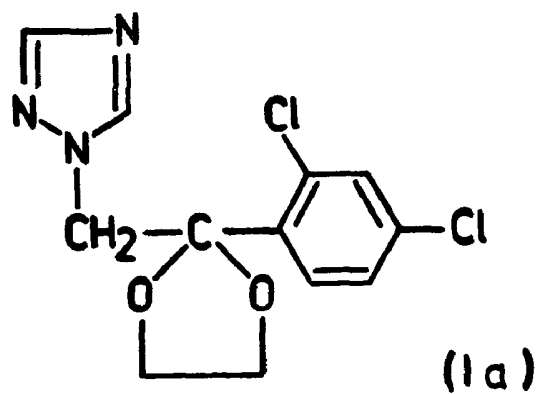
12. A 8. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-etil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sói előállítására, azzal jellemezve, hogy az 1H-1,2,4-triazol nátriumsóját 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-etil-1,3-dioxolánnal reagáltatjuk, és kívánt esetben a kapott vegyületet megfelelő savval mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

13. A 8. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-propil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sói előállítására, azzal jellemezve, hogy az 1H-1,2,4-triazol nátriumsóját 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-propil-1,3-dioxolánnal reagáltatjuk, és kívánt esetben a kapott vegyületet megfelelő savval mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)

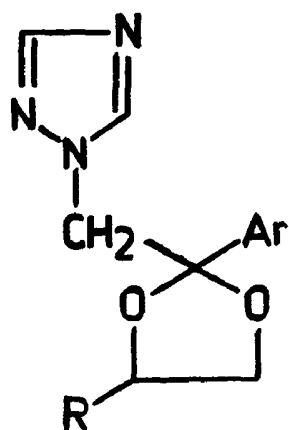
14. A 8. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja 1-[2-(2,4-diklór-fenil)-4-pentil-1,3-dioxolán-2-il-metil]-1H-1,2,4-triazol, valamint mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sói előállítására, azzal jellemezve, hogy az 1H-1,2,4-triazol nátriumsóját 2-bróm-metil-2-(2,4-diklór-fenil)-4-pentil-1,3-dioxolánnal reagáltatjuk, és kívánt esetben a kapott vegyületet megfelelő savval mezőgazdasági felhasználásra alkalmas savaddíciós sójává alakítjuk. (Elsőbbsége: 1975. október 9.)



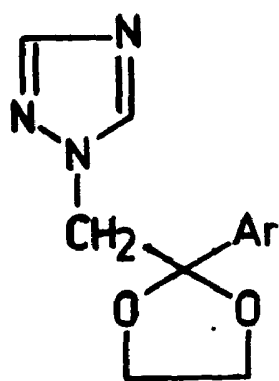
(I)



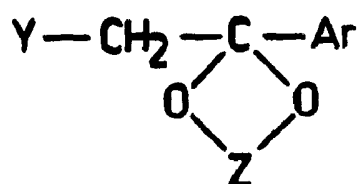
(Ia)



(Ib)

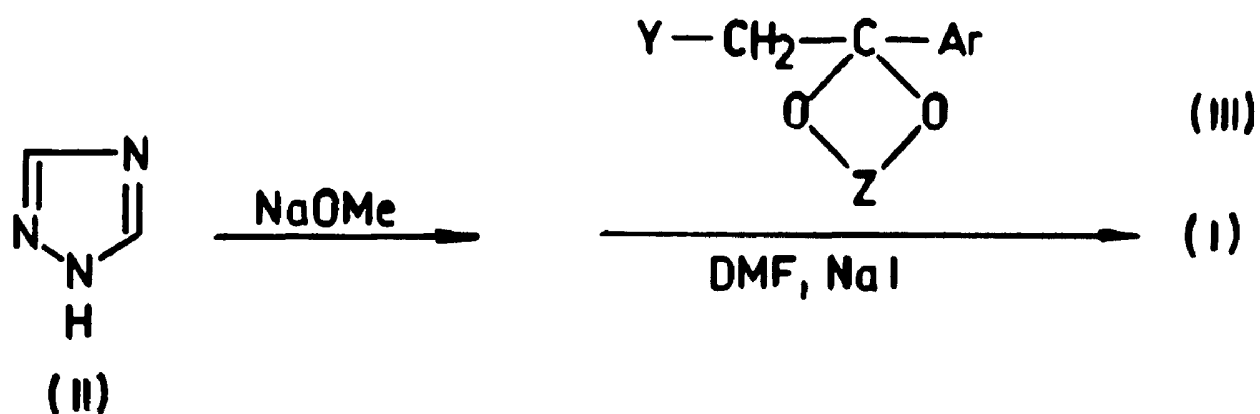


(Ic)



(III)

A reakcióvázlat



B reakcióvázlat

