



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 284 221 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1

Patentgesetz der DDR

vom 27.10.1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden

Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 07 C 103/34
C 07 C 102/02

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 07 C / 328 671 1
(31) 4443133
4427664(22) 17.05.89
(32) 18.05.88
18.05.88(44) 07.11.90
(33) SU

(71) siehe (73)

(72) Bobylev, Mikhail M.; Velesovich, Sergei M.; Eremina, Vera A; Perlov, Alexandr V.; Orlova, Tatyana I.; Taschi, Valery P.; Putsykin, Jury G.; Akhmatova, Natalya I.; Molchanov, Oleg J.; Bobkova, Galina V.; Ivanchenko, Julia N.; Rusakova, Valentina A.; Andreeva, Elena I.; Tsvetkov, Vsevolod J.; Pronchenko, Tamara S., SU

(73) Vsesojuzny Nauchno-Issledovatel'sky Institut, Khimicheskikh Sredstv Zashchity Rasteniy, Moscow, SU

(74) Internationales Patentbüro Berlin, Wallstraße 23/24, Berlin, 1020, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von substituierten Phenylalkylformamiden

(55) Herstellungsverfahren; substituierte

Phenylalkylformamide; fungizide Aktivität; vereinfachte

Technologie; gegen Erkrankungen von Getreidekulturen

(57) Die Erfindung betrifft Verfahren zur Herstellung von

substituierten Phenylalkylformamiden. Das Ziel der

Erfindung besteht in der Entwicklung eines Verfahrens zur

Herstellung neuer Verbindungen, die fungizide Aktivität

aufweisen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, neue

Verbindungen die eine hohe fungizide Aktivität nach einer

vereinfachten Technologie aufweisen, zu gewinnen. Das

Verfahren zur Herstellung von neuen Verbindungen,

substituierten Phenylalkylformamiden allgemeiner Formel,

worin A für $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{CH}_2\text{O}-$; X für H, Cl steht, besteht

darin, daß man Phenylketone mit Formamide bei einer

Temperatur von 120 bis 190°C mit anschließender

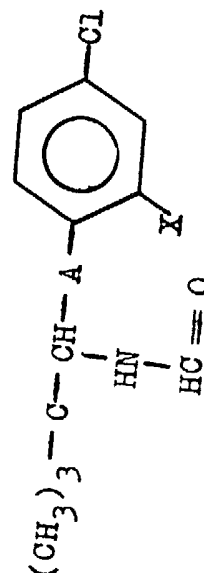
Ausscheidung des Endproduktes umsetzen läßt. Die

herzustellenden Verbindungen weisen fungizide Aktivität

auf und finden Anwendung als Wirkstoffe fungizider

Präparate gegen verschiedene Erkrankungen von

Getreidekulturen. Formel



Bezeichnung der Erfindung

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON SUBSTITUIERTEN
PHENYLALKYLFORMAMIDEN

Anwendungsgebiet

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf die organische Chemie und insbesondere auf ein Verfahren zur Herstellung neuer Verbindungen, substituierter Phenylalkylformamide, die die fungizide Aktivität aufweisen und als Wirkstoffe von fungiziden Präparaten gegen verschiedene Krankheiten von Getreidekulturen ihre Anwendung finden.

Charakteristik der bekannten technischen

Lösung

Bekannt sind Verfahren zur Herstellung von Verbindungen, die die fungizide Aktivität aufweisen und Wirkstoffe für solche fungizide Präparate, wie Tilt, Triadimenol und andere, darstellen (Handbuch für Schädlingsbekämpfungsmittel, 1985, (Moskau) "Chimiya", S. 282).

Die Effektivität der genannten Präparate ist jedoch nicht ausreichend hoch.

Bekannt ist, beispielsweise, ein Verfahren zur Herstellung von 1-(1,2,4-Triazolyl-2)-1-(4-chlorphenoxy-3,3-dimethylbutan-2-ol-Triadimenol). Das Verfahren besteht darin, daß die Chlorierung von 1-(4-Chlorphenoxy)-3,3-dimethylbutan-2-on mit Sulfurylchlorid unter Anfallen von 1-Chlor-1-(4-chlor-

- 2 -

phenoxy)-3,3-dimethylbutan-2-on erfolgt. Dann führt man die Umsetzung der entstandenen Verbindung mit Triazol. Das hergestellte 1-(1,2,4-Triazol-1-yl)-1-(4-chlorphenoxy)-2,2-dimethylbutan-2-on reduziert man mit einem Reduktionsmittel, beispielsweise, mit Natriumborhydrid, Aluminiumisopropylat beziehungsweise Ameisensäure. Man erhält ein Endprodukt (US, A, 4160838; SU, A, 615857).

Das genannte Verfahren wird dadurch gekennzeichnet, das es mehrere Stufen aufweist. Die herzustellende Verbindung weist eine unzureichend hohe fungizide Aktivität sowie einen begrenzten Wirkungsbereich auf.

Das angemeldete Verfahren ist neu und wurde in Literatur nicht beschrieben.

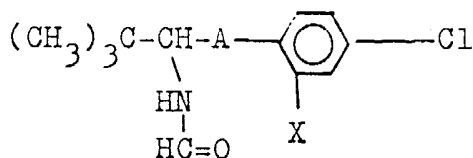
Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung neuer Verbindungen, die eine fungizide Aktivität aufweisen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

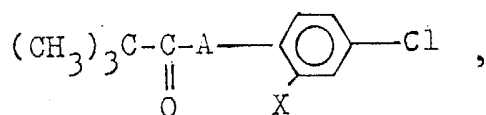
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, neue Verbindungen zu entwickeln, die eine hohe fungizide Aktivität aufweisen und nach einer vereinfachten Technologie gewonnen werden.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man im erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von substituierten Phenylalkylformamiden allgemeiner Formel:



3 -

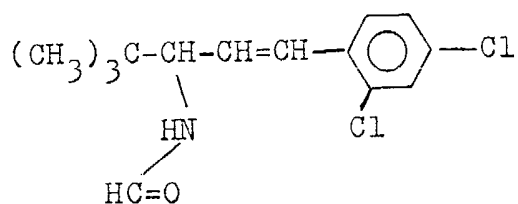
worin A für $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{CH}_2\text{O}-$; X für H, Cl steht,
erfindungsgemäß, Phenylalkylketone allgemeiner Formel:



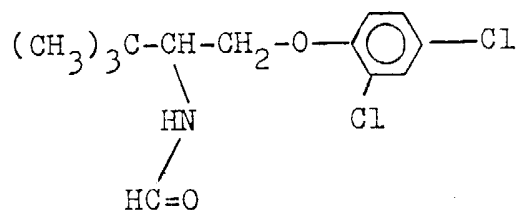
worin A für $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{CH}_2\text{O}-$; X für H, Cl steht mit Formamid
bei einer Temperatur von 120 bis 190°C mit anschließender
Ausscheidung des Endproduktes umgesetzt.

Das angemeldete Verfahren ist einfach in seiner Aus-
führung und ermöglicht es, das Endprodukt in einer Stufe
herzustellen.

Die herzustellenden neuen Verbindungen weisen eine
fungizide Aktivität auf und stellen Wirkstoffe eines fungi-
ziden Präparates dar. Besonders aktiv ist ein fungizides
Präparat, das als Wirkstoff eine Verbindung 1-(2,4-Dichlor-
phenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en allgemeiner For-
mel:



oder eine Verbindung 1-(2,4-Dichlorphenoxy-2-formamido-3,3-
dimethylbutan folgender Formel:



aufweist.

Fungizides Präparat auf der Grundlage der genannten

Verbindungen weist eine hohe Aktivität auf und übertrifft in seiner Aktivität die bekannten Präparate solche wie Triadimenol, Triadimefon und Tilt.

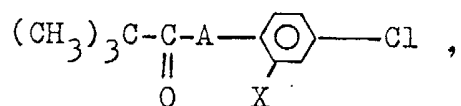
Dieses fungizide Präparat ist aktiver als das Triadimenol gegen Schimmelpilze und übertrifft das Triadimefon und Tilt in seiner Aktivität gegen Fleckenkrankheit von Gerste und Weizen.

Die angemeldeten neuen Verbindungen, substituierten Phenylalkylformamide stellen weiße kristalline Stoffe dar, die in Wasser unlöslich und in organischen Lösungsmitteln löslich sind.

Die beanspruchten Verbindungen gehören zu den niedertoxischen Verbindungen (LD_{50} über 1500 mg/kg).

Das Verfahren zur Herstellung der beanspruchten Verbindungen wird wie folgt realisiert.

Ausgangsketon allgemeiner Formel:



worin $A = -CH=CH-$, $-CH_2O-$; $X = H, Cl$ sind, wird mit Formamid vermischt, das in einer Menge genommen wird, die für eine vollständige Auflösung des Ketons bei Erwärmung bis auf eine Temperatur oberhalb von $100^\circ C$ ausreichend ist. Dann wird das homogene Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 120 bis $190^\circ C$ bis zur Beendigung der Reaktion stehengelassen.

Die Kontrolle des Umsetzungsgrades führt man unter Zuhilfenahme der Dünnschichtchromatografie, nach der Beendigung der Reaktion wird das Gemisch auf Raumtemperatur abgekühlt. Wenn das Endprodukt als Niederschlag aus der Lösung ausfällt, wird es durch Filterung ausgeschieden. Wenn nach

der Kühlung der Reaktionsmasse der Niederschlag nicht ausfällt, wird die Reaktionsmasse mit Wasser verdünnt. Fällt das Produkt in Form des Niederschlages, so wird es durch Filterung ausgeschieden, fällt es in Ölform, wird das Endprodukt durch Extraktion unter Zuhilfenahme eines geeigneten Lösungsmittels ausgeschieden.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen weisen fungizide Aktivität auf und stellen Wirkstoffe eines fungiziden Präparates dar.

Es wurden biologische Prüfungen der erfindungsgemäßen Verbindungen durchgeführt. Die Untersuchung der fungiziden Aktivität der angemeldeten Verbindungen an reinen Pilzkulturen zeigte, daß sie ihrer fungiziden Aktivität nach das bekannte Präparat, Triadimenol übertreffen.

Die durchgeführten Prüfungen zeigten, daß die angemeldeten Verbindungen die bekannten Präparate, insbesondere das Triadimenol, nach ihrem Wirkungsbereich übertreffen, sie sind, beispielsweise, aktiver gegen Schimmelpilze. Sie sind ebenfalls effektiver als das Triadimenol gegen Verschimmelung von Weizen-, Hirse- und Gerstensamen.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen übertreffen die bekannten Präparate, Triadimenol und Tilt, in ihrer Wirkung gegen Fleckenkrankheiten von Gerste und Weizen.

Ausführungsbeispiele

Zur besseren Erläuterung der vorliegenden Erfindung werden nachstehende Beispiele zur Herstellung von substituierten Phenylalkylformamiden und zur Prüfung ihrer Aktivität angeführt.

Beispiel 1

Ein Gemisch aus 1,96 g (0,075 Mol) 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-3,3-dimethylbutan-2-on und 15 ml Formamid erhitzt man unter Vermischen auf 125°C und läßt man bei dieser Temperatur innerhalb von 3 Stunden stehen. Nach der Kühlung wird das Gemisch in zwei Schichten geteilt. Die untere Schicht wird abgeschieden, in 20 ml Toluol aufgelöst und man setzt ihr 50 ml Wasser zu. Die organische Phase wird abgeschieden und mit einer Lösung aus 0,4 g NaOH in 20 ml Wasser in zwei Portionen zu je 10 ml gewaschen, dann nochmals vier Mal mit Wasser gewaschen. Die Schichten werden getrennt, das Toluol wird eingedampft. Das anfallende Öl bildet Kristalle. Die Umkristallisation erfolgt aus Hexan. Man erhält 1,2 g (55%) 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan vom Schmelzpunkt $F_p = 82^\circ\text{C}$.

Gefunden, % C 53,9, H 5,9, N 4,5

53,9 5,9 4,5

Brutto-Formel: $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{Cl}_2\text{NO}_2$

Berechnet, %: C 53,8; H 5,9; N 4,8.

IR (KBr): 3250 cm^{-1} (NH); 1655 cm^{-1} (C=O)

(CCl_4): 3440 cm^{-1} (NH).

^1H -NMR-Spektrum (δ° , ppm, CD_3CN): 1,00 (9H, Singulett, tert. C_4H_9), 3,91-4,33 (3H, Multiplett, $\text{CH}-\text{CH}_2$), 6,56 (1H, verbreitetes Singulett, NH), 6,95-7,49 (3H, Multiplett, C_6H_3), 8 18 (1H, Singulett, CHO).

Beispiel 2

Ähnlicherweise, wie in Beispiel 1 beschrieben, erhält man aus 1-(4-Chlorphenoxy)-3,3-dimethylbutan-2-on das (1-(4-Chlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan. Ausbeute beträgt 68,6%.

Gefunden, %: C 60,4, H 7,1, Cl 13,4, N 5,1

60,5 7,2 13,6 5,3

Brutto-Formel: $C_{13}H_{18}ClNO_2$

Berechnet, %: C 61,0, H 7,1, Cl 13,9, N 5,5

IR (cm^{-1} , KBr) : 3370 (NH) 1660 (C=O); (CCl_4): 3445 (NH)

ESR-Spektrum (δ , ppm, CD_3CN): 0,96 [9H, Singulett, $C(CH_3)_3$], 3,73-4,29 (3H, Multiplett, CH-CH₂), 6,60 (1H, verbreitetes Duplett, NH), 6,76-7,29 (4H, Multiplett, C_6H_4), 8,16 (1H, Duplett, CHO).

Beispiel 3

Ähnlicherweise, wie in Beispiel 1 beschrieben, erhält man aus 1-(2,4-Dichlorphenyl)-4,4-dimethylpent-1-en-3-on das 1-(2,4-Dichlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en. Die Ausbeute beträgt 48%, Schmelzpunkt = 125°C.

Gefunden, %: C 58,4, H 5,9, Cl 24,9, N 4,6

58,9 6,1 24,5 5,0

Bruttoformel: $C_{14}H_{17}Cl_2NO$

Berechnet, %: C 58,8, H 6,0, Cl 24,8, N 4,9.

IR (cm^{-1} , KBr): 3250 (NH); 1670 (C=O); 1540 (N-C=O);

H' -NMR-Spektrum (δ , ppm, Dimethylsulfoxid- d_6): 0,93

(9H, Singulett, tert. C_4H_9);

4,38; 6,35 und 6,70 (3H, ABX-System, $J_{AB} = 16$ Hz),

$J_{BX} = 6,8$ Hz, $J_{CHNH} = 9,7$ Hz, CH-CH=CH), 7,3-7,7 (3H, Multiplett, C_6H_4), 8,13 (1H, Singulett, CH = O), 8,15 (1H, Duplett, $J = 9,7$, NH).

Beispiel 4

Ähnlicherweise, wie in Beispiel 1 beschrieben, erhält man aus 1-(4-Chlorphenyl)-4,4-dimethylpent-1-en-3-on das 1-(4-Chlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en. Die Aus-

beute beträgt 43%, Schmelzpunkt $F_p = 108^\circ\text{C}$.

Gefunden, %: C 65,7; H 7,4? Cl 13,8; N 5,8

65,1 7,1 13,8 5,3

Brutto-Formel: $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{ClNO}$

Berechnet, %: C 66,8; H 7,2; Cl 14,0; N 5,6.

IR (cm^{-1} ; KBr): 3280 (NH), 1655 (C=O)

(CCl_4 -Auflösen): 3440 (NH)

H' -NMR-Spektrum (δ , ppm, CD_3CH): 0,93 (9H, Signulett, tert. C_4H_9); 4,40; 6,27 und 6,49

(3H, ABX-System, $J_{\text{BX}} = 6 \text{ Hz}$, $J_{\text{AB}} = 16 \text{ Hz}$, $J_{\text{CGNH}} = 10 \text{ Hz}$, CH-CH=CH), 6,89 (1H, verbreitetes Duplett, $J = 10 \text{ Hz}$, NH); 7,11-7,47 (4H, Multiplett, C_6H_4), 8,13 (1H, Singulett, CH=O).

Beispiel 5

Es wurde die Prüfung der fungiziden Aktivität an reinen Pilzkulturen der beanspruchten Verbindungen: 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan und 1-(2,4-Dichlorphenyl)3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en vorgenommen.

Die Prüfung der genannten Verbindungen führte man an einem Agar-Kartoffel-Nährboden. Die zu prüfenden Verbindungen löste man in einer geringen Azetonmenge auf und führte man in einen Schmelz-Agar in den Mengen ein, die die Endkonzentration der Verbindung im Agar von 0,003% gewährleisten. In 17 bis 20 Stunden führte man die Inokulation von Pilzmyzel auf eine Agar-Platte. Die Erfassung erfolgte am 3. Tag. Man maßte den Durchmesser einer Pilzkolonie und berechnete man den Prozentsatz der Unterdrückung des Myzelwachstums nach der Abbot-Formel:

$$K = \frac{A - B}{A} 100\%, \text{ worin}$$

- K - Prozentsatz der Unterdrückung des Myzelwachstums;
 A - Durchmesser der Pilzkolonien im Versuch ohne Präparat;
 B - Durchmesser der Pilzkolonien im Versuch mit Präparat.

Die Prüfungen wurden an 11 Test-Objekten geführt:
Fusarium nivale, *Fusarium graminearum*, *Helminthosporium sativum*, *Botrytis cinerea*, *Sclerotinia sclerotiorum*, *Verticillium dahliae*, *Septoria nodorum*, *Aspergillus niger*, *Fusarium oxysporum*, *Penicillium* sp., *Mucor* sp.

Die Prüfungen führte man im Vergleich zum bekannten Fungizid, Triadimenol.

Die Prüfergebnisse sind in der Tabelle 1 angeführt.

Tabelle 1

Prüfergebnisse der beanspruchten Verbindungen nach ihrer fungiziden Aktivität

Lfd. Verbindungen Nr.		% der Unterdrückung des Wachstums von Pilzmyzel		
		<i>Mucor</i> sp.	<i>Penicillium</i> sp.	<i>Fusarium</i> <i>nivale</i>
1	2	3	4	5
1	1-(2,4-Dichlorphenoxy)- 2-formamido-3,3-dime- thylbutan	89,3	89,0	95,9
2	1-(2,4-Dichlorphenyl)- 3-formamido-4,4-dime- thylpent-1-en	-	90,0	75,0
3	Triadimenol (Etalon)	53,0	0	71,0

Fortsetzung der Tabelle 1

Lfd. Nr.	% der Unterdrückung des Wachstums von Pilzmyzel							
	Fusari- um gra- minearum	Helmin- thosporium sativum	Botry- tis ci- nerea	Sclero- tinia sclero- rotio- rum	Verti- cilli- um dah- liae	Septo- ria nodo- rum	Asper- gillus niger	Fusa- rium oxy- sporum
1	6	7	8	9	10	11	12	13
1	80,4	100	100	100	95	100	68,3	63,8
2	90,0	100	100	100	-	100	-	90,0
3	66,0	100	100	100	75	100	48,0	50,0

Beispiel 6

Es wurde ein fungizides Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan als Saatgutbeizmittel gegen helminthosporiöse Wurzelfäule von Gerste im Papierrollen-Verfahren unter Laborbedingungen geprüft.

Das Gerstesaatgut der "Favorit"-Sorte mit einem Befallsgrad von 60 bis 70% wurde mit dem Präparat, berechnet je 1 g/kg, bezogen auf den Wirkstoff, im Halbtrockenverfahren gebeizt. Die Erfassung des Befallsgrades erfolgt an den 7-tägigen Keimpflanzen. Erfasst wurde die Keimfähigkeit des Saatgutes, ihr Befall mit Schimmelerregern mit helminthosporiösen Wurzelfäule und die Größe der Keimpflanzen.

Die Prüfergebnisse sind im Vergleich zu dem bekannten Fungizid, Triadimenol und zur Kontrolle (ohne Präparate) in der Tabelle 2 angeführt.

Tabelle 2

Lfd. Nr.	Verbindungen	Keim- fähig- keit, %	Befallsgrad, %		Größe der Keim- pflanzen, cm	
			Schimmel	Helmin- thosporiose	Stengel	Wurzel
1	1-(2,4-Dichlor- phenoxy)-2-forma- mido-3,3-dime- thylbutan	68	16	0	18	17
2	Triadimenol (Etalon)	86	20	0	15	16
3	Kontrolle	72	100	56	17	18

Beispiel 7

Es wurde die fungizide Aktivität der angemeldeten Verbindungen: 1-(2,4-Dichlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en und 1-(4-Chlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en gegen die Blattfleckenkrankheit von Weizen untersucht.

Die fungizide Aktivität der beanspruchten Substanzen untersuchte man unter Bedingungen eines Treibhauses mittels Besprühung von Pfaanzen mit anschließender Inokulation derselben mit Sporen von phytopathogenen Pilzen.

Die erfindungsgemäßen Substanzen verwendete man in Form von 0,1%igen wässerigen Suspensionen. Als Test-Objekte dienten die Blattfleckenkrankheiten von Weizen (Erreger waren *Septoria nodorum* und *Helminthosporium sativum*). Die Substanzen wurden im Vergleich zum bekannten Präparat, Triadimefon, geprüft. Die Prüfergebnisse sind in der Tabelle 3 angeführt.

Tabelle 3

Prüfergebnisse der fungiziden Aktivität der Substanz gegen
Blattfleckenkrankheit von Weizen

Lfd. Nr.	Verbindungen	Blattfleckenkrankheit von Weizen	
		Unterdrückung der Krankheit, %	
1	2	Septoriose 3	Helminthosporiose 4
1	1-(2,4-Dichlorphenyl)-3- formamido-4,4-dimethyl- pent-1-en	80	88
2	2-(4-Chlorphenyl)-3- formamido-4,4-dimethyl- pent-1-en	79	87
3	Triadimefon (Etalon)	52	62

Beispiel 8

Die Prüfung der fungiziden Aktivität gegen helminthosporiosen Blattfleckenkrankheit von Gerste, die durch die Erreger Drechlera sorokiniana und Pyrenophora teres hervorgerufen war erfolgte unter Feldbedingungen. Die Prüfungen führte man an Sommergerste durch. Die Größe von Feldparzellen beträgt 1 m². Viermalige Wiederholbarkeit. Man führte die Prüfung des fungiziden Präparates auf der Grundlage der angemeldeten Substanz, 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan oder 1-(2,4-Dichlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en, im Vergleich zum bekannten Präparat Tilt, und zur Kontrolle (ohne Präparat) durch. Die Pflanzen bearbeitete man mit den Präparaten in der Anfangsphase des Ährenschiebens. Die Erfassung des Befalls der Pflanzen erfolgte nach einer relativen Fünft-Punkten-Augenmaß-Skala von V.F. Peresypkin und N.A.Drapatyi. Die Einschätzung der Intensität

des Befalls erfolgte nach der Blattfläche, die von der Krankheit befallen war. Man bewertete den Befallsgrad des ersten und des zweiten Blattes von oben, dann berechnete man den Gesamtgrad des Befalls als arithmetisches Mittel aus den Kennziffern der Erfassungen. Man überprüfte alle 25 Pflanzen von jeder Feldparzelle. Die Entwicklung der Krankheit berechnete man nach folgender Formel:

$$P = \frac{\sum a \cdot b \cdot 100}{A \cdot K}, \text{ worin}$$

a - Anzahl der Pflanzen mit gleichen Merkmalen;

b - entsprechende Punkten-Zahl des Befalls;

A - Gesamtanzahl der durchgeprüften Pflanzen;

K - die höchste Punkten-Zahl der Erfassungsskala.

Die Untersuchung der Art-Zusammensetzung der Erreger der Gerstekrankheit erfolgte unter Zuhilfenahme von phytopathologischen Analysen der befallenen vegetierenden Pflanzen unter Verwendung eines agarisierten Nährbodens.

Die Erfassung der Ernte erfolgte durch das durchgehende Einernteten der Pflanzen von den Feldparzellen und durch den anschließenden Drusch mit einer Garbendreschmaschine. Der Ernteertrag an Getreide ist in einer Tabelle, umgerechnet auf den Standard-Feuchtigkeitsgehalt (14%), angeführt. Die Masse von 1000 Körnern ermittelte man nach der bekannten Methodik.

Die Prüfergebnisse sind in der Tabelle 4 angeführt.

Tabelle 4

Prüfergebnisse der Präparate gegen helminthosporiose
Blattfleckenkrankheit von Gerste

Lfd. Nr.	P r ä p a r a t	Verbrauchs- norm, kg/ha (nach dem Wirkstoff)
1	2	3
1	Erfindungsgemäßes fungizides Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan (in Form eines 15%igen benetzbaren Pulvers)	0,5
2	Erfindungsgemäßes fungizides Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenyl)-3-formamido-4,4-dimethylpent-1-en (in Form eines 25%igen benetzbaren Pulvers)	0,5
3	Tilt (Propiconazole in Form eines 25%igen emulgierbaren Konzentrats)	0,5
4	Kontrolle	-

Fortsetzung der Tabelle 4

Lfd. Nr.	Dynamik der Entwicklung der helmintho- sporiosen Fleckenkrankheit von Gerste					Masse von 1000 Körnern in g	Ernteeer- trag, dz/ha
	Beginn des Ähren- ährenschiebens	Beginn der ährenschieben	Blüte- zeit	Wachs- reife			
1	4	5	6	7	8	9	10
1	0,01-0,02	7,8	19,9	33,3	32,1	48,73	49,6
2	0,01-0,02	11,2	20,0	36,2	30,6	47,68	65,9
3	0,01-0,02	10,0	22,9	38,3	37,3	47,80	43,2

Beispiel 9

Das fungizide Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan wurde als Saat-

gutbeizmittel von Hirse gegen einen Komplex von Erregern des Schimmels und der Brandkrankheit unter Labor- und Feldbedingungen untersucht. Die vorher mit Sporen der Brandkrankheit infizierten Hirsensamen, berechnet 1 g/kg, bearbeitete man mit dem erfindungsgemäßen Präparat im Vergleich zum bekannten Präparat (Vitawaxs), berechnet 2 g/kg, dann wurden diese Samen in den Boden eingebracht. Die Größe der Feldparzellen betrug 1 m², viermalige Wiederholbarkeit. Beim Erscheinen von Keimpflanzen erfaßte man die Keimfähigkeit der Samen und bei der Reifung den Prozentsatz der mit der Brandkrankheit befallenen Pflanzchen. Unter den Laborbedingungen ermittelte man die Aktivität der Präparate gegen den Komplex der Schimmelerreger.

Die Prüfergebnisse sind in der Tabelle 5 angeführt.

Tabelle 5

Ergebnisse der Untersuchung der fungiziden Präparate als Saatgutbeizmittel von Hirsensamen gegen Brandkrankheit und Schimmel

Lfd. Nr.	P r ä p a r a t	Verbrauchs- norm g/kg (nach dem Wirkstoff)	Keim- fähig- keit, %	Verschim- melung von Sa- men, %	Befall von mit Brand- krank- heit, %
1	Erfindungsgemäßes fungizides Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan (in Form eines 15%igen benetzbaren Pulvers)	2,0	80,0	1,0	0
2	Vitawaxs (Carboxyn) in Form eines 75%igen benetzbaren Pulvers-	2,0	93,0	3,0	0
3	Kontrolle (ohne Präparat)	-	80,0	20,0	40,0

Beispiel 10

Das fungizide Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan wurde gegen einen Komplex von Erregern der Verschimmelung von Weizensamen geprüft.

Die Weizensamen der "Zarja"-Sorte wurden mit dem erfindungsgemäßen Präparat gebeizt, berechnet 2 g/kg (bezogen auf den Wirkstoff), und dann zu je 50 Stück im feuchten Filterpapier in die Petrischalen mit einem Durchmesser von 90 mm verteilt und in einen Thermostaten bei einer Temperatur von 24°C untergebracht. Die Erfassung der Verschimmelung und Keimbildung der Samen erfolgte am 4. bis 5. Tag, die Messung der Wurzel- und Stengellänge erfolgte am 7. bis 10. Tag. Die Prüfungen wurden im Vergleich zum bekannten Präparat (Triadimenol) und zur Kontrolle durchgeführt.

Die Prüfergebnisse sind in der Tabelle 6 angeführt.

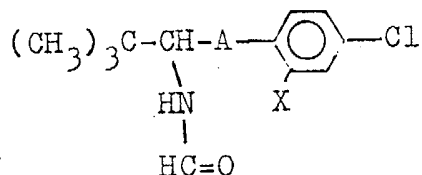
Tabelle 6

Prüfergebnisse der Präparate gegen Verschimmelung von Weizensamen

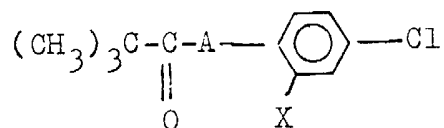
Lfd. Nr.	P r ä p a r a t	Verbrauchs-norm g/kg (nach dem Wirkstoff)	Keim-fähig-keit, %	Verschim-melung, %	Größe der Keimpflan-ze, cm	
					Wurzel	Sten-gel
1	2	3	4	5	6	7
1	Erfindungsgemäßes fungizides Präparat auf der Grundlage von 1-(2,4-Dichlorphenoxy)-2-formamido-3,3-dimethylbutan	2,0	85,0	2,0	9,6	12,8
2	Triadimenol	2,0	80,0	6,0	4,7	10,3
3	Kontrolle	2,0	84,0	20,0	11,9	14,0

PATENTANSPRUCH

Verfahren zur Herstellung von substituierten Phenylalkylformamiden allgemeiner Formel:

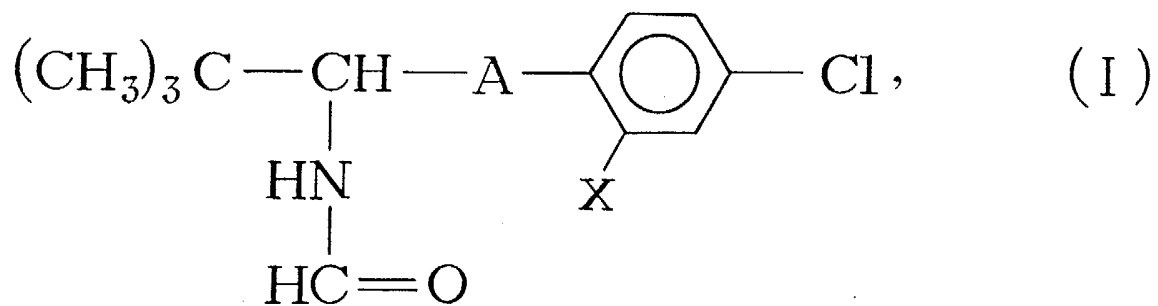


worin A für -CH=CH-, -CH₂O-; X für H, Cl steht, dadurch gekennzeichnet, daß man die Phenylalkylketone allgemeiner Formel:



worin A für -CH=CH-, -CH₂O-; X für H, Cl steht, mit Formamid bei einer Temperatur von 120 bis 190°C mit anschließender Ausscheidung des Endproduktes umsetzen läßt.

Hierzu 1 Seite Formeln



$\text{A} = -\text{CH}=\text{CH}-, -\text{CH}_2\text{O}-; \text{X} = \text{H}, \text{Cl}$

