

MIKROBICID ÉS HERBICID KÉSZÍTMÉNYEK, ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGKÉNT
HASZNÁLT PROPARGIL-SZÁRMAZÉKOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA
ROHM AND HAAS COMPANY, Philadelphia, Pennsylvania,

-55008-

Amerikai Egyesült Államok

Bejelentés napja: 1990. 06. 22.

Elsőbbségei: 1989. 06. 22. (370 373)

1990. 05. 29. (530 770)

KÖZZÉTETELI PÉLDÁNY

Amerikai Egyesült Államok

K I V O N A T

Az (I) általános képletű vegyületek - a képletben
Y és Z jelentése egymástól függetlenül oxigén-, kénatom vagy
>N-R,
X jelentése hidrogén-, bróm- vagy jódatom, és
A és R jelentése egymástól függetlenül 1-18 szénatomos egyenes
vagy elágazó szénláncu alkilcsoport; 3-8 szénatomos ciklo-
alkilcsoport; 3-6 szénatomos alkenilcsoport; 3-6 szénato-
mos alkinilcsoport, kivéve propargilcsoport; 7-12 szén-
atomos aralkilcsoport, 6-12 szénatomos arilcsoport, amely
adott esetben egy vagy több halogénatommal, 1-4 szénato-
mos alkil- vagy halogén-alkilcsoporttal, 1-4 szénatomos
alkoxi-, nitro-, ciano-, karboxil-, (1-4 szénatomos)alk-
oxi-karbonil-, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoporttal vagy
-S(O)_nR² csoporttal - ahol
R² jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport és
n értéke 1 vagy 2 - lehet szubsztituálva;
2- vagy 3-tienil-, 2- vagy 3-furil-, 2-, 3- vagy 4-piri-
dil-csoport, amelyek mindegyike halogénatommal vagy nitro-
csoporttal lehet szubsztituálva; vagy hidrogénatom,
azzal a megkötéssel, hogy R csak akkor jelenthet hidrogénatomot,

ha X jelentése jód- vagy brómatom -

antibakteriális, antifungális, algaellenes hatásuk és herbicid hatásuk következtében különféle készítmények hatóanyagaként használhatók.

Ree

-55008-450A

KÖZZETÉTELI PÉLDÁNY

Képviselő:

DANUBIA SZABADALMI ÉS VÉDJEGY IRODA KFT

Budapest

MIKROBICID ÉS HERBICID KÉSZÍTMÉNYEK, ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGKÉNT

HASZNÁLT PROPARGIL-SZÁRMAZÉKOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

ROHM AND HAAS COMPANY, Philadelphia, Pennsylvania,

Amerikai Egyesült Államok

Feltaláló:

HSU Chi-Tung Adam,

Lansdale, Pennsylvania,

Amerikai Egyesült Államok

Bejelentés napja: 1990. 06. 22.

Elsőbbségei: 1989. 06. 22. (370 373)

1990. 05. 29. (530 770)

Amerikai Egyesült Államok

A találmány hatóanyagként új propargil-származékokat tartalmazó, mikrobicid és herbicid hatású készítményekre, és a hatóanyag előállítására szolgáló eljárásra vonatkozik. A propargil-származék egy propargilcsoportot ($-\text{CH}_2-\text{C}\equiv\text{CH}$) tartalmazó vegyület, amelynek terminális hidrogénatomja halogénatommal lehet helyettesítve.

Bizonyos, jód-propargil-csoportot tartalmazó vegyületek mikrobicid hatása már ismert, de egyetlen ismert vegyületcsoportba tartozó vegyülettel sem értek el gyakorlati sikert (A "mikorbicid" kifejezés alatt többek között baktericid, fungicid és algicid hatást értünk, és a mikrobicid aktivitás mind a mikrobák - így baktérium, gombák és algák - elpusztítását, mind szaporodásuk gátlását jelenti.)

A 4 616 004 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi bejelentésben ismertetik az (A) általános képletű propargil-származékok fungicid hatását.

A 4 639 460 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi bejelentésből ismertek a (B) általános képletű vegyületek, mint fungicidek.

A 4 520 023 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi bejelentésben ismertetik a 3-(3-jód-propargil)-benzo-1,2,3-triazolin-4-onokat, és azok mikrobicid szerként való alkalmazását.

A 60/218379 számon nyilvánosságra hozott japán szabadalmi leírásban ismertetik a (C) általános képletű vegyületeket. 4-es helyzetben egy további szubsztituátlan propargilcsoport bevitele herbicid hatású vegyületet eredményez. Mindkét

vegyületcsoport előállítására 2-propinil-halogenidet reagáltatnak egy 1,2,4-triazolin-5-on-származékkal. Nem említik, hogy bármely hasonló vegyület aktivitással rendelkezne.

A technika állásában nem található utalás arra vonatkozóan, hogy a találmány szerinti hatóanyagok mikroorganizmusok szaporodásának szabályozására felhasználhatók.

A találmány tárgya tehát mikroorganizmusok szaporodásának gátlására használható készítmények, amelyek hatóanyagként egy (I) általános képletű vegyületet - a képletben

Y és Z jelentése egymástól függetlenül oxigénatom, kénatom vagy $>N-R$ általános képletű csoport,

X jelentése hidrogén-, jód- vagy brómatom, és

A és R jelentése egymástól függetlenül 1 - 18 szénatomos, egyenes vagy elágazó láncu alkilcsoport; 3 - 8 szénatomos cikloalkilcsoport; 3 - 6 szénatomos alkenilcsoport; 3 - 6 szénatomos alkinilcsoport, kivéve a propargilcsoportot; 7 - 12 szénatomos aralkilcsoport; 6 - 12 szénatomos arilcsoport, amely adott esetben egy vagy több halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy halogén-alkil-csoporttal, 1 - 4 szénatomos alkoxilcsoporttal, nitrocsoporttal, cianocsoporttal, karboxilcsoporttal, (1 - 4 szénatomos)alkoxi-karbonil-csoporttal, 1 - 4 szénatomos alkil-tio-csoporttal, $-S(O)_n R^2$ általános képletű csoporttal - ahol

R^2 jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport és

n értéke 1 vagy 2 - lehet helyettesítve;

2-tienil-, 3-tienil-, 2-furil-, 3-furil-, 2-piridil-, 3-piridil- vagy 4-piridil-csoport, amelyek mindegyike

adott esetben halogénatommal vagy nitrocsoporttal lehet helyettesítve; vagy hidrogénatom, azzal a megkötéssel, hogy

R csak akkor jelenthet hidrogénatomot, ha

X jelentése jód- vagy brómatom.

A találmány további tárgya eljárás az (V) általános képletű vegyületek - a képletben

A, Z és Y jelentése a fent megadott - előállítására, oly módon, hogy egy (VI) általános képletű vegyületet - a képletben

A, Z és Y jelentése a fent megadott -

egy (VII) általános képletű vegyülettel - a képletben

L jelentése távozó csoport, előnyösen brómatom - reagáltatunk, bázis, előnyösen kálium-karbonát jelenlétében; továbbá eljárás az (I) általános képletű vegyületek - a képletben

A, Y és Z jelentése a fent megadott és

X jelentése jód- vagy brómatom - előállítására, oly módon, hogy egy fenti (V) általános képletű vegyületet jódozó- vagy brómozószerrel, előnyösen N-jód-szukcinimiddel vagy N-bróm-szukcinimiddel reagáltatunk.

A fenti (I) általános képletű vegyületek mikrobicid vagy herbicid szerek hatóanyagaként használhatók. A baktériumok, gombák, algák vagy növények növekedését úgy akadályozzuk meg teljesen vagy részlegesen az azokra érzékeny, vagy azokkal benőtt helyeken, hogy a fertőzésnek kitett, vagy arra érzékeny helyre a fenti (I) általános képletű vegyületek hatásos mennyiségét felvisszük.

Az (I) általános képletű vegyületek só formájában is alkalmazhatók, így a találmány szerinti eljárás a fenti sók előállítására is vonatkozik.

Az (I) általános képletű vegyületek és sóik tehát mikrobicid és herbicid szerek hatóanyagaként használhatók. Azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében

X jelentése bróm- vagy jódatom (azaz a halogén-propargil-származékok -

mikrobicid és herbicid hatással rendelkeznek; míg azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében

X jelentése hidrogénatom, herbicid hatású szerek hatóanyagaként, valamint a halogén-propargil-származékok előállítására, köztiterméként használhatók.

Herbicid hatású vegyületként előnyösek azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében

Z jelentése >N-R általános képletű csoport, ahol

R jelentése rövidszénláncu alkilcsoport, például metil- vagy etilcsoport, és

A jelentése adott esetben szubsztituált fenilcsoport. Általában az 5-on-vegyületek ($Y = O$) is előnyösek.

Mikrobicid hatású vegyületként előnyösek a jó-d-propargil-vegyületek, azaz azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében

X jelentése jódatom. Az 5-on-származékok (azaz Y helyén oxigénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek) szintén előnyösek.

Az (I) általános képletű vegyületet, és egy mezőgazdaságilag elfogadható hordozóanyagot, egy kozmetikai szert, hűtő-,

kenő-folyadékot, szappant vagy szintetikus detergenst, filmképző anyagot vagy egyéb hasonló anyagot tartalmazó készítmények széleskörűen alkalmasak különféle mikroorganizmusok - közöttük baktérium, gombák, algák, vírusok és élesztők - elpusztítására vagy szaporodásuk gátlására, valamint növények növekedésének szabályozására. A mikrobicid készítmények előnyös alkalmazásai között említhetjük a faanyagok, festékek, ragasztók, enyvek, papírok, textiliák, bőr, műanyagok, kartonlemez, kenőanyagok, kozmetikumok, élelmiszerek, tömitések, takarmányok és ipari hűtővizek mikroorganizmusok elleni védelmét.

A készítmények stabilizátort is tartalmazhatnak a propargil-vegyületek stabilizálására.

A találmány szerinti készítmények az (I) általános képletű hatóanyagot 0,0001 - 99,9999 %, előnyösen 0,0005 - 95 % mennyiségben tartalmazhatják mikrobicid vagy herbicid hatás kifejtésére.

Az alábbiakban felsoroljuk a mikrobicid aktivitású találmány szerinti készítmények specifikus ipari alkalmazási területeit.

<u>Ipari terület</u>	<u>Alkalmazás</u>
ragasztók, tömitőszerek	ragasztók
	tömitőanyagok
	dugaszok
mezőgazdaság/élelmiszerlánc	adjuvánsok konzerválása
	mezőgazdasági hatóanyag
	mezőgazdasági kémiai konzerválószer
	mezőgazdasági készítmények konzerválása

	takarmány konzerválása
	tejgazdasági vegyszerek
	trágya konzerválása
	élelmiszerek konzerválása
	élelmiszerfeldolgozási vegyszerek
	gabona konzerválása
	aratás utáni termékek tartósítása
	cukorfeldolgozás
	dohány
építőanyagok	aszfalt/cement
	cement-módosítók
	építőanyagok
	tető-ragasztószer
	szintetikus stukkó
	fal-ragasztószer
	kötőcement
kozmetikumok és toalettszerek	kozmetikumok
	kozmetikai szerek, toalettszerek
	nyersanyagai
	piperecikkek
fertőtlenítők, antiszeptikumok	antiszeptikumok
	fertőtlenítőszer
emulziók, diszperziók	vizes diszperziók
	diszperz festékek
	latex
	fényképészeti emulziók
	pigment-szuszpenziók
	polimer latexek

háztartási készítmények	textília lágyítók
	fényezőszerek
	viaszok
	mosogatószer-detergensek
	nyersanyagok
	folyékony detergensek
	kézmosószappanok
különbféle ipari eljárások	galvanizálási festékek, fürdők, öblítők
	galvanizálási előkezelés, utóöblítés
	ipari folyadékok tartósítása
	pasztörizáló fürdők
	segédanyagok tartósítása
	levegőmosók
ipari vizek kezelése	hűtőtornyok
	hűtővíz
	vizhűtők
	hűtőtornyok fa bordáinak és szerkezeti elemeinek tartósítása/kezelése
	konzerv-melegítők
	sörfőzdei pasztörizálás
	zárt hűtővízkörös rendszerek
tisztítóipar	háztartási mosószerek
	tisztított termékek
	mosóvíz
	higiénikus tisztítás
bőrök, bőripari termékek	bőr és irha
	bőrből és irhából készült termékek

kenőanyagok, hidraulikus adalékanyagok	autó kenőanyagok és folyadékok szállítószalag kenőanyagok kenőzsírok hidraulikus folyadékok kenőolajok
orvosi készülékek	diagnosztikai enzimek diagnosztikai készletek orvosi eszközök
fémfeldolgozás és rokon iparágak	hűtő-, kenő-folyadékok fémtisztítás fémfeldolgozó folyadékok
szagtalanítók (hatóanyag)	légkondicionálók állat-almok macskaalom vegyi pipereszerek dezodorok légnedvesítő készülékek ipari szagtalanítók higiénikus készítmények WC-csészék
festékek és bevonatok	emulziók festékek
papír- és faipar, és termé- keik	papír és fapép abszorbens anyagok papír és fapép csomagolóanyagok papír papír-termékek papírfeldolgozás szappancsomagolás

	fapép termékek
papirgyár	papirgyári iszapok
	pépek és papir-szuszpenziók
olajfinomítás, üzemanyagok	repülő—üzemanyagok (repülőgép ü- zemanyag, léghajó gáz)
	nyersolajok
	égő-, diesel- és turbina-olajok
	szén-iszapok
	dieselolaj-adalékok
	üzemanyagok
	benzin
	fűtőolajok
	szénhidrogének
	petróleum
	cseppfolyósított földgáz
	petrolkémiai nyersanyagok
	petrolkémiai termékek, raktározás, szállítás és előállítás
	újrafelhasznált ásványolaj-termékek
	használt fűtőolajok
	turbinaolajok
fényképészeti vegyszerek és eljárások	fényképezési folyamatok - mosóvíz, öblítés
	fototechnikai eljárások
	filmelőhívó vegyszerek (előhívók, stabilizálók, stb.)
nyomdaipar	festékadagoló oldatok (nyomás)
	tinta-komponensek (pigmentek, gyan- ták, oldószerek, stb.)

	tinták
higiénia (aktiv)	higiéniás szerek
	tejgazdasági higiénias szerek
	fogászati higiénias szerek
	fermentációs higiénias szerek
	higiénias szerek ételek készítésére
	higiénias szerek élelmiszerek fel-
	dolgozására
	orvosi higiénias szerek
	segélynyújtási higiénias szerek
	állatorvosi higiénias szerek
szappanok, detergensek	tisztítószer
tisztítószer	detergensek
	háztartási tisztítószer
	ipari tisztítószer
	folyékony szappanok
	olaj- és zsírtávolítók
	poralaku szappanok
	tisztítószer nyersanyagai
	szappanok
	felületaktiv szerek
textiliák, textil-termékek	kötött anyagok
	zsákvászon
	kanavász
	kanavász-árak
	szőnyeg-hátlap
	szőnyegek
	ruházat

	szőrmék
	függönyök
	drapériák
	műszaki textiliák
	rostanyagok
	geotextiliák
	textiliákból készült termékek
	csomózott anyagok
	hálók
	nemszövött anyagok
	kötelek
	pokrócok
	textil-kiegészítők
	textil-termékek
	kárpitok,
	szövött áruk
	fonalak
textilfeldolgozás	festék-rögzítők
	festékek
	rost-csusztatóanyagok
	kézi módosítók
	textilfeldolgozó folyadékok
	ragasztóanyagok
gyógyszerek (aktív és konzerváló)	állategészségügy /állatgyógyászat
	vizgazdálkodás
	fogászat
	humán egészségügy
	gyógyszer/terápiás szer

viztisztítás

aktívszenes ágyak

ioncserélő gyanták

szűrők

membránok

fordított ozmotikus membránok

ultraszűrők

viztisztítás

viztisztító csövek, csőrendszerek

faipar

lazurok (fa-festékek)

faanyag

fából készült termékek

vegyes

alkoholok

vízet vagy gél-t tartalmazó ágyak

kerámiák

kontaktlencse-tartók, -áztatók

elektronikus áramkörök

elektronikai vegyszerek

élelmiszeripari enzimek

enzimek

ipari enzimek

gélpárnák

hajófenékfestékek

penészgombaölők

fa

műanyag

tisztítás

bányászat

természetes gumi-latex

olajmezőkön használt injektált vizek,
például fokozott visszanyerésű in-
jekciós folyadékok, furó-, törő-
és kiegészítő folyadékok
csövek
műanyagok
polimer-rendszerek
szintetikus és természetes polimerek
és gyanták
reagensek konzerválása
gumi
gumiból készült termékek
bőrtelenítő
szilárd védő- vagy disztó filmek
festékek
uszodák
hulladékfeldolgozás
vizágyak

Az (I) általános képletű vegyületek mennyisége az alkalmazástól függően változik. Az alkalmazott mennyiségek általában hasonlóak az adott célra használt más mikrobicidok mennyiségéhez.

Az (I) általános képletű hatóanyagok más mikrobicidokkal és herbicidekkel is kombinálhatók. A "mikrobicid" kifejezést itt "mikrobaellenes" értelemben használjuk.

Az (I) általános képletű vegyületeket többféle módon is előállíthatjuk. Az egyik célszerű eljárás szerint egy (VI) álta-

lános képletű vegyületet - a képletben

A, Y és Z jelentése a fent megadott -

egy (VII) általános képletű vegyülettel - a képletben

L jelentése távozó csoport -

reagáltatunk, bázis - például kálium-karbonát - jelenlétében.

A távozó csoport célszerűen halogénatomot, így bróm- vagy klóratomot, vagy szulfonilcsoportot, így p-toluolszulfonil- vagy p-nitro-fenil-szulfonil-csoportot jelenthet. A fenti eljárás terméke egy (V) általános képletű vegyület.

A fenti vegyületeket jódozó- vagy brómozószerrel reagáltathatjuk a megfelelő jód-propargil- vagy bróm-propargil-származékok előállítására.

Jódozó- és brómozószerként például jódot, brómot, jód-vegyületet, például morfolin-jód-komplexet, morfolin-bróm-komplexet, N-bróm-szukcinimidet (NBS), N-jód-szukcinimidet (NIS) használhatunk, az utóbbi a legelőnyösebb.

Abban az esetben, ha jódot, brómot vagy jód-amino-vegyületet használunk, bázist - előnyösen nátrium- vagy kálium-hidroxidot - is kell alkalmazni, és oldószerre - például metanolra, etanolra, vizes etanolra - is szükség van.

Abban az esetben, ha NIS-t vagy NBS-t használunk, katalizátort - például ezüst-nitrátot vagy hasonló vegyületet - is kell alkalmazni, oldószer - például acetone, metil-etil-ke-ton, tetrahidrofurán, vagy hasonló - jelenlétében.

A reakcióidő általában 20 perc és 24 óra között lehet, ha a reakcióhőmérséklet mintegy 0 °C és mintegy 25 °C között van.

A találmányt közelebbről az alábbi példákkal kívánjuk ismertetni. Az összes százalékok és részek tömeg%-ot és tömeg-

részt jelentenek, hacsak azt másként nem jelezzük.

Az (I) általános képletű vegyületek néhány képviselőjét az alábbiakban ismertetjük.

1. 2-(4-klór-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
2. 2-(2-metil-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
3. 2-(4-metil-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
4. 2-(3-metil-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
5. 2-(2-klór-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
6. 2-(3-klór-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
7. 2-(2-tienil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
8. 2-(n-propil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
9. 2-(4-nitro-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
10. 2-(3-nitro-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
11. 2-(2-nitro-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
12. 2-[4-(trifluor-metil)-fenil]-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
13. 2-(2-metoxi-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
14. 2-(4-metoxi-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
15. 2-(3-metoxi-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
16. 2-(4-bróm-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
17. 2-(2-fluor-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
18. 2-(2-furil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on
19. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-metil-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on

20. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
21. 1-(3-jód-propargil)-3-fenil-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
22. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-nitro-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
23. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-metoxi-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
24. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-tienil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
25. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-metil-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
26. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-metil-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
27. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-fluor-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
28. 1-(3-jód-propargil)-3-(1-naftil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
29. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-naftil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
30. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-bróm-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
31. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-fluor-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
32. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-fluor-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
33. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-piridil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on

34. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-metoxi-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
35. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-nitro-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
36. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
37. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-bróm-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
38. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-metoxi-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
39. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-etoxi-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
40. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-metil-fenil)-4-(n-butil)-1,2,4-triazolin-5-on
41. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-metil-fenil)-4-izopropil-1,2,4-triazolin-5-on
42. 1-(3-jód-propargil)-3-(n-propil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
43. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-fenil-1,2,4-triazolin-5-on
44. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on
45. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-(4-klór-fenil)-1,2,4-triazolin-5-on
46. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-(4-metil-fenil)-1,2,4-triazolin-5-on
47. 1-(3-jód-propargil)-3-metil-4-fenil-1,2,4-triazolin-5-on
48. 1-(3-jód-propargil)-3-metil-4-(4-klór-fenil)-1,2,4-triazolin-5-on

49. 1-(3-jód-propargil)-4-(4-klór-fenil)-1,2,4-triazolin-5-on
50. 1-(3-jód-propargil)-4-fenil-1,2,4-triazolin-5-on
51. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-bróm-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
52. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
53. 1-(3-jód-propargil)-3-(4-fluor-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
54. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-klór-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
55. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-bróm-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
56. 1-(3-jód-propargil)-3-(3-fluor-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
57. 1-(3-jód-propargil)-3-(2-fluor-fenil)-4-metil-1,2,4-triazolin-5-on
58. 1-(3-jód-propargil)-3-(terc-butyl)-4-fenil-1,2,4-triazolin-5-on
59. 2-fenil-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-tiadiazolin-5-on

Az 1. táblázatban ismertetjük a fenti, és további (I) általános képletű vegyületek fizikai állandóit. A táblázatban az 1 - 121. vegyületek (II), (III) vagy (IV) általános képletében X jelentése jódatom, a 122 - 148. vegyületek (II), (III) vagy (IV) általános képletében X jelentése hidrogénatom.

1. táblázat

Szám	Képlet A	R	Olvasáspont °C(°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
1.	II 4-Cl-fenil	-	151-152	
2.	II 2-CH ₃ -fenil	-	152-154	
3.	II 4-CH ₃ -fenil	-	174-175	
4.	II 3-CH ₃ -fenil	-	114-115	
5.	II 2-Cl-fenil	-	104-107	
6.	II 3-Cl-fenil	-	124-126	
7.	II 2-tienil	-	149-151	
8.	II n-propil	-	42- 46	4,60(2H,s,CH ₂), 2,55(2H,t,CH ₂), 1,74(2H,m,CH ₂). 1,02(3H,t,CH ₃)
9.	II 4-NO ₂ -fenil	-	176-178	
10.	II 3-NO ₂ -fenil	-	99,5-102	
11.	II 2-NO ₂ -fenil	-	116-120	
12.	II 4-CF ₃ -fenil	-	144-147	
13.	II 2-CH ₃ O-fenil	-	115-117	
14.	II 4-CH ₃ O-fenil	-	171-173	

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
15.	II 3-CH ₃ O-fenil	-	128 - 130	
16.	II 4-Br-fenil	-	159 - 162	
17.	II 2-F-fenil	-	139 - 142	
18.	II 2-furil	-	140 - 142	
19.	III 4-CH ₃ -fenil	etil	141 - 145	
20.	000 4-Cl-fenil	etil	115 - 120	
21	III fenil	etil	144 - 148	
22.	III 4-NO ₂ -fenil	etil	184 - 187	
23.	III 4-CH ₃ O-fenil	etil	olaj	7,20(4H,aromás H), 4,75(2H,s,CH ₂), 3,84(3H,s,CH ₃), 3,75(2H,q,CH ₂), 1,28(3H,t,CH ₃)
24.	III 2-tienil	etil	134 - 136	
25.	III 3-CH ₃ -fenil	etil	olaj	7,34(4H,m,aromás H), 4,78(2H,s,CH ₂), 3,80(2H,q,CH ₂), 2,40(3H,s,CH ₃), 1,25(3H,t,CH ₃)

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
26.	III 2-CH ₃ -fenil	etil	olaj	7,35(4H,m,aromás H), 4,80 (2H,s,CH ₂), 3,56(2H,q,CH ₂), 2,29(3H,s,CH ₃), 1,12(3H,t,CH ₃)
27.	III 2-F-fenil	etil	104 - 107	
28.	III 1-naftil	etil	148 - 152	
29.	III 2-naftil	etil	63 - 70	
30.	III 4-Br-fenil	etil	125 - 126	
31.	III 2-F-fenil	etil	121 - 124	
32.	III 4-F-fenil	etil	108 - 111	
33.	III 3-piridil	etil	129 - 131	
34.	III 2-CH ₃ O-fenil	etil	127 - 130	
35.	III 3-NO ₂ -fenil	etil	153 - 158	
36.	III 3-Cl-fenil	etil	-	7,60(4H,m,aromás H), 4,81(2H, s,CH ₂), 3,85(2H,q,CH ₂), 1,32 (3H,t,CH ₃)

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
37.	III 3-Br-fenil	etil	-	7,80-7,40(4H,m,aromás H), 4,80 (2H,t,CH ₂), 3,84(2H,q,CH ₂), 1,30(3H,t,CH ₃)
38.	III 3-CH ₃ O-fenil	etil	-	7,50-7,00(4H,m,aromásH), 4,80 (2H,s,CH ₂), 3,85(4H,m,CH ₃ és CH ₂), 1,30(3H,t,CH ₃)
39.	III 3-C ₂ H ₅ O-fenil	etil		7,50-7,00(4H,m,aromásH), 4,80 (2H,s,CH ₂), 4,10(2H,q,CH ₂), 3,84 (2H,q,CH ₂), 1,46(3H,t,CH ₃), 1,26 (3H,t,CH ₃)
40.	III 4-CH ₃ -fenil	n-butil	-	7,40(4H,q,aromás H), 4,78(2H,s, CH ₂), 3,80(2H,t,CH ₂), 2,44(3H,s, CH ₃), 1,62(2H,m,CH ₂), 1,30(2H, m,CH ₂), 0,85(3H,t,CH ₃)

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
41.	III	4-CH ₃ -fenil	izopropil	-
				7,38(4H,q,aromás H), 4,75(2H,s, CH ₂), 4,26(1H,m,CH), 2,45(3H,s, CH ₃), 1,55 (6H,d,2-CH ₃), 1,55 (6H,d,2-CH ₃)
42.	III	n-propil	etil	89 - 93
43.	III	4-Cl-fenil	fenil	193 - 195
44.	III	2-Cl-fenil	etil	86 - 89
45.	III	4-Cl-fenil	4-Cl-fenil	171 - 177
46.	III	4-Cl-fenil	4-CH ₃ -fenil	179 - 183
47.	III	metil	fenil	179 - 182
48.	III	metil	4-Cl-fenil	129 - 131
49.	III	hidrogén	4-Cl-fenil	147 - 149
50.	III	hidrogén	fenil	192 - 193
51.	III	4-Br-fenil	metil	145 - 150
52.	III	4-Cl-fenil	metil	148 - 152
53.	III	4-F-fenil	metil	122 - 125

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvasáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
54.	III 3-Cl-fenil	metil	78 - 82	
55.	III 3-Br-fenil	metil	89 - 94	
56	III 3-F-fenil	metil	124 - 129	
57.	III 2-F-fenil	metil	121 - 126	
58	III terc-butil	fenil	170 - 174	
59.	IV fenil	-	117 - 119	
60.	II 1-naftil	-	167 - 169	
61.	II metil	-	90 - 96	
62.	II n-C ₁₇ H ₃₅	-	41 - 46	
63.	II n-butil	-	olaj	4,60(2H,s,CH ₂), 2,60(2H,t,CH ₂), 1,70 (2H,m,CH ₂), 1,42(2H,m,CH ₂), 0,95(3H,t,CH ₃)
64.	II terc-butil	-	90 - 93	
65.	II 3-Br-fenil	-	127 - 129	
66.	II 4-F-fenil	-	127 - 129	
67.	II 3-F-fenil	-	127 - 129	

000000

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
68.	II	fenil	-	137 - 139
69.	II	2-C ₂ H ₅ O-fenil	-	138 - 142
70.	II	3-C ₂ H ₅ O-fenil	-	129 - 132
71.	II	2-Cl-4-NO ₂ -fenil	-	161 - 166
72.	II	bifenil	-	183 - 186
73.	II	3,5-(CH ₃ O) ₂ -fenil	-	161 - 165
74.	II	2,5-(CH ₃ O) ₂ -fenil	-	144 - 147
75.	II	3,4,5-(CH ₃ O) ₃ -fenil	-	135 - 137
76.	II	2,5-Cl ₂ -fenil	-	121 - 123
77.	II	n-heptil	-	olaj 4,62(2H,s,CH ₂), 2,58(2H,t,CH ₂), 1,70(2H,m,CH ₂), 1,32(12H,m,4CH ₂), 0,90(3H,t,CH ₃)
78.	III	terc-butil	3-F-fenil	151 - 160
79.	III	terc-butil	metil	olaj 4,72(2H,s,CH ₂), 3,42(3H,s,CH ₃), 1,40(9H,s,3CH ₃)
80.	III	terc-butil	etil	olaj 4,70(2H,s,CH ₂), 3,88(2H,q,CH ₂), 1,38 (12H,m,4CH ₃)

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
81.	III metil	etil	olaj	4,68(2H,s,CH ₂), 3,72(2H,q,CH ₂), 2,26(3H,s,CH ₃), 1,30(3H,t,CH ₃)
82.	III n-butil	etil	olaj	4,82(2H,s,CH ₂), 3,70(2H,q,CH ₂), 2,40(2H,t,CH ₂), 1,66(2H,m,CH ₂), 1,38(5H,m), 0,98(3H,t,CH ₃)
83.	III terc-butil	3-CH ₃ O-fenil	168 - 170	
84.	III n-propil	4-Cl-fenil	50 - 56	
85.	III n-propil	fenil	106 - 112	
86.	III terc-butil	4-Cl-fenil	168 - 171	
87.	III metil	4-CH ₃ -fenil	166 - 170	
88.	III metil	4-CH ₃ O-fenil	200 - 203	
89.	III n-propil	4-CH ₃ O-fenil	olaj	7,22(4H,q,aromás H), 4,76(2H,s, CH ₂), 3,85 (3H,s,CH ₃), 2,40(2H,t, CH ₂), 1,58(2H,m,CH ₂), 0,90(3H,t,CH ₃)
90.	III n-propil	3-CH ₃ O-fenil	109 - 112	

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet	A	R	Olvadáspont (°C)	olaj	NMR kémiai eltolódás (ppm)
91.	III	n-propil	2-CH ₃ O-fenil			7,55-7,02(4H,m,aromásH), 4,78(2H,s,CH ₂). 3,86(3H,s,CH ₃), 2,32(2H,q,CH ₂), 1,60(2H,m,CH ₂), 0,90(3H,t,CH ₃)
92.	III	metil	n-hexil		olaj	4,70(2H,s,CH ₂), 3,60(2H,t,CH ₂), 2,26(3H,s,CH ₃), 1,64(2H,m,CH ₂), 1,34(6H,m,3CH ₂), 0,91(3H,t,CH ₃)
93.	III	metil	benzil		170 - 172	
94.	III	metil	ciklohexil		103 - 106	
95.	III	hidrogén	3-Cl-fenil		112 - 115	
96.	III	hidrogén	3-CH ₃ -fenil		153 - 156	
97.	III	hidrogén	2-CH ₃ -fenil		132 - 134	
98.	III	hidrogén	2-Cl-fenil		139 - 140	
99.	III	hidrogén	4-CH ₃ -fenil		165 - 170	
100.	III	hidrogén	n-butil		66 - 70	



1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
101.	III hidrogén	etil	olaj	7,42(1H,s), 4,64(2H,s,CH ₂), 3,70 (2H,q,CH ₂), 1,34(3H,t,CH ₃)
102.	III hidrogén	4-F-fenil	124 - 127	
103	III hidrogén	4-CH ₃ O-fenil	117 - 120	
104.	III hidrogén	4-NO ₂ -fenil	165 - 166	
105.	III hidrogén	4-Br-fenil	175 - 177	
106.	III hidrogén	2,4-Cl ₂ -fenil	148 - 151	
107.	III hidrogén	3,4-Cl ₂ -fenil	160 - 161	
108.	III hidrogén	3,5-Cl ₂ -fenil	101 - 105	
109.	III hidrogén	3-F-fenil	172 - 175	
110.	III hidrogén	3-Br-fenil	105 - 110	
111.	III hidrogén	2-F-fenil	115 - 120	
112.	III hidrogén	ciklohexil	118 - 122	
113.	III hidrogén	benzil	119 - 124	
114.	III hidrogén	n-hexil	olaj	7,45(1H,s,olefinesH), 4,74(2H,s, CH ₂), 3,64(2H,t,CH ₂), 1,72(2H,m, CH ₂), 1,35(6H,m,3CH ₃), 0,90(3H,t,CH ₃)

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet	A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
115.	III	hidrogén	2,6-Cl ₂ -fenil	115 - 120	
116.	III	hidrogén	3,5-(CH ₃) ₂ -fenil	80 - 85	
117.	III	hidrogén	2,4-(CH ₃) ₂ -fenil	119 - 124	
118.	III	hidrogén	4-C ₂ H ₅ -fenil	129 - 132	
119.	III	hidrogén	3-C ₂ H ₅ -fenil	82 - 87	
120.	III	hidrogén	n-oktil	olaj	7,44(1H,s,olefinesH), 4,72(2H,s,CH ₂), 3,62(2H,t,CH ₂), 1,72(2H,m,CH ₂), 1,30 (10H,m,5CH ₂), 0,90(3H,t,CH ₃)
121.	III	hidrogén	n-dodecil	50 - 52	
122.	III	fenil	etil	olaj	
123.	III	4-CH ₃ -fenil	etil	98 - 100	
124.	III	2-Cl-fenil	etil	80 - 85	
125.	III	4-CH ₃ O-fenil	etil	olaj	
126.	III	4-NO ₂ -fenil	etil	150 - 154	
127.	III	2-tienil	etil	57 - 60	

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet	A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
128.	III	3-CH ₃ -fenil	etil	78 - 80	
129.	III	2-CH ₃ -fenil	etil	72 - 75	
130.	III	3-Cl-fenil	etil	82 - 85	
131.	III	3-F-fenil	etil	57 - 60	
132.	III	3-Br-fenil	etil	91 - 93	
133.	III	4-Br-fenil	etil	124 - 127	
134.	III	2-F-fenil	etil	97 - 100	
135.	III	4-F-fenil	etil	62 - 65	
136.	III	2-C ₂ H ₅ O-fenil	etil	108 - 112	
137.	III	3-CH ₃ O-fenil	etil	91 - 94	
138.	III	3-NO ₂ -fenil	etil	103 - 109	
139.	III	2-CH ₃ O-fenil	etil	100 - 105	
140.	III	3-C ₂ H ₅ O-fenil	etil	89 - 91	
141.	III	2,5-Cl ₂ -fenil	etil	93 - 99	
142.	III	4-Br-fenil	metil	85 - 90	
143.	III	4-Cl-fenil	metil	99 - 102	

1. táblázat (folytatás)

Szám	Képlet	A	R	Olvadáspont (°C)	NMR kémiai eltolódás (ppm)
144.	III	4-F-fenil	metil	82 - 85	
145.	III	3-Cl-fenil	metil	96 - 99	
146.	III	3-Br-fenil	metil	99 - 101	
147.	III	3-F-fenil	metil	78 - 80	
148.	III	2-F-fenil	metil	85 - 89	

1.példa

2-(4-Klór-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxa- zolin-5-on (1. vegyület) előállítása

Mágneses keverővel, nitrogénbevezetéssel, csepegte-tőtölcsérrel és a HCl-gáz megkötésére hig lugoldattal össze-kötött kivezetéssel ellátott lombikba 8,53 g (0,05 mól) 4-klór-benzhidrazidot helyezünk, és 100 ml metilén-kloridban szusz-pendáljuk. Cseppenként hozzáadunk 5,94 g (0,03 mól) triklór-metil-klór-formiátot. A beadagolás befejezése után a reakció-elegyet 2 órán keresztül visszafolyatós hűtő alatt forraljuk. Az elegyet szobahőmérsékletre hűtjük, 500 ml víz és 200 ml hexán elegyibe öntjük és 10 - 20 percen keresztül keverjük. A kivált csapadékot leszivatjuk és hexánnal mossuk. Az így kapott szilárd terméket szobahőmérsékleten, levegőn szárítjuk egy éjszákán keresztül 5,5 g (60 %) 2-(4-klór-fenil)-1,3,4-oxadiazolin-5-ont kapunk, szilárd formában, olvadáspontja 225 - 227 °C. NMR- és IR-spektruma megfelel a fenti szerkezetnek. A terméket további tisztítás nélkül használjuk fel a következő reakciólépésben.

2 g (0,01 mól) 2-(4-klór-fenil)-1,3,4-oxadiazolin-5-on 50 ml acetonnal készült szuszpenziójához 2 g (0,015 mól) kálium-karbonátot adunk, majd mágneses keverővel való keverés közben, nitrogénatmoszférában, 3 óra alatt hozzáadunk 1,6 g (0,0106 mól) propargil-bromidot, 80 %-os toluolos oldat formájában. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük. A szuszpenziót leszivatjuk és a szilárd anyagot acetonnal mossuk. A szűrletet kb. 10 ml-re koncentrálnak, és 200 ml vízbe öntjük.

A kivált csapadékot leszivatjuk, vízzel és hexánnal mossuk. Levegőn való szárítás után 0,85 g (36 %) 2-(4-klór-fenil)-4-propargil-1,3,4-oxadiazolin-5-ont kapunk, szilárd formában. Olvadáspontja: 125 - 127 °C. NMR- és IR-spektruma megfelel a kivánt szerkezetnek. A fenti vegyületet további tisztítás nélkül felhasználjuk a következő reakciólépésben.

0,6 g (0,00256 mól) 2-(4-klór-fenil)-4-propargil-1,3,4-oxadiazolin-5-on 20 ml acetonnal készült szuszpenziójához szobahőmérsékleten, mágneses keverővel való keverés mellett 0,6 g (0,00266 mól) N-jód-szukcinimidet, majd 0,040 g (0,00024 mól) ezüst-nitrátot adunk. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten 1 órán keresztül keverjük. A szuszpenziót szűrjük és a szilárd anyagot acetonnal mossuk. A szűrletet 300 ml vízbe öntjük. A kapott csapadékot leszivatjuk és levegőn szárítjuk.

0,8 g (92 %) 2-(4-klór-fenil)-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-oxadiazolin-5-ont kapunk, szilárd formában, olvadáspontja 151 - 152 °C. Proton-NMR-spektruma a fenti szerkezettel összhangban van.

2. példa

1-(3-Jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on (20. vegyület) előállítása

98,5 g (0,05 mól) 4-klór-benzhidrazid 100 ml tetrahidrofuránnal készült szuszpenziójához szobahőmérsékleten, mágneses keverővel való keverés közben, lassan 4,2 g (0,05 mól) etil-izocianátot adunk. A reakció enyhén exoterm, és a reakcióelegy sűrű pasztává alakul. Az elegyet 30 percen keresztül továbbkeverjük, majd a szilárd anyagot leszivatjuk és kevés tetrahidrofuránnal mossuk. 11,6 g (96,6 %) 1-(4-klór-benzoil)-4-

-etil-szemikarbazidot kapunk, fehér, szilárd anyag formájában, olvadáspontja 242 - 243 °C.

10 g (0,0414 mól) fenti szemikarbazidot 100 ml 1 n nátrium-hidroxid-oldatban oldunk, és keverés közben 16 órán keresztül visszafolyatós hűtő alatt forraljuk. Az oldatot kb. 10 °C-ra hűtjük jeges fürdő segítségével, majd tömény sósavoldattal pH 2 értékre savanyítjuk. A kapott fehér csapadékot leszívjuk és vízzel mossuk. 8,65 g (93,5 %) 3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-ont kapunk, fehér, szilárd anyag formájában, olvadáspontja 190 - 197 °C. Proton-NMR-spektruma a kívánt szerkezettel összhangban van.

2,23 g (0,01 mól) 3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on 40 ml vizmentes acetonnal készült oldatához szobahőmérsékleten 1,67 g (0,012 mól) kálium-karbonátot, majd 1,8 g (0,012 mól) propargil-bromid toluollal készült 80 %-os oldatát adjuk. A reakcióelegyet keverés közben 6 órán keresztül visszafolyatós hűtő alatt forraljuk. Az elegyet szobahőmérsékletre hűtjük, és az oldószert elpárologtatjuk. A maradékot hexán és dietil-éter elegyből átkristályosítjuk. 1,86 g (69,2 %) 1-propargil-3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-ont kapunk, fehér, szilárd anyag formájában, olvadáspontja 115 - 119 °C. Proton-NMR-spektruma a kívánt szerkezettel összhangban van.

1,0 g (3,82 mmól) 1-propargil-3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-on 20 ml vizmentes acetonnal készült oldatához szobahőmérsékleten, mágneses keverővel való keverés közben 0,95 g (4,2 mmól) N-jód-szukcinimidet, majd 50 mg (0,29 mmól) ezüst-nitrátot adunk. A reakcióelegyet 1 órán keresztül keverjük. A kapott szuszpenziót szűrjük és a szűrletet 250 ml vízbe

öntjük. A lassan kicsapódó sárgásfehér, szilárd anyagot leszivatjuk, és vízzel mossuk.

1,12 g (76 %) 1-(3-jód-propargil)-3-(4-klór-fenil)-4-etil-1,2,4-triazolin-5-ont kapunk, halványsárga, szilárd anyag formájában, olvadáspontja 115 - 120 °C. Proton-NMR-spektruma összhangban van a fenti szerkezettel.

3. példa

2-Fenil-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-tiadiazolin-5-on (59. vegyület) előállítása

A. Tiobenzhidrazid előállítása

12,25 g (57,6 mmól) S-(tiobenzoil)-tioglikolsav 60 ml 1 n nátrium-hidroxiddal (60 mmól) készült, hideg oldatát mintegy 5 °C-on, mágneses keverővel való keverés közben, lassan hozzáadjuk 6 g (123,8 mmól) hidrazin-monohidrát 5 ml vízzel készült oldatához. A beadagolás befejezése után a kapott sárga szuszpenziót szobahőmérsékleten 1 órán keresztül keverjük. Az elegyet 5 °C-ra hűtjük, és tömény sósavoldattal pH 6 értékre savanyítjuk. A sárga, szilárd anyagot leszivatjuk és vízzel mossuk, majd levegőn szárítjuk. 3,70 g cím szerinti vegyületet kapunk, olvadáspontja 66 - 68 °C.

B. 2-Fenil-1,3,4-tiadiazolin-5-on előállítása

3,7 g (24,34 mmól) tiobenzhidrazid 50 ml metilén-kloriddal készült oldatát mágneses keverővel és nitrogénbevezetővel, valamint hig nátrium-hidroxid-oldatot tartalmazó csapdával összekötött csatlakozóval felszerelt lombikba helyezzük, és az oldathoz 4 g (20,2 mmól) triklór-metil-klór-formiátot adunk. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten 1 órán keresztül keverjük. Az elegyet 100 ml metilén-kloriddal hígítjuk és három-

szor 50 ml vízzel és sóoldattal mossuk. A szerves fázist vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk. A szárítóanyagot leszűrjük és a szűrletet szárazra pároljuk. A maradékot hexánnal eldörzsöljük, a szilárd anyagot leszivatjuk. 3,7 g cím szerinti vegyületet kapunk, por formában, olvadáspontja 140 - 143 °C.

C. 2-Fenil-4-propargil-1,3,4-tiadiazolin-5-on előállítása

3 g (16,85 mmól) 2-fenil-1,3,4-tiadiazolin-5-on 30 ml vízmentes acetonnal készült oldatához nitrogénatmoszférában, mágneses keverővel való keverés közben, szobahőmérsékleten 3 g (22 mmól) kálium-karbonátot, majd 3 g (20 mmól) propargil-bromidot adunk, 80 %-os toluolos oldat formájában. Az elegyet 1 órán keresztül visszafolyatós hűtő alatt forraljuk. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük, és a szilárd anyagot leszivatjuk. A szűrletet 200 ml dietil-éterrel hígítjuk és kétszer 50 ml vízzel és sóoldattal mossuk. A szerves fázist vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk. A szárítóanyagot leszűrjük és a szűrletet kb. 5 ml-re koncentrálnak. Hexánnal kicsapjuk a terméket. A csapadékot leszivatjuk és kevés hexánnal mossuk. 2 g cím szerinti vegyületet kapunk, por formában, olvadáspontja 73 - 75 °C.

D. 2-Fenil-4-(3-jód-propargil)-1,3,4-tiadiazolin-5-on előállítása

1,6 g (7,4 mmól) 2-fenil-4-propargil-1,3,4-tiadiazolin-5-on 25 ml vízmentes acetonnal készült oldatához nitrogénatmoszférában, mágneses keverővel való keverés közben 0,1 g (0,58 mmól) ezüst-nitrát-katalizátort adunk, majd 1,85 g (8.15 mmól) N-jód-szukcinimidet adunk az elegyhez. A reakció-

elegyet szobahőmérsékleten 20 órán keresztül keverjük. A szilárd anyagot Celite-szűrőn leszivatjuk. A szűrletet 200 ml vízzel higitjuk és kétszer 100 ml etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázist kétszer 50 ml vízzel, sóoldattal mossuk és vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk. A szárítóanyagot leszűrjük és a szűrletet szárazra pároljuk. A maradékot hexánnal eldörzsöljük és a terméket leszivatjuk. 1,75 g cím szerinti vegyületet kapunk, félig kristályos anyag formájában, olvadáspontja 117 - 119 °C. Proton-NMR-spektruma megfelel a kívánt szerkezetnek.

4. példa

Mikrobicid hatás vizsgálata

Az alábbi vizsgálatokat olyan (I) általános képletű vegyületekkel végeztük, amelyek képletében X jelentése jódatom.

A minimális gátló koncentráció értékeket (MIC) folyékony tápközegben határozzuk meg, kétszeres sorozathigitási eljárással, az alábbiak szerint.

A vizsgálandó vegyületet 1 % koncentrációban aceton, metanol és víz 5 : 3 : 2 arányu elegyében oldjuk vagy diszpergáljuk. Az így kapott törzsoldatot tápközeget tartalmazó kémcsövekbe mérjük, így a vizsgálandó anyag kiindulási koncentrációja 500, 250 vagy 125 ppm lesz.

A vizsgálat megkezdésekor a higitási sorozat minden kémcsöve azonos térfogatu, vizsgálandó anyagtól mentes tápközeget tartalmaz, kivéve az első kémcsövet. Az első kémcsőben a vizsgálandó vegyület kiindulási koncentrációban található kétszeres térfogatu tápközegben. Az első kémcső tartalmának felét a második kémcsőbe visszük át. Keverés után a kapott oldat felét a második kémcsőből a harmadik kémcsőbe visszük át, a fenti

műveletet addig ismételjük, amíg a következő koncentráció-sorozatokot kapjuk:

500, 250, 125, 63, 31, 16, 8 és 4 ppm; vagy

250, 125, 63, 32, 8, 4, 2, 1, 0,5 0,25 és 0,12 ppm; vagy

100, 50, 25, 12,5, 6,2, 3,1, 1,6, és 0,8 ppm.

Az egyes kémcsöveket ezután a megfelelő teszt-organizmus sejtszuszenziójával beoltjuk. A baktériumokat folyékony tápközegben, a gombákat ferde agaron és az algákat hűtőtorony-közegben előtenyésztjük megfelelő időn keresztül, megfelelő hőmérsékleten. A tenyésztési periódus végén a tápközegeket felkeverve a sejteket diszpergáljuk. Gombák esetén a spórákat összegyűjtjük össze, hogy az agar felületére vizet pipettázunk, és a spórákat steril kaccsal elszakítjuk a felülettől. A sejt- vagy spóra-szuszenziókat a tenyésztési idő, hőmérséklet és a higítóanyag térfogatának szabályozásával standardizáljuk. Az így kapott szuszenziókat használjuk a kémcsövekben lévő, vizsgálandó vegyületet tartalmazó tápközegek beoltására. A kémcsöveket ezután megfelelő hőmérsékleten inkubáljuk. Az inkubálás befejeztével megvizsgáljuk, hogy az egyes kémcsövekben szaporodott-e a mikroba, vagy nem. A minimális gátló koncentráció a vizsgálandó vegyület azon legkisebb koncentrációját jelenti, amelynek jelenlétében a vizsgált mikroorganizmus szaporodása teljesen gátlott.

A mikrobicid aktivitást az alábbi organizmusokon vizsgáljuk.

Baktériumok:

Pseudomonas fluorescens (Psfl) Gram-negatív

Pseudomonas aeruginosa (Psae) Gram-negatív

Escherichia coli (Ecol) Gram-negatív

Staphylococcus aureus (Saur) Gram-pozitív

Gombák:

Aspergillus niger (Anig)

Aureobasidium pullulans (Apul)

Algák:

Chlorella pyroïdenosa (Chpy) (zöld alga)

A vizsgálatok eredményeit a 2. táblázat tartalmazza.

2. táblázat: (I) általános képletű vegyületek minimális gátló koncentrációja

Szám	MIC (ppm)						
	Psfl	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
1.	>100	>100	>100	>100	<0,8	<0,8	-
2.	>100	>100	>100	>100	<0,8	<0,8	-
3.	100	>100	>100	>100	>100	<0,8	-
4.	100	>100	>100	>100	2	<0,8	-
5.	>100	>100	>100	50	<0,8	<0,8	-
6.	>100	>100	>100	13	<0,8	<0,8	-
7.	50	50	25	13	<0,8	<0,8	-
8.	50	100	25	25	<0,8	<0,8	-
9.	>100	>100	>100	>100	<0,8	<0,8	-
10.	13	13	13	6	<0,8	<0,8	-
11.	50	100	>100	50	<0,8	<0,8	-
12.	>100	>100	>100	>100	<0,8	<0,8	-
13.	>500	>500	>500	>500	250	8	-
14.	>500	>500	>500	>500	500	32	-
15.	>500	125	>500	>500	63	<4	-

2. táblázat (folytatás)

Szám	MIC (ppm)						
	Psfl	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
16.	>500	125	125	>500	125	<4	-
17.	>500	>500	>500	>500	8	<4	-
18.	>500	>500	>500	>500	<4	<4	-
19.	100	25	50	25	<0,8	<0,8	-
20.	100	25	50	13	<0,8	<0,8	-
21.	>100	100	50	25	<0,8	1,6	-
22..	>100	>100	>100	50	6,3	3	-
23.	>100	>100	>100	50	13	3	-
24.	>100	>100	>100	100	6	3	-
25.	>100	>100	50	25	<0,8	<0,8	-
26.	>100	>100	50	1,6	<0,8	1,6	-
27.	50	100	>100	100	100	2	-
28.	>100	>100	>100	50	25	<0,8	-
29.	100	>100	>100	25	6,3	<0,8	-
30.	>100	>100	50	13	<0,8	<0,8	-
31.	>100	50	50	25	1,6	<0,8	-
32.	100	50	50	25	<0,8	<0,8	-
33.	>100	50	25	25	13	25	
34.	>100	>100	>100	50	13	13	
35.	>100	>100	>100	50	25	6	-
36.	100	>100	>100	>100	<0,8	3	-
37.	100	100	>100	100	<0,8	3	-
38.	>100	100	>100	>100	2	6,3	

2. táblázat (folytatás)

Szám	MIC (ppm)						
	Psf1	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
39.	>100	>100	>100	>100	2	6,3	-
40.	>100	>100	>100	>100	50	25	-
41.	>100	>100	>100	>100	6,3	6,3	-
42.	>100	>100	>100	50	13	6	-
43.	100	50	>100	>100	6	<0,8	-
44.	>100	>100	>100	25	13	6	-
45.	>100	>100	>100	>100	>100	>100	-
46.	>100	>100	>100	>100	>100	>100	-
47.	63	63	63	125	16	8	-
48.	16	250	250	32	16	<4	-
49.	32	32	63	125	8	<4	-
50.	>500	>500	>500	>500	63	<4	-
51.	63	250	63	63	32	<4	-
52.	63	250	32	125	32	<4	-
53.	16	63	32	32	<4	<4	-
54.	16	125	32	32	8	<4	-
55.	16	125	32	32	8	<4	-
56.	16	125	16	32	<4	<4	-
57.	32	125	32	63	8	<4	-
58.	16	125	63	125	32	16	-
59.	250	>250	>250	250	<4	4	-
61.	250	125	32	32	<4	<4	-
62.	250	250	250	250	<4	<4	-
63.	250	250	250	500	<4	<4	-

2. táblázat (folytatás)

Szám	MIC (ppm)						
	Psf1	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
64.	250	250	250	500	<4	<4	-
65.	250	250	250	500	<4	<4	-
66.	8	63	32	250	<4	<4	-
67.	8	32	16	<4	<4	<4	-
68.	63	125	>500	125	<4	16	-
69.	>250	>250	>250	>250	4	>250	-
70.	63	63	>500	125	<4	-	-
71.	125	63	>500	250	8	-	-
72.	>500	>500	>500	>500	>500	>500	-
73.	>250	>250	>250	>250	>250	>250	-
74.	>250	>250	>250	>250	250	>250	-
75.	>250	>250	>250	>250	>250	8	-
76.	>250	>250	>250	>250	2	8	-
77.	-	63	250	8	<0,12	16	-
78.							
79.							
80.	32	250	250	32	4	-	-
81.	32	250	250	63	16	-	-
82.	32	125	250	32	2	-	-
83.	125	250	>250	250	32	-	-
84.	63	250	250	63	16	8	-
85.	125	>250	>250	63	16	8	0,25
86.	>250	>250	>250	>250	32	32	-
87.	-	>250	>250	>250	8	-	4

2. táblázat (folytatás)

Szám	MIC (ppm)						
	Psfl	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
88.	-	>250	>250	>250	63	-	<0,12
89.	-	>250	>250	250	16	8	<0,12
90.	-	>250	>250	250	32	16	<0,12
91.	-	>250	>250	>250	>250	>250	-
92.	-	250	>250	125	4	4	-
93.	-	125	>250	63	8	8	-
94.	-	>250	>250	250	16	8	-
95.	32	250	>250	63	<0,12	-	-
96.	125	>250	>250	>250	<0,12	-	-
97.	63	>250	>250	125	4	4	-
98.	63	>250	>250	125	4	4	-
99.	>250	>250	>250	>250	8	4	-
100.	63	125	125	125	1	2	-
101.	63	250	>250	63	16	8	-
102.	63	>250	250	63	0,25	2	-
103.	125	>250	>250	63	1	4	-
104.	63	125	125	63	<0,12	<0,12	-
105.	125	250	>250	>250	<0,12	<0,12	-
106.	125	>250	>250	>250	>250	>250	-
107.	-	125	>250	250	2	16	<0,12
108.	250	>250	>250	250	2	4	8
109.	>250	>250	>250	>250	32	16	8
110.	-	>250	>250	125	2	1	4
111.	-	>250	>250	>250	2	1	>250
112.	-	>250	>250	>250	2	2	0,25

2. táblázat (folytatás)

Szám	MIC (ppm)						
	Psf1	Psae	Ecol	Saur	Anig	Apul	Chpy
113.	-	>250	>250	>250	0,25	0,25	8
114.	-	>250	>250	>250	-	-	8
115.	-	250	>250	250	32	16	-
116.	-	>250	>250	250	16	8	-
117.	-	>250	>250	>250	32	8	-
118.	-	63	250	250	16	8	-
119.	-	125	>250	250	32	8	-
120	-	63	>250	4	<0,12	<0,12	125
121.	-	>250	>250	>250	>250	>250	<0,12

5. példaNövényi fungicid hatás vizsgálata in vitro

A vizsgálatokat az alábbi organizmusokkal végezzük:

PYU	Pythium ultimum (Oomyceta)
PHY	Phytophthora capsici (Oomyceta)
PIR	Piricularia oryzae (Ascomyceta)
HEL	Cochliobolus sativus (Ascomyceta)
BOC	Bortyitis cinerea (Ascomyceta)
FUS	Fusarium roseum (Ascomyceta)
RHI	Rhizoctonia solani (Basidiomyceta)
XAN	Xanthomonas campestris (baktérium)

Módszerek

1. Tenyészetek fenntartása

Az 1. és 2. átoltást lamináris steril levegőáramlás biztosítása mellett végezzük. A 8 gomba- és 1 baktériumtörzset minden héten burgonya-dextróz-agar tápközegre oltjuk le (2 lemez/törzs), és azon tartjuk fenn. Az egyes mikroorganizmusok különböző koru tenyészeit használjuk a vizsgálatokban, az alábbiak szerint:

1 hetes tenyészetek: PYU, OHY, RHI;

2 hetes tenyészetek: XAN, PIR, BOC, HEL, FUS, SEP, COL, MON,
CER, UST, ALT;

3 hetes tenyészetek: PSH, VEN.

A *Phytium ultimum* és *Phytophthora capsici* törzset aszparagin-szacharóz folyékony rázott tenyészetbe visszük át (ASB). A *Rhizoctonia solani*, *Fusarium roseum* és *Xanthomonas campestris* törzset élesztőkivonat-dextróz folyékony tápközegben (YDB) tartjuk fenn, rázott tenyészetben. A tenyésztő lombikokba egyenként 6 kacsnyi micéliumot oltunk, kivéve a *Phytium* törzset, amelyből csak 3 kacsnyit oltunk le, a micéliumokat a burgonya-dextróz agarról (PDA) vesszük le. A rázott folyékony tenyészeteket 2 napos tenyésztés után használjuk fel.

2. Inokulum készítése

A PIR, BOC, HEL, SEP, COL, MON, CER, PSH, UST és ALT konidiumait és micéliumait óvatosan lekaparjuk az YDB táptalajba, hogy az inokulumban főleg micéliumok legyenek. A konidium-szuszpenziót kettős gézrétegen átszűrve eltávolítjuk a micéliu-rögöket. Egy lemezről kapott konidium vagy micélium 100 ml YDB leoltására elegendő.

A XAN folyékony tenyészetét YDB-be öntjük (1 ml tenyészet/100 ml YDB).

A PYU, PHY, RHI és FUS tenyészeteket felapritjuk (a homogenizátort 2-3-5 másodpercig üzemeltetjük), és a Pythium és Phytophthora kivételével kettős gézrétegen átszűrve eltávolítjuk a micélim-csomókat.

Az *R. solani* és *F. roseum* folyékony tenyészeteiből 10 ml-eket adunk 90 ml YSB-hez, és 10 ml *P. capsici* tenyészetet adunk 90 ml ASB-hez. A *P. ultimum* tenyészetből 2 ml-t adunk 98 ml ASB-hez. Ügyelni kell arra, hogy ne használjunk túl nagy inokulumot (azaz az oldatoknak szemmel láthatóan tisztának kell maradniuk, de fény felé fordítva enyhén opálos lehet az oldat), különben a standardok nem mutatják a várt hatást. Az inokulum-elegyeket 12 hegyű pipettával mikrotitráló lemezbe helyezzük. A mikrotitráló lemez minden egyes lyukába 175 μ l (egyszeri dózis) vagy 100 μ l (dózis-hatás vizsgálat) inokulum-táptalajt mérünk. Az inokulált tápközeget tartalmazó lemezeket egy éjszákára hűtőszekrénybe helyezzük. Az egyes kezelésekhez két párhuzamost használunk.

3. Vizsgálendő vegyületek hozzáadása

A műveletet vegyifülkében végezzük. Hat mikrotitráló lemez lyukaiba először 245 μ l steril vizet mérünk. 10 mg hatóanyagot 1 ml 1:1 térfogatarányu aceton:metanol elegyben oldunk. A kapott oldatból 5 μ l-t pipettázunk a steril vizet tartalmazó lyukba, meghatározott séma szerint. Lemezenként 45 vizsgálendő vegyület és 3 közbeiktatott kontrol van. Minden egyes vizsgálatot két párhuzamossal végzünk. 25 μ l oldatot viszünk az inokulumot tartalmazó mikrotitráló lemezre, 96 lyukas repli-

káló segítségével. A replikálót alkohollal, lángban sterilizáljuk, steril vízzel lemossuk, és steril papírtörölközőn megtöröljük minden egyes átvitel közben.

Az eredményeket a 3. táblázatban ismertetjük.

3. táblázat: Növényi gombaölő hatás in vitro

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)								
		PYU	XAN	PIR	PHY	BOC	HEL	RHI	FUS	SEP
1.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
2.	25	95	0	75	95	0	75	100	100	95
3.	25	100	0	75	75	0	90	95	100	95
4.	25	100	0	95	95	0	100	90	100	100
5.	25	100	0	100	100	50	95	100	100	100
6.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
7.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
8.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
9.	25	0	0	0	0	0	75	90	100	0
10.	25	50	0	0	100	0	90	0	100	100
11.	25	100	0	100	95	90	95	100	100	100
12.	25	95	0	95	90	50	100	90	100	100
13.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
14.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
15.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
16.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
17.	25	95	0	100	100	0	100	95	100	100
18.	25	-	0	100	100	75	100	100	100	100
19.	25	100	0	100	100	0	95	100	100	100

3. táblázat (folytatás)

Vegyü- let száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)								
		PYU	XAN	PIR	PHY	BOC	HEL	RHI	FUS	SEP
20.	25	100	0	100	100	0	95	100	100	100
21.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
22.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
23.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
24.	25	100	0	100	100	95	100	100	100	100
25.	25	100	0	100	100	0	100	75	100	100
26.	25	100	0	100	100	75	100	100	100	100
27.	25	100	0	95	100	0	75	95	90	50
28.	25	95	0	100	100	0	95	100	95	100
29.	25	100	0	100	100	0	100	100	95	75
30.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
31.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
32.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
33.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
34.	25	50	0	100	50	0	0	50	0	75
35.	25	0	0	0	0	0	0	0	0	0
36.	25	50	0	100	100	0	100	100	90	100
37.	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-
38.	25	90	0	100	95	0	100	100	100	-
39.	25	100	0	100	100	0	100	100	100	100
40.	25	50	0	100	50	0	0	0	50	75
41.	25	0	0	0	0	0	0	0	0	0
42.	25	50	0	100	100	0	100	100	90	100

3. táblázat (folytatás)

Vegyü- let száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)								
		PYU	XAN	PIR	PHY	BOC	HEL	RHI	FUS	SEP
43.	25	90	0	100	95	0	100	100	100	-
44.	25	90	0	100	95	0	100	100	100	-
45.	25	0	0	90	0	0	0	0	50	0
46.	25	0	0	100	0	0	50	50	100	0
47.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
48.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
49.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
50.	25	100	0	95	100	100	95	95	95	95
51.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
52.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
53.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
54.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
55.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
56.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
57.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
58.	25	100	0	100	100	90	100	100	100	100
59.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
60.	25	0	0	100	0	0	50	0	0	0
61.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
62.	25	0	0	0	0	0	0	0	0	0
63.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
64.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
65.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100

3. táblázat (folytatás)

Vegyü- let száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)								
		PYU	XAN	PIR	PHY	BOC	HEL	RHI	FUS	SEP
66.	25	100	0	95	100	100	100	100	100	100
67.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
68.	25	100	0	100	100	90	100	100	100	100
69.	25	100	0	100	95	50	95	50	0	95
70.	25	100	0	100	100	75	100	100	100	100
71.	25	100	0	100	100	90	100	100	100	100
72.	25	100	0	100	100	0	50	75	0	95
73.	25	0	0	0	50	0	50	0	0	0
74.	25	100	0	100	100	0	75	100	0	0
75.	25	90	0	75	90	0	0	100	0	0
76.	12	0	0	100	100	0	0	50	0	50
77.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
78.	25	100	0	100	100	0	75	100	100	100
79.	25	100	0	100	100	75	100	100	100	50
80.	25	100	0	100	100	50	100	100	100	50
8.	25	100	0	100	100	0	100	100	0	0
82.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
83.	25	100	0	100	100	0	75	100	100	50
84.	25	100	0	100	100	50	100	100	100	100
85.	25	100	0	100	100	50	100	100	100	100
86.	25	100	0	100	100	100	75	100	100	100
87.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
88.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
95.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100

3. táblázat (folytatás)

Vegyü- let száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)								
		PYU	XAN	PIR	PHY	BOC	HEL	RHI	FUS	SEP
96.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
97.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
98.	25	-	-	-	100	-	-	100	100	-
99.	25	-	-	-	100	-	-	100	100	-
100.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
101.	25	100	0	100	100	90	100	100	100	100
102.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
103.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
104.	25	100	0	-	100	95	0	90	90	100
105.	25	100	0	-	100	100	75	100	100	100
106.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
107.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
108.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
109.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
110.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
111.	25	100	50	100	100	100	100	100	100	100
112.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
113.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100
114.	25	100	0	100	100	100	100	100	100	100

6. példa

(I) általános képletű vegyületek mezőgazdasági fungicid hatásának vizsgálata

Az (I) általános képletű vegyületek fungicid hatását *in vivo* az alábbi növényi gombás fertőzések ellen vizsgáljuk:

CDM: uborkapenész (cucumber downy mildew)

RB : rizsvész (rice blast)

RSB: rizstok-üszög (rice sheath blight)

TLB: paradicsom késői rozsdásodása (tomato late blight)

WPM: buza-lisztharmat (wheat powdery mildew)

WSR: buzaszár-rozsda (wheat stem rust)

WLR: buzalevél-rozsda (wheat leaf rust);

az eredményeket a 4. táblázatban ismertetjük.

A gabonák esetén (a rizsvész vizsgálatára használt rizsnövény kivételével) a növényeket a fungicid hatású vegyület felvitele előtt 24 órával megnyirjuk, ezzel azonos növénymagasságot biztosítunk, ami megkönnyíti a vizsgált vegyület egyenletes felvitelét és a gombával való egyenletes fertőzést.

A vizsgálandó vegyületeket viz, aceton és metanol 2:1:1 arányú elegyében oldjuk, és a növényekre permetezzük, majd 4-6 órán keresztül száradni hagyjuk, és a növényt ezután fertőzzük a gombával.

Minden egyes vizsgálatban kontroll növényeket is használunk, amelyeket viz, aceton és metanol elegyével permetezünk be és a gombával fertőzünk. A további műveleteket alább ismertetjük, és a vizsgálatok eredményeit a gátlás %-ában adjuk meg (fertőződést nem mutató növények %-a a kezeletlen növényekhez viszonyítva).

Uborkapenész (CDM) elleni hatás

A *Pseudoperonospora cubensis* élő uborkalevélen (Marketer) tartjuk fenn, állandó hőmérsékletű helyiségben, 18,33 - 23,88 °C hőmérsékleten, nedves levegőben, közepes fényintenzitás mellett, 7 - 8 napon keresztül. A fertőzött levelekről vett spórákkal szuszpenziót készítünk, és a spórakoncentrációt 100000/ml-re állítjuk be vízzel.

Az uborka-magoncokat (Marketer) a levelek fonákján fertőzzük DeVilbiss permetező segítségével, amíg a leveleken kis cseppeket észlelünk. A fertőzött növényeket ködkamrában, kb. 21,1 °C-on 24 órán keresztül inkubáljuk, majd 6 - 7 napon keresztül szabályozott hőmérsékletű helyiségben, 18,33 - 23,88 °C-on, magas páratartalom biztosítása mellett inkubáljuk. Hét nap inkubálás után meghatározzuk a fertőzés gátlását %-ban.

Rizsvész (RB) elleni hatás

Rizsnövényt (Nato) *Piricularia oryzae* szuszpenzióval (kb. 20000 konidium/ml) fertőzünk, oly módon, hogy a leveleket és szárazakat addig permetezzük, amíg a leveleken az inokulum egyenletes réteget képez. A fertőzött növényeket nedves környezetben 23,88 - 29,44 °C-on mintegy 24 órán keresztül inkubáljuk, majd üvegházi körülmények közé (21,11 - 23,88 °C) helyezzük. A fertőzés után 7 - 8 nappal meghatározzuk a fertőzés gátlását %-ban.

Rizstok-üszög (RSB) elleni hatás

A *Pellicularia filamentosa*-t (f.sp.sasiki) 100 g őrölt rizsszemet tartalmazó 30 ml burgonya-dextróz folyékony tápközegben tenyésztjük, 500 ml-es Erlenmeyer-lombikban, a tápközeget előzetesen autoklávozással sterilizáljuk. A 10 napos tenyészetet keverőgéppel összekeverve egységes inokulumot állítunk elő. A kb.

7,6 cm átmérőjű cserepekben lévő rizspalánták (Lebonnet) közé a talaj felületére mintegy 1 teáskanálnyi inokulumot szórunk. A fertőzött palántákat 5 napon keresztül $29,44 - 32,22^{\circ}\text{C}$ -on inkubáljuk, ködkamrában. A palánták ködkamrából való kivétele után azonnal meghatározzuk a fertőzés gátlását %-ban.

Paradicsom késői rozsdásodása (TLB) elleni hatás

A *Phytophthora infestans* négy hetes Pixie paradicsom-növényen tenyésztjük, kondicionált helyiségben, $18,33 - 21,11^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten, 100 % relatív nedvességtartalom mellett. A tenyésztés végén a spórákat vízzel lemossuk a levelekről, és DeVilbiss porlasztókészülékkel az előzőleg vizsgálandó vegyülettel bepermetezett, három hetes Pixie paradicsom-növényre permetezzük. A fertőzött növényeket $21,11^{\circ}\text{C}$ -os, állandó nedvességtartalmu ködkamrában tartjuk 24 órán keresztül. A növényeket ezután áthelyezzük a fent említett kondicionált helyiségbe, és három napon keresztül továbbinkubáljuk, majd meghatározzuk a fertőzés gátlásának mértékét, %-ban. A fertőzés kontroll szintjét az inokulálás után 4 nappal, és a vegyületek rápermetezése után 5 nappal megvizsgált gátlási %-ként adjuk meg.

Buza-lisztharmat (WPM) elleni hatás

Az *Erysiphe graminis* (f.s. *tritici*) buzahajtáson (Pennol) tenyésztjük, szabályozott hőmérsékletű helyiségben, $18,33 - 23,88^{\circ}\text{C}$ -on. A lisztharmat-spórákat a fenti tenyészetekről a vizsgálandó vegyülettel előzetesen bepermetezett Pennol buzahajtásokra rázzuk. Az inokulált növényeket $18,33 - 23,88^{\circ}\text{C}$ -on, szabályozott hőmérsékletű helyiségben tartjuk, és alulöntözzük. A fertőzés mértékének %-át az inokulálás után 8 - 10 nappal határozzuk meg.

Buzaszár-rozsda (WSR) elleni hatás

A *Puccinia graminis* (f.sp. *tritici* 15B-2 fajta) buzahajtáson (Wanzer) tenyésztjük, melegházban, 14 napon keresztül. A fertőzött növényekről származó spórákból vizes szuszpenziót készítünk, és a spórakoncentrációt ionmentesített vízzel mintegy 200000/ml-re állítjuk be. A vizsgálandó vegyületekkel kezelt buzahajtásokat (Wanzer) az így kapott spóraszuszpenzióval fertőzzük, DeVilbiss porlasztót használva, $3,33 \times 10^4$ Pa levegőnyomással, amíg a permet a növényről lefolyik. Fertőzés után a növényeket nedves környezetben, $23,88^\circ\text{C}$ -on tartjuk, 12 órán keresztül sötétben, majd legalább 3 - 4 órán keresztül kb. $5,382 \times 10^3$ lx fényintenzitással megvilágítva. A kamra hőmérséklete nem haladja meg a $29,55^\circ\text{C}$ -ot. A világos periódus végén a növényeket üvegházba helyezzük, és két héten keresztül ott neveljük, majd meghatározzuk a fertőzés gátlásának mértékét, %-ban.

Buzalevél-rozsda (WLR) elleni hatás

A *Puccinia recondita* (f.sp. *tritici* PKB és PLD fajta) hét napos buzán (Fielder) tenyésztjük, üvegházban, 14 napon keresztül. A spórákat vákuum-ciklonnal gyűjtjük össze a levelekről, vagy alumínium-fóliára rázzuk. A spórákat 250 mikron nyílású szitán átszítva tisztítjuk és tároljuk, vagy frissen használjuk. A tárolás leforrasztott zacskóban történik, mélyhűtőben. Tárolt spórák felhasználása esetén a spórákat használat előtt két percen keresztül $4,44^\circ\text{C}$ -on hőkezelní kell. A spóraszuszpenziót száraz spórából állítjuk elő, 20 mg (9,5 millió) spórát adva 1 ml Soltrol olajhoz. A szuszpenziót 0,7 ml-es zselatin-kapszulákba töltjük, amelyek az olaj-porlasztóhoz kapcsolódnak. Egy kapszulát használunk 20 db 5 cm^2 -es edényben lévő hét napos Fielder buza fertőzé-

sére. Legalább 15 percen keresztül hagyjuk az olajat a növények leveleiről elpárologni, majd a növényeket sötét ködkamrába helyezzük és 24 órán keresztül 18 - 20 °C-on tartjuk, 100 % relatív nedvességtartalom mellett. A növényeket ezután üvegházba helyezzük, és 10 napos inkubálás után meghatározzuk a fertőzés mértékét. A védőhatás vizsgálatára a növényeket a vizsgálandó vegyülettel való kezelés után 1 nappal, a kuratív hatás vizsgálatára a kezelés előtt 2 nappal inokuláljuk.

4. táblázat: Gombaellenes hatás vizsgálata üvegházi kísérletben

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
1.	200	90	0	80	0	50	0
2.	200	80	75	80	0	90	75
3.	200	70	0	80	0	50	85
4.	200	90	90	90	0	80	75
5.	200	0	75	50	90	80	75
6.	200	80	75	90	0	90	75
7.	200	50	90	80	50	0	0
8.	200	0	50	0	0	0	0
9.	200	0	0	0	0	50	0
10.	200	50	90	80	0	80	75
11.	200	50	0	80	0	50	50
12.	200	0	0	0	0	0	0
13.	200	0	0	0	0	0	0
14.	-	-	-	-	-	-	-
15.	200	0	0	0	0	50	0

4. táblázat (folytatás)

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
16.	200	0	0	0	0	50	0
17.	200	0	50	0	0	80	0
18.	200	-	75	50	0	80	0
19.	200	75	0	0	80	90	0
20.	200	90	75	50	70	80	75
21.	200	80	0	50	80	50	0
22.	200	50	50	50	0	50	0
23.	200	50	75	0	70	50	75
24.	200	70	0	50	95	80	85
25.	200	90	90	80	95	80	0
26.	200	0	0	0	95	0	50
27.	200	80	0	0	85	80	0
28.	200	70	75	0	80	80	0
29.	200	90	0	50	80	80	90
30.	200	95	0	0	80	80	75
31.	200	50	90	50	85	80	75
32.	200	0	0	50	90	80	0
33.	200	0	0	0	70	50	85
34.	200	90	99	80	80	80	85
35.	200	70	-	0	0	50	0
36.	200	70	-	50	85	95	0
37.	200	0	50	0	0	25	75
38.	200	70	0	0	0	0	0

4. táblázat (folytatás)

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
39.	200	0	0	50	90	80	0
40.	200	50	0	0	80	50	90
41.	200	0	0	0	70	50	85
42.	200	0	-	0	85	50	0
43.	200	70	-	-	0	50	0
44.	200	70	-	50	85	95	0
45.	200	0	50	0	0	25	75
46.	200	70	0	0	0	0	0
47.	200	0	-	50	-	80	0
48.	200	50	-	50	-	50	90
49.	200	0	-	80	85	50	0
50.	200	0	-	0	0	50	0
51.	200	0	-	0	90	50	0
52.	200	0	-	0	0	80	0
53.	200	0	-	0	0	80	0
54.	200	0	-	80	0	80	85
55.	200	70	-	50	0	80	0
56.	200	0	-	50	0	80	50
57.	200	70	-	80	85	80	100
58.	200	95	-	0	70	90	90
59.	200	90	0	50	0	50	0
60.	200	85	-	0	0	0	0
61.	200	0	-	-	50	0	0

4. táblázat (folytatás)

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
62.	-	-	-	-	-	-	-
63.	200	90	-	-	50	90	0
64.	-	-	-	-	-	-	-
65.	200	90	-	-	90	90	0
66.	200	75	-	-	0	99	0
67.	200	85	-	-	95	90	0
68.	200	50	-	-	50	99	0
69.	-	-	-	-	-	-	-
70.	200	80	-	-	0	0	0
71.	-	-	-	-	-	-	-
72.	-	-	-	-	-	-	-
73.	200	90	-	-	0	85	85
74.	200	0	-	-	50	75	0
75.	200	0	-	-	0	95	0
76.	200	90	-	-	0	95	0
77.	-	-	-	-	-	-	-
78.	-	-	-	-	-	-	-
79.	200	75	-	-	75	85	0
80.	200	50	-	-	75	75	0
81.	200	0	-	-	0	75	0
82.	200	50	-	-	0	0	0
83.	200	85	-	-	75	95	0
84.	-	-	-	-	-	-	-
85.	-	-	-	-	-	-	-

4. táblázat (folytatás)

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
86.	200	75	-	-	85	75	0
87.	-	-	-	-	-	-	-
88.	200	90	-	-	0	0	0
89.	-	-	-	-	-	-	-
90.	-	-	-	-	-	-	-
91.	-	-	-	-	-	-	-
92.	200	70	-	-	-	95	0
93.	200	95	-	-	0	75	0
94.	200	100	-	-	0	90	0
95.	-	-	-	-	-	-	-
96.	200	90	-	-	0	99	0
97.	-	-	-	-	-	-	-
98.	200	90	-	-	90	95	0
99.	-	-	-	-	-	-	-
100.	-	-	-	-	-	-	-
101.	200	0	-	-	0	0	0
102.	200	0	-	-	0	75	0
103.	200	0	-	-	0	50	0
104.	-	-	-	-	-	-	-
105.	-	-	-	-	-	-	-
106.	-	-	-	-	-	-	-
107.	-	-	-	-	-	-	-
108.	-	-	-	-	-	-	-

4. táblázat (folytatás)

Vegyület száma	Dózis (ppm)	Gátlás (%)					
		CDM	RB	SNW	TLB	WLR	WPM
109.	-	-	-	-	-	-	-
110.	200	-	-	50	75	80	0
111.	-	-	-	-	-	-	-
112.	-	-	-	-	-	-	-
113.	-	-	-	-	-	-	-
114.	200	-	-	50	75	90	0
115.	-	-	-	-	-	-	-
116.	200	100	-	-	75	90	0

S z a b a d a l m i i g é n y p o n t o k

1. Fungicid és herbicid hatású készítmény, a z z a l
j e l l e m e z v e , hogy egy (I) általános képletű vegyü-
letet - a képletben

- Y és Z jelentése egymástól függetlenül oxigénatom, kénatom
vagy $>N-R$ általános képletű csoport,
- X jelentése hidrogénatom, jód- vagy brómatom,
- A és R jelentése egymástól függetlenül 1 - 18 szénatomos,
egyenes vagy elágazó szénláncu alkilcsoport; 3 - 8
szénatomos cikloalkilcsoport; 3 - 6 szénatomos alke-
nilcsoport; 3 - 6 szénatomos alkinilcsoport, kivéve
propargilcsoport; 7 - 12 szénatomos aralkilcsoport;
6 - 12 szénatomos arilcsoport, amely adott esetben
egy vagy több halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkil-
vagy halogén-alkil-csoporttal, 1 - 4 szénatomos alk-
oxicssoporttal, nitrocssoporttal, cianocssoporttal, kar-
boxilcsoporttal, (1 - 4 szénatomos)alkoxi-karbonil-
-csoporttal, 1 - 4 szénatomos alkil-tio-csoporttal,
-S(O)_nR² általános képletű csoporttal - ahol
R² jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport és
n értéke 1 vagy 2 - lehet helyettesítve;
2-tienil-, 3-tienil-, 2-furil-, 3-furil-, 2-piridil-,
3-piridil- vagy 4-piridil-csoport, amelyek mindegyike
adott esetben halogénatommal vagy nitrocssoporttal le-
het helyettesítve; vagy hidrogénatom,
- azzal a megkötéssel, hogy
- R csak akkor jelenthet hidrogénatomot, ha
- X jelentése jód- vagy brómatom -,

és mezőgazdaságilag elfogadható hordozóanyagot, kozmetikai szert, hűtő-, kenő-folyadékot, szappant, szintetikus detergenst vagy filmképző anyagot tartalmaz.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében

A és R jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil-, 4-klór-fenil-, 3-klór-fenil-, 2-metil-fenil-, 4-metil-fenil-, 3-metil-fenil-, 2-tienil-, 2-nitro-fenil-, 3-nitro-fenil-, 4-(trifluor-metil)-fenil-, 2-metoxi-fenil-, 4-metoxi-fenil-, 3-metoxi-fenil-, 4-bróm-fenil-, 2-fluor-fenil-, 2-klór-4-nitro-fenil-, 2,4-diklór-fenil-, 3,4-diklór-fenil-, 2,3,5-triklór-fenil-metil-, n-butil-, terc-butil-, allil-, fenil-, 4-nitro-fenil-, 3-fluor-fenil-, 1-naftil-, 2-naftil-, 3-piridil-, 3-bróm-fenil-, 3-etoxi-fenil-, n-propil-, 2-klór-fenil-, 2-propinil-, 3-jód-2-propinil-, ciklohexil-, 2-furil-, 3,5-dimetoxi-fenil-, 2,5-dimetoxi-fenil-, 3,4,5-trimetoxi-fenil-, 2,5-diklór-fenil-, n-heptil-, vagy metil-n-butil-csoport.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti készítmény, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében

X jelentése jód- vagy brómatom, előnyösen jódatom.

4. Az 1 - 3. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében Y jelentése oxigénatom.

5. Az 1 - 4. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében Z jelentése $>N-R$ általános képletű csoport,

6. Az 1 - 4. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében Z jelentése oxigénatom vagy kénatom.

7. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek - a képletben

Y és Z jelentése egymástól függetlenül oxigénatom, kénatom vagy $>N-R$ általános képletű csoport,

X jelentése hidrogénatom, jód- vagy brómatom,

A és R jelentése egymástól függetlenül 1 - 18 szénatomos egyenes vagy elágazó szénláncu alkilcsoport; 3 - 8 szénatomos cikloalkilcsoport; 3 - 6 szénatomos alkenilcsoport; 3 - 6 szénatomos alkinilcsoport, kivéve propargilcsoport; 7 - 12 szénatomos aralkilcsoport; 6 - 12 szénatomos arilcsoport, amely adott esetben egy vagy több halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy halogén-alkil-csoporttal, 1 - 4 szénatomos alkoxycsoporttal, nitrocsoporttal, cianocsoporttal, karboxilcsoporttal, (1 - 4 szénatomos)alkoxi-karbonil-csoporttal,

-S(O)_nR² általános képletű csoporttal - ahol
R² jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport és
n értéke 1 vagy 2 - lehet helyettesítve;
2-tienil-, 3-tienil-, 2-furil-, 3-furil-, 2-piridil-,
3-piridil- vagy 4-piridil-csoport, amelyek mindegyike
adott esetben halogénatommal vagy nitrocsoporttal le-
het helyettesítve; vagy hidrogénatom,
azzal a megkötéssel, hogy
R csak akkor jelenthet hidrogénatomot, ha
X jelentése bróm- vagy jódatom -
előállítására, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy
egy (VI) általános képletű vegyületet - a képletben
A, Z és Y jelentése a tárgyi körben megadott -
egy (VII) általános képletű vegyülettel - a képletben
L jelentése távozó csoport, előnyösen brómatom -
reagáltatunk, bázis, előnyösen kálium-karbonát jelenlétében,
és a kapott (V) általános képletű vegyületet - a képletben
A, Z és Y jelentése a tárgyi körben megadott -
kivánt esetben, olyan (I) általános képletű vegyületek előállítá-
sára, amelyek képletében
X jelentése jód- vagy brómatom,
jódozó- vagy brómozószerrel, előnyösen N-jód-szukcinimiddal vagy
N-bróm-szukcinimiddal reagáltatjuk.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános
képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

A és R jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, metil-,
etil-, izopropil-, 4-klór-fenil-, 3-klór-fenil-, 2-me-
til-fenil-, 4-metil-fenil-, 3-metil-fenil-, 2-tienil-,

2-nitro-fenil-, 3-nitro-fenil-, 4-(trifluor-metil)-
-fenil-, 2-metoxi-fenil-, 4-metoxi-fenil-, 3-metoxi-
-fenil-, 4-bróm-fenil-, 2-fluor-fenil-, 2-klór-4-nit-
ro-fenil-, 2,4-diklór-fenil-, 3,4-diklór-fenil-,
2,3,5-triklór-fenil-metil-, n-butyl-, terc-butyl-,
allil-, fenil-, 4-nitro-fenil-, 3-fluor-fenil-, 1-
-naftil-, 2-naftil-, 3-piridil-, 3-bróm-fenil-, 3-
-etoxi-fenil-, n-propil-, 2-klór-fenil-, 2-propinil-,
3-jód-2-propinil-, ciklohexil-, 2-furil-, 3,5-dimetoxi-
-fenil-, 2,5-dimetoxi-fenil-, 3,4,5-trimetoxi-fenil-,
2,5-diklór-fenil-, n-heptil-, vagy metil-n-butyl-cso-
port,

a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a megfelelően szubsztituált kiindulási vegyületeket használjuk.

9. A 7. vagy 8. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében
X jelentése jód- vagy brómatom, előnyösen jódatom,

a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a megfelelően szubsztituált kiindulási vegyületeket használjuk.

10. A 7 - 9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

Y jelentése oxigénatom,

a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a megfelelően szubsztituált kiindulási vegyületeket használjuk.

11. A 7 - 10. igénypontok bármelyike szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

Z jelentése >N-R általános képletű csoport,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a megfelelően szubsztituált kiindulási vegyületeket használjuk.

12. A 7 - 10. igénypontok bármelyike szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

Z jelentése oxigénatom vagy kénatom,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a megfelelően szubsztituált kiindulási vegyületeket használjuk.

13. Eljárás mikrobicid gyógyászati készítmények előállítására, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy valamely, a 7. igénypont szerinti eljárással előállított (I) általános képletű vegyületet - amelynek képletében

X jelentése jód- vagy brómatom és
A, Y és Z jelentése a 7. igénypontban megadott -
a gyógyszerkészítésben szokásosan használt hordozó- és/vagy egyéb segédanyagokkal összekeverünk és gyógyászati készítménnyé alakítunk.

A meghatalmazott:

Aktaszámunk: 70212-5402-SI

Ügyintézőnk: dr. Kiss Ildikó

DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

Handwritten signature and text:
Kiss Ildikó
Danubia

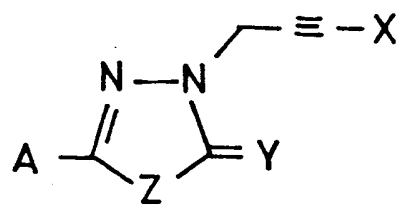
513/30

KÖZZÉTETELI
PÉLDÁNY

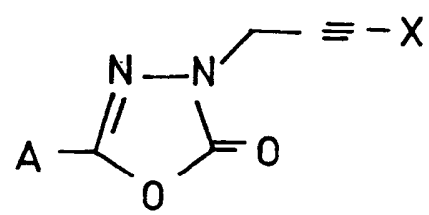
37658

A 2/1

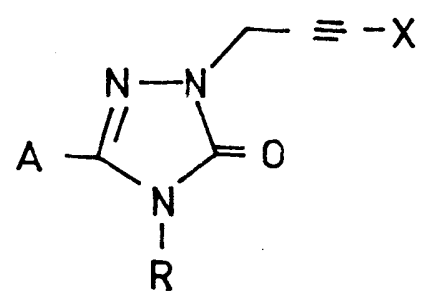
-55008-



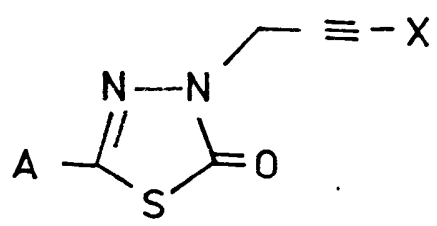
(I)



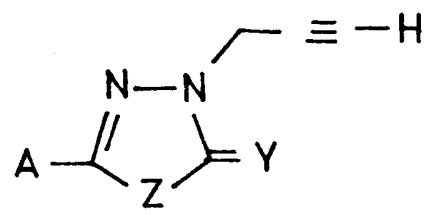
(II)



(III)

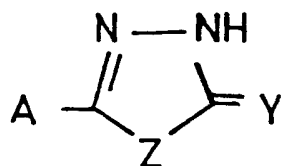


(IV)

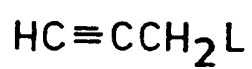


(V)

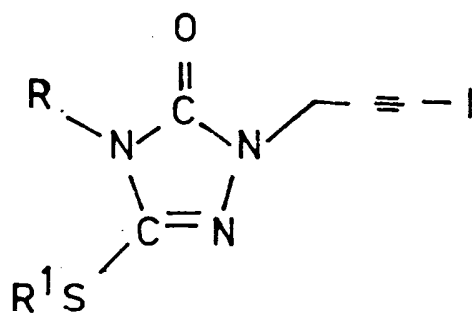
DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
BUDAPEST



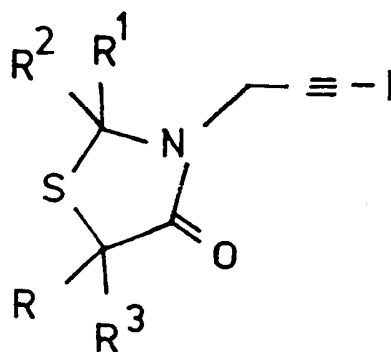
(VI)



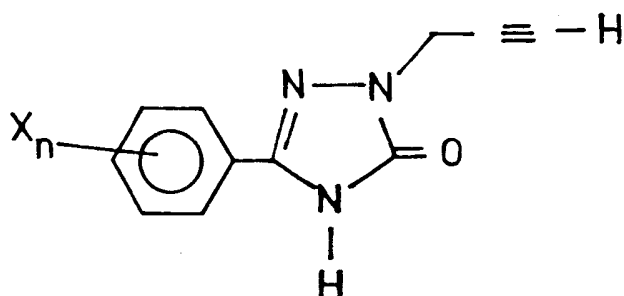
(VII)



(A)



(B)



(C)