

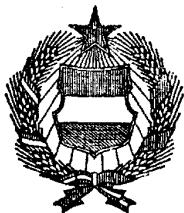
(19) HU

# SZABADALMI LEÍRÁS

(11) (13)

## 197 021B

MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL

(21) (2501/85) (22) A bejelentés napja: 85. 06.26.

A bejelentés elsőbbsége:

(33) DE

(32) 84. 06. 27.

(31) (P 34 23 639.2)

Nemzetközi  
osztályjelzet:

(51) Int. Cl.4:

C 07 F 9/09

C 07 F 9/58

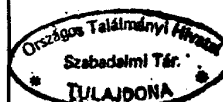
C 07 F 9/165

A 01 N 35/10

A 01 N 57/10

A 01 N 57/16

A 01 N 57/32



(41) (42) Közzététel napja: 86. 12. 29.

(45) A leírás megjelent: 90. 07. 18.

Feltaláló(k): (72)

Szabadalmas: (73)

dr. Riebel Hans Jochem, Wuppertal, dr. Homeyer Bernhard, Leverkusen, dr. Becker Benedikt, Mettmann, dr. Behrenz Wolfgang, Overath, DE

Bayer AG., Leverkusen, DE

(54) **HATÓANYAGKÉNT FOSZFORSAV-ÉSZTER-SZÁRMAZÉKOKAT TARTALMAZÓ  
INSZEKTICID ÉS NEMATICID KÉSZÍTMÉNYEK, ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGOK  
ELŐÁLLÍTÁSÁRA**

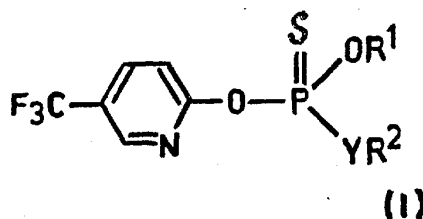
(57) KIVONAT

A találmány szerinti készítmények hatóanyagként 20 ppm—90 t% mennyiségben olyan foszfor-sav-észter-származékot tartalmaznak, amelynek (I) általános képletében

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport, R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző, és jelentésük 1-4 szénatomos alkilcsoport,

szilárd hordozóanyagokkal — célszerűen természetes kőzetlisztekkel — és/vagy folyékony hígítószerre-  
kkel — célszerűen szerves oldószerekkel, így xilollal vagy ciklohexánnal — és adott esetben felületaktív anyagokkal — célszerűen emulgeálószerekkel, így polietilén-oxiddal, nonil - fenol - poliglikol - éterrel és/vagy diszpergálószerekkel összekeverve.

A találmány tárgya továbbá eljárás a hatóanyagok előállítására.



A találmány tárgya hatóanyagként foszforsav-észter-származékokat tartalmazó kártevőirtó készítmények, különösen inszekticid és nematocid készítmények, valamint eljárás a hatóanyagok előállítására.

Ismert, hogy bizonyos O - pirdil(tiono) - foszforsav - észter - származékok, így például az O,0 - dietil - 0 - (3,5 - diklór - pirid - 2 - il) - foszforsav - észter és az O,0 - dietil - 0 - (3,5 - diklór - pirid - 2 - il) - tiono - foszforsav - észter peszticid hatású (3 244 586. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás). Ezeknek az ismert vegyületeknek a hatása azonban bizonyos körülmények között, különösen kis hatóanyag-koncentráció és kis felhasználási mennyiség esetén nem mindig elégséges.

A találmány szerinti foszforsav-észter-származékokat az (I) általános képlet jellemzi. Ebben a képletben

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport,  
R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző és jelentésük 1-4 szénatomos alkilcsoport.

A találmány szerinti foszforsav-észter-származékokat úgy állítjuk elő, hogy (II) képletű 2 - hidroxil - 5 - (trifluor - metil) - piridint (III) általános képletű halogéniddel — a képletben R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> és Y jelentése a már megadott, és

Hal jelentése halogénatom (előnyösen klór- vagy brómatom) — reagáltatjuk, adott esetben savakceptor jelenlétében és adott esetben higítószer jelenlétében.

Az (I) általános képletű foszforsav-észter-származékok — a képletben Y, R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése a már megadott — nagyon erős hatású, kiváló inszekticid és nematocid hatásúak.

Az R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> alkilcsoportok lehetnek elágazó vagy egyenes szénláncúak és 1-4 szénatomot tartalmaznak. Példaként megemlíjtük a következő csoportokat:

metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil- vagy terc-butil-csoport.

Előnyösek azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyeknek képletében

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport —

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző és jelentésük metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil- vagy terc-butil-csoport.

Különösen előnyös hatásúak azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyeknek képletében

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport,

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző és jelentésük metil-, etil-, vagy n-propil-csoport.

Ha a találmány szerinti eljárásban kiindulási vegyületeként például 2 - hidroxil - 5 - (trifluor - metil) - piridint és 0 - etil - 5 - n - propil - ditio - foszforsav - észter - kloridot alkalmazunk, a reakciót az a) reakcióvázlat szemlélteti.

A 2 - hidroxil - 5 - (trifluor - metil) - piridint a (II) képlet jellemzi.

A (II) képletű kiindulási vegyületeként megemlíjtük a következő vegyületet:

a 2 - hidroxil - 5 - (trifluor - metil) - piridint

A (II) képletű vegyületek ismert vegyületek.

A szintén kiindulási vegyületeként alkalmazott

halogénideket a (III) általános képlet ábrázolja. Ebben a képletben R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> és Y előnyösen azokat a csoportokat jelenti, amelyeket az (I) általános képletű vegyületek meghatározásánál előnyösként neveztek meg. Hal jelentése előnyösen klór- vagy brómatom.

A (III) általános képletű kiindulási vegyületek példaként megemlíjtük a következő vegyületeket: dimetoxi-, dietoxi-, di-n-propoxi-, di-izopropoxi-, di-n-butoxi-, di-izobutoxi-, metoxi-etoxi-, metoxi-n-propoxi-, metoxi-izopropoxi-, metoxi-n-butoxi-, metoxi-izobutoxi-, metoxi-szek-butoxi-, metoxi-terc-butoxi-, etoxi-n-propoxi-, etoxi-izopropoxi-, etoxi-n-butoxi-, etoxi-izobutoxi-, etoxi-szek-butoxi-, etoxi-terc-butoxi-, n-propoxi-izopropoxi-, n-propoxi-n-butoxi-, n-propoxi-izobutoxi-, n-propoxi-szek-butoxi-, n-propoxi-terc-butoxi-, izopropoxi-n-butoxi-, izopropoxi-izobutoxi-, n-butoxi-izobutoxi-, n-butoxi-szek-butoxi-, n-butoxi-terc-butoxi-tiono-foszforsav-észter-klorid, illetve -bromid;

metoxi-metil-tio-, metoxi-etil-tio-, metoxi-n-propil-tio-, metoxi-izopropil-tio-, metoxi-n-butyl-tio-, metoxi-izobutyl-tio-, etoxi-metil-tio-, etoxi-etil-tio-, etoxi-n-propil-tio-, etoxi-izopropil-tio-, etoxi-n-butyl-tio-, etoxi-izobutyl-tio-, etoxi-szek-butyl-tio-, n-propoxi-metil-tio-, n-propoxi-etil-tio-, n-propoxi-n-propil-tio-, n-propoxi-izopropil-tio-, n-propoxi-n-butyl-tio-, n-propoxi-izobutyl-tio-, izopropoxi-metil-tio-, izopropoxi-etil-tio-, izopropoxi-n-propil-tio-, izopropoxi-izopropil-tio-, izopropoxi-n-butyl-tio-, izopropoxi-izobutyl-tio-, n-butoxi-metil-tio-, n-butoxi-etil-tio-, n-butoxi-n-propil-tio-, n-butoxi-izopropil-tio-, n-butoxi-n-butyl-tio-, n-butoxi-izobutyl-tio-, izobutoxi-metil-tio-, izobutoxi-etil-tio-, izobutoxi-n-propil-tio-, izobutoxi-izopropil-tio-, izobutoxi-n-butyl-tio-, izobutoxi-izobutyl-tio-tiono-foszforsav-észter-klorid, illetve -bromid;

metoxi-metil-amino-, metoxi-etil-amino-, metoxi-n-propil-amino-, metoxi-izopropil-amino-, metoxi-n-butyl-amino-, metoxi-izobutyl-amino-, etoxi-metil-amino-, etoxi-n-propil-amino-, etoxi-izopropil-amino-, etoxi-n-butyl-amino-, etoxi-izobutyl-amino-, n-propoxi-metil-amino-, n-propoxi-etil-amino-, n-propoxi-n-propil-amino-, n-propoxi-izopropil-amino-, n-propoxi-n-butyl-amino-, n-propoxi-izobutyl-amino-, izopropoxi-metil-amino-, izopropoxi-etil-amino-, izopropoxi-n-propil-amino-, izopropoxi-izopropil-amino-, izopropoxi-n-butyl-amino-, izopropoxi-izobutyl-amino-, n-butoxi-metil-amino-, n-butoxi-etil-amino-, n-butoxi-n-propil-amino-, n-butoxi-izopropil-amino-, n-butoxi-n-butyl-amino-, n-butoxi-izobutyl-amino-, izobutoxi-metil-amino-, izobutoxi-etil-amino-, izobutoxi-n-propil-amino-, izobutoxi-izopropil-amino-, izobutoxi-n-butyl-amino-, izobutoxi-izobutyl-amino-, szek-butoxi-metil-amino-, szek-butoxi-etil-amino-, szek-butoxi-etil-amino-, szek-butoxi-n-propil-amino-, szek-butoxi-izopropil-amino-, szek-butoxi-izobutyl-amino-, terc-butoxi-metil-amino-, terc-butoxi-etil-amino-, terc-butoxi-n-propil-amino-, terc-butoxi-n-butyl-amino-tiono-foszforsav-észter-klorid, illetve -bromid.

A (III) általános képletű vegyületek — a képletben R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> és Y jelentése a már megadott — ismertek és/vagy ismert eljárások szerint állíthatók elő (például Methoden der organischen Chemie (Hou-

ben-Weyl-Müller), 4. kiadás, 12/1 kötet (1963), 415—420. és 560—563. oldalak; 12/2 kötet (1964), 274—292., 405—408. és 607—618. oldalak, továbbá 621—622. és 755—757. oldalak; Thieme Verlag Stuttgart).

A találmány szerinti eljárást az (I) általános képletű vegyületek előállítására előnyösen hígítószer alkalmazásával folytatjuk le. Hígítószerként gyakorlatilag minden inert szerves oldószer alkalmazható.

Ilyenek például az alifás és aromás, adott esetben halogénezett szénhidrogének — így a pentán, a hexán, a heptán, a ciklohexán, a petroléter, a benzol, a ligroin, a benzol, a toluol, a xilol, a metilén-klorid, az etilén-klorid, a kloroform, a szén-tetra-klorid, a klór-benzol vagy az o-diklór-benzol —, az éterek — így a dietil- és dibutil-éter, a glikol-dimetil-éter vagy a diglikol-dimetil-éter, a tetrahydrofuran és a dioxán —, a ketonok — így az acetone, a metil-etil-, a metil-izopropil- és a metil-izobutilketon —, az észterek — így metil-acetát és az etil-acetát —, a nitrilek — így az acetonitril és a propionitril —, az amidok — így a dimetil-formamid, a dimetil-acetamid és az N-metil-pirrolidon —, valamint a dimetil-szulfoxid, a tetrametilén-szulfon és a hexametil-foszfoszav-triamid.

A találmány szerinti eljárást adott esetben savakceptorok jelenlétében folytatjuk le. Savakceptorként minden szokásos savmegkötőszer alkalmazható. Különösen jól alkalmazhatók az alkálifém-karbonátok és -alkoholátok — így a nátrium- vagy kálium-karbonát, a nátrium- vagy kálium-metilát, illetve -etilát —, továbbá az alifás, aromás vagy heterociklusos aminok — így a trietil-amin, a trimetil-amin, a dimetil-anilin, a dimetil-benzil-amin és a piridin.

A találmány szerinti eljárást általában 0—120 °C hőmérsékleten folytatjuk le. Előnyösen 20 °C és 100 °C közötti hőmérsékleten dolgozunk. A reakciókat általában normál nyomáson folytatjuk le.

A találmány szerinti eljárásban a (II) képletű és a (III) általános képletű kiindulási vegyületeket általában közel ekvimoláris mennyiségben alkalmazzuk. Egyik vagy másik reakciókomponensnek feleslegben történő alkalmazása nem jelent lényeges előnyt.

A reakciókat általában megfelelő hígítószerben és adott esetben savmegkötőszer jelenlétében folytatjuk le.

A találmány szerinti eljárással előállított vegyületeket ismert módon dolgozzuk fel. A vegyületek egy része olajként válik ki, amelyeknek egy része nem desztillálható bomlás nélkül, azonban úgynevezett „ledesztillálással” tisztíthatók. Ledesztillálás azt jelenti, hogy az anyagot hosszabb ideig csökkentett nyomáson, viszonylag megemelt hőmérsékleten hevítjük addig, amíg az utolsó illékony komponensek is eltávoznak. Az ilyen vegyületeket a törésmutatóval jellemezzük.

A találmány szerinti vegyületeket a növények jól elviselik és kedvező a melegvérűekre kifejtett toxicitásuk a rovarokkal és a nematódákkal szemben. Hatásosak a normál mértékben érzékeny és a rezisztens fajokkal szemben, és minden fejlődési stádiumban. Az említett kártevőkhöz tartoznak a következők:

Az Isopoda rendből például *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*.

A Diplopoda rendből például *Blaniulus guttulatus*.

A Chilopoda rendből például *Geophilus carpophagus*, *Scutigera spec.*

5 A Symphyla rendből például *Scutigera immaculata*.

A Thysanura rendből például *Lepisma saccharina*.

10 A Collembola rendből például *Onychiurus asperatus*.

Az Orthoptera rendből például *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Grylotalpa spp.*, *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.

15 A Dermaptera rendből például *Forficula auricularia*.

Az Isoptera rendből például *Reticulitermes spp.*

20 Az Anoplura rendből például *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spp.*, *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus spp.*, *Linognathus spp.*

A Mellophaga rendből például *Trichodectes spp.*, *Damalinea spp.*

25 A Thysanoptera rendből például *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.

A Heteroptera rendből például *Eurygaster spp.*, *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma spp.*

30 A Homoptera rendből például *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Erioxoma la nigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus spp.*, *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca spp.*, *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederacae*, *Pseudococcus spp.*, *Psylla spp.*

35 A Lepidoptera rendből például *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brunata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chryorrhoea*, *Lymantria spp.*, *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis spp.*, *Euxoa spp.*, *Feltia spp.*, *Earias insulana*, *Heliothis spp.*, *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera spp.*, *Trichoplusia ni*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris spp.*, *Chilo spp.*, *Pyrausta nubilalis*, *Ephesia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Tineola bisselliella*, *Tineola pellionella*, *Hofmanophila pseudospretella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*.

40 A Coleoptera rendből *Anobium punctatum*, *Rhizophthera dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica spp.*, *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria spp.*, *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus spp.*, *Sitophilus spp.*, *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus assimilis*, *Hypera postica*, *Dermestes spp.*, *Trogoderma spp.*, *Anthrenus spp.*, *Attagenus spp.*, *Lyctus spp.*, *Meligethes aeneus*, *Ptinus spp.*, *Niptus hololeucus*, *Gibbium psyllioides*, *Tribolium spp.*, *Tenebrio molitor*,

65

Agroites spp., Conoderus spp., Melolontha melolontha, Amphimallon solstitialis, Costelytra zealandica.

A Hymenoptera rendből például Diprion spp., Hoplocampa spp., Lasius spp., Monomorium pharaonis, Vespa spp.

A Diptera rendből például Aedes spp., Anopheles spp., Culex spp., Drosophila melanogaster, Musca spp., Fannia spp., Calliphora erythrocephala, Lucilia spp., Chrysomyia spp., Cuterebra spp., Gastrophilus spp., Hyppobosca spp., Stomoxys spp., Oestrus spp., Hypoderma spp., Tabanus spp., Tannia spp., Bibio hortulanus, Oscinella frit, Phorbia spp., Pegomyia hyoscyami, Ceratitis capitata, Dacus oleae, Tipula paludosa.

A Siphonaptera rendből például Xenopsylla cheopis, Ceratophyllus spp.

Az arachnida rendből például Scorpio maurus, Iatrodoctus mactans.

A növényi parazita nematódákhoz tartoznak: Pratylenchus spp., Radopholus similis, Ditylenchus dipsaci, Tylenchulus semipenetrans; Heterodera spp., Meloidogyne spp., Aphelenchoides spp., Longidorus spp., Xiphinema spp., Trichodorus spp.

Különösen kiemelésre méltó a találmány szerinti vegyületeknek a jó hatása a nematódákkal és a talajban élő rovarokkal szemben. Ezenkívül a vegyületek jó szisztémikus, különösen gyökérszisztémikus hatással rendelkeznek.

A hatóanyagból készítményeket készítenek. Ilyen készítmények az oldatok, az emulziók, a szuszpenziók, a porok, a habok, a paszták, a granulátumok, az aeroszolok, a hatóanyaggal impregnált természetes és szintetikus vivőanyagok, a polimer anyagokba és vetőmag-védőbevonatba kapszulázott hatóanyagok, valamint az éghető készítmények, így füstképző patronok, dobozok, spirálok, valamint az ún. ULV (Ultra-Low-Volume) — típusú hideg vagy meleg ködkészítmények.

A készítmények előállítását ismert módon véghezvük, például a hatóanyagot adott esetben felületaktív szerek, így emulgeálószeres és/vagy diszpergálószeres és/vagy habképzőszeres alkalmazásával folyékony oldószerekkel, noyomás alatt álló cseppfolyósított gázokkal és/vagy szilárd vivőanyagokkal keverjük el. Ha hígítószerként vizet alkalmazunk a szerves oldószer oldásközvetítőként fejt ki hatását.

Folyékony oldószerként főként a következők jönnek számításba: aromás szénhidrogének — így a xilol, a toluol vagy az alkil-naftalinok —, klórozott aromás vagy klórozott alifás szénhidrogének — így a klór-benzolok, a klór-etilének vagy a metilén-klorid —, az alifás szénhidrogének —, így a ciklohexán vagy a paraffinok, például az ásványolajfrakciók —, az alkoholok —, így a butanol vagy a glikol —, valamint az éterek és az észterek, a ketonok —, így az acetone, a metil-etil-ke-ton, a metil-izobutil-ke-ton vagy a ciklohexanon —, az erősen poláros oldószerek —, mint a dimetil-formamid és a dimetil-szulfid —, valamint a víz.

A cseppfolyósított gáz halmazállapotú hígítószerek vagy vivőanyagok olyan folyadékok, amelyek normál hőmérsékleten és nyomáson gáz halmazállapotúak — például aeroszol-hajtógázok, így halogénezett szénhidrogének, valamint bután, propán, nitrogén és széndioxid.

A szilárd vivőanyagok közé tartoznak a termé-

zetes kőzetlisztek — így a kaolin, a timföld, a talkum, a kréta, a kvarc, az attapulgit, a montmorillonit, a diatomaföld, a szintetikus kőzetlisztek — így a nagy diszperzitású kovasav, az alumínium-oxid és a szilikátok. A granulátum készítéséhez használt szilárd vivőanyagok például az őrlött és frakcionált természetes kőzetlisztek — így a kalcit, a márvány, a horzsakő, a szepiolit vagy a dolomit — valamint a szerves és szerves lisztfinomságúra őrlött anyagokból készült szintetikus granulátumok, szerves anyagból — így fűrészporból, kókuszdióhéjból, kukoricacsutkából és dohányszárból — készült liszt-szerű anyagok.

Emulgeáló és/vagy habképzőszerként alkalmaztuk a következő vegyületeket: nem ionos és anionos emulgeálószeres — így poli(oxi-etilén)-zsírsav-észter, poli(oxi-etilén)-zsíralkohol-éter, például alkil - aril - poliglikol - éter, alkil - szulfonátok, alkil - szulfátok, aril-szulfonátok, valamint fehérje-hidrolizátumok.

Diszpergálószerként alkalmazhatók például a ligin-szulfitszennylúgok és a metil-cellulóz.

A készítményekbe tapadást fokozó szereket —, így a karboxi-metil-cellulózt —, természetes és szintetikus porszerű, szemcsés vagy latex-alakban levő polimereket —, így gumi-arábikumot, poli(vinil-alkohol)-t vagy poli(vinil-acetát)-ot alkalmazunk.

A készítményekhez szerves pigmentként — például vas-oxidot, titán-oxidot, kálium-ferri-cianidot és szerves színezékeket — így alizarin-, azo-fém - ftalocianin - színezékeket —, nyomelemként vas-, mangán-, bór-, réz-, kobalt-, molibdén- és cink-sókat adagolhatunk.

A készítmények általában 0,00002—95 tömeg%, előnyösen 0,001 és 90 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A találmány szerinti hatóanyagokat a kereskedelmi készítményekben, illetve az ezekből előállított felhasználásra kész formákban más hatóanyagokkal, így inszekticidekkel, a talajt lazító anyagokkal, sterilizálókkal, akaricidekkel, nematocidekkel, fungicidekkel, növényi növekedésszabályozó hatóanyagokkal vagy herbicidekkel elkeverhetjük. Inszekticid hatóanyagok például a foszforsav-észter-származékok, a karbamátok, a karbonsav-észterek, a klórozott szénhidrogének, a fenil-karbamid-származékok, valamint a mikroorganizmusok által előállított anyagok.

A találmány szerinti hatóanyagokat a kereskedelmi készítményekben, illetve az ezekből előállított felhasználásra kész formákban hatásfokozó anyagokkal is elkeverhetjük. A hatásfokozó anyagok olyan vegyületek, amelyek a hatóanyagoknak a hatását erősítik anélkül, hogy a szinergista komponens maga hatásos lenne.

A kereskedelmi formákból előállított alkalmazásra kész formákban a hatóanyagtartalom széles határok között változhat. A felhasználási formákban a hatóanyag-koncentráció 0,000001—90 tömeg% között változhat.

A felhasználásra kész formákat ismert módon alkalmazzuk.

Ha a találmány szerinti hatóanyagokat az egészségvédelemben vagy a raktározott készletek területén használjuk, a hatóanyagok jó tartós hatással rendelkeznek fán és agyagon, és jó az alkálisztatásuk meszelt felületekkel szemben.

A találmány szerinti hatóanyagok előállítását a következő példákban mutatjuk be.

### 1. példa

(1) képletű vegyület előállítása  
8,2 g (0,05 mól) 2 - hidroxil - 5 - (trifluor - metil) - piridin és 8 g (0,058 mól) kálium-karbonát 80 ml acetonitrilben készített szuszpenziójához 20 °C hőmérsékleten hozzásepegtetünk 9,4 g (0,05 mól) 0,0 - dietil - tiono - foszforsav - észter - kloridot. A reakcióelegyet 2 órán át melegítjük 70 °C hőmérsékleten keverés közben, lehűtjük és szűrjük. A szűrletet bepároljuk és ledesztilláljuk.

Így 15 g (96%) 0,0 - dietil - 0 - (5 - /trifluor - metil/ - pirid - 2 - il) - tiono - foszforsav - észtert kapunk sárga olajként, törésmutató  $n_D^{25} = 1,4718$ .

Az 1. példában leírtakkal analóg módon állítjuk elő a következő (1) általános képletű vegyületeket.

A példa száma	X	Y	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	Törésmutató
2	S	S	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	$n_D^{25} = 1,5111$
3	S	NH	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	$n_D^{25} = 1,5004$
4	S	O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	$n_D^{25} = 1,4701$

### A példa

#### LT<sub>100</sub>-vizsgálat dipteráknál

A vizsgálati állatok: Musca Domestica (rezisztens)  
Az oldószer: acetone

2 tömegrész hatóanyagot felvesszünk 1000 térfogatrész oldószerben. A kapott oldatot további oldószerrel 0,002% koncentrációjára hígítjuk.

2,5 ml hatóanyag-oldatot petricsészébe pipettázunk. A petricsésze alján egy szűrőpapír van, amelynek az átmérője 9,5 cm. A petricsészét addig tartjuk nyitva, míg az oldószer teljesen elpárolog. A hatóanyag-oldat koncentrációjától függően a szűrőpapír m<sup>2</sup>-ére eső hatóanyag mennyisége különböző. Ezt követően a petricsészékbe 25 vizsgálati állatot helyezünk el és óráveggyel lefedjük.

Az állatoknak az állapotát folyamatosan ellenőrizzük. Azt az időt határozzuk meg, amelynél 100%-os elpusztulás figyelhető meg.

Ebben a vizsgálatban például az 1. példa szerinti vegyület 0,002% hatóanyag-koncentrációnál 210 perc után 100%-ban elpusztítja a vizsgálati rovarokat.

### B példa

#### Drosophila-vizsgálat

Az oldószer: 3 tömegrész acetone

Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral, és a koncentrátumot vízzel 0,001% koncentrációjára hígítjuk.

1 cm<sup>3</sup> hatóanyag-készítményt szűrőpapírtárcsára (7 cm átmérőjű) pipettázunk fel. A szűrőpapírt üvegedénynek a nyílására helyezzük nedves álla-

potban, amely edényben 50 bűvárlégy (Drosophila melanogaster) van és az edényt és a rajta levő szűrőpapírt üveglemezzel lefedjük.

A kívánt idő elteltével meghatározzuk az állatok pusztulását %-ban. 100% azt jelenti, hogy minden légy elpusztult, 0% azt jelenti, hogy egy légy sem pusztult el.

Ebben a vizsgálatban például 0,001% hatóanyag-koncentrációnál az 1. példa szerinti vegyület 1 nap elmúltával 100%-ban elpusztította a legyeket.

### C példa

#### Plutella-vizsgálat

Az oldószer: 3 tömegrész acetone

Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter.

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral és a koncentrátumot vízzel 0,01% koncentrációjára hígítjuk.

Káposztaleveleket (Brassica oleracea) a kívánt koncentrációjú hatóanyag-készítménybe való mártással kezelünk és káposztalepke-hernyókat (Plutella maculipennis) vizünk fel rájuk, míg a levelek még nedvesek.

A kívánt idő elteltével meghatározzuk a %-os pusztulást. 100% azt jelenti, hogy minden hernyó elpusztult, 0% azt jelenti, hogy egy hernyó sem pusztult el.

Ebben a vizsgálatban 0,01% hatóanyag-koncentrációnál az 1. példa szerinti vegyület 3 nap után 100%-ban elpusztította a hernyókat.

### D példa

#### Határ-koncentráció-vizsgálat (talajinszekticidek)

A vizsgált rovar: Phorbia antiqua kukacok a talajban

Az oldószer: 3 tömegrész acetone

Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel, hozzáadjuk a megadott mennyiségű emulgeátort és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációjára hígítjuk.

A hatóanyag-készítményt alaposan elkeverjük a talajjal. A hatóanyagoknak a készítményben való mennyisége gyakorlatilag nem játszik szerepet, döntő csak a talaj térfogategységére jutó hatóanyag tömege, amelyet ppm-ben (= mg/liter) adunk meg. A talajokat cserepekbe töltjük és szobahőmérsékleten hagyjuk állni.

24 óra elteltével a vizsgálati rovarokat a kezelt talajhoz adjuk és további 2-7 napig meghatározzuk a hatóanyag hatásfokát mégpedig úgy, hogy megszámoljuk az elpusztult és az élő rovarokat és ezt %-ban fejezzük ki. A hatásfok 100%, ha minden vizsgált rovar elpusztult, 0%, ha éppen annyi vizsgált rovar él, mint amennyi a kezeltlen kontrollnál.

Ebben a vizsgálatban például 20 ppm mennyi-

ségben az 1., 2. és 3. példa szerinti vegyület 100%-os pusztulást okoz.

### E példa

#### Határ-koncentráció-vizsgálat/ /gyökérszisztémikus hatás

A vizsgált rovar: *Myzus persicae*  
Az oldószer: 3 tömegrész aceton  
Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel, hozzáadjuk a megadott mennyiségű emulgeátort és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációjúra hígítjuk.

A hatóanyag-készítményt alaposan elkeverjük a talajjal. Ennek során a készítmény hatóanyag-tartalma nem játszik szerepet, döntő csak a talaj térfogategységére jutó hatóanyag tömege, amelyet ppm-ben (=mg/liter) adunk meg. A kezelt talajokat cserepekbe töltjük, és a cserepekbe káposztát (*Brassica oleracea*) ültetünk. A növény gyökerei a hatóanyagot felveszik a talajból és így jut a hatóanyag a levelekbe.

A gyökérszisztémikus hatás meghatározásához 7 nap elteltével csak a levelekre felvisszük a vizsgálati állatokat. További 2 nap elteltével kiértékeljük az eredményeket, megszámláljuk, illetve becsljük az elpusztult állatokat. Az elpusztulási számból a hatóanyag gyökérszisztémikus hatását számítjuk. 100%, ha minden vizsgált állat elpusztult, és 0%, ha pontosan annyi vizsgált rovar él, mint a kezeletlen kontroll esetén.

Ebben a vizsgálatban például 20 ppm koncentrációnál az 1. és 3. példa szerinti vegyületek 95, illetve 100%-ban pusztították el a vizsgált rovarokat.

### F példa

#### Határ-koncentráció-vizsgálat/nematódák

A vizsgált nematóda: *Meloidogyne incognita*  
Az oldószer: 3 tömegrész aceton  
Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel, hozzáadjuk a megadott mennyiségű emulgeátort és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációjúra hígítjuk.

A hatóanyag-készítményt alaposan elkeverjük a talajjal, amely a vizsgálati nematódákkal erősen fertőzött. Ennek során a készítmény hatóanyag-koncentrációja gyakorlatilag nem játszik szerepet, csak a talaj térfogategységére jutó hatóanyag mennyisége lényeges, ezt ppm-ben adjuk meg. A kezelt talajt cserepekbe töltjük, salátát vetünk bele és a cserepeket üvegházban tartjuk 27 °C hőmérsékleten.

Négy hét elteltével megvizsgáljuk a salátagyökereknek nematódákkal való fertőzöttségét (gyökérgubacs) és a hatásfokot meghatározzuk. A hatásfok

100%, ha egyáltalán nem jön létre fertőzés, 0%, ha a fertőzöttség ugyanakkora, mint a kezeletlen kontrollnövényeknél, amelyeket ugyanolyan módon vizsgáltunk.

Ebben a vizsgálatban például 20 ppm koncentrációban az 1., a 2. és a 3. példa szerinti vegyületek 100%-os pusztítást hoztak létre.

### G példa

#### Határ-koncentráció-vizsgálat

A vizsgált nematóda: *Globodera rostochiensis*  
Az oldószer: 3 tömegrész aceton  
Az emulgeátor: 1 tömegrész alkil - aril - poliglikol-éter

Célszerű hatóanyag-készítmény előállításához összekeverünk 1 tömegrész hatóanyagot a megadott mennyiségű oldószerrel, hozzáadjuk a megadott mennyiségű emulgeátort és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációjúra hígítjuk.

A hatóanyag-készítményt alaposan elkeverjük a vizsgált nematódákkal erősen fertőzött talajjal. Ennek során a készítmény hatóanyag-koncentrációja gyakorlatilag nem játszik szerepet, csak a talaj térfogategységére jutó hatóanyagmennyiség fontos, amelyet ppm-ben adunk meg. A kezelt talajt cserepekbe töltjük, burgonyát vetünk bele és a cserepeket üvegházban tartjuk 18 °C hőmérsékleten.

Hat hét elteltével megvizsgáljuk a burgonyagyökerek cisztákkal való fertőzöttségét és meghatározzuk a hatóanyag hatásfokát %-osan. A hatásfok 100%, ha egyáltalán nem jön létre fertőzés, 0%, ha a fertőzöttség ugyanakkora, mint az azonos módon vizsgált kontrollnövények esetén.

Ebben a vizsgálatban például 20 ppm koncentrációban az 1., a 2. és a 3. példa szerinti vegyületek 100%-os pusztítást eredményeztek.

#### Készítményelőállítási példák

##### Porozószer előállítása

0,1 tömegrész 1., 2. vagy 3. példa szerinti hatóanyagot és 99,1 tömegrész természetes kőzetlisztet összemérünk és porrá őrölünk.

##### Granulátumok előállítása

10 tömegrész 1., 2. vagy 3. példa szerinti hatóanyagot 90 tömegrész granulált, szívóképes anyagra porlasztunk.

##### Emulgeálható koncentrátum előállítása

40 tömegrész 1., 2. vagy 3. példa szerinti hatóanyagot 40 tömegrész xilol és 10 tömegrész ciklohexán elegyében oldunk.

A kapott oldathoz hozzáadjuk 10 tömegrész dodecyl-benzol-szulfonsav-kalciumsóból és nonil-fenol-poliglikol-éterből álló keveréket és a kapott elegyet összekeverjük.

*ULV-készítmény*

90 tömegrész 1., 2. vagy 3. példa szerinti hatóanyag és 3 tömegrész polietilén-oxid emulgeátor elegyét aromás ásványolaj-frakcióban oldjuk és az elegyet alaposan összekeverjük.

*Szabadalmi igénypontok*

1. Inszekticid és nematocid készítmények, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 20 ppm–90 t% mennyiségben olyan foszforsav-észter-származékot tartalmaznak, amelynek (I) általános képletében

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport,

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző és jelentésük 1-4 szénatomos alkilcsoport,

szilárd hordozóanyagokkal — célszerűen természetes kőzetlisztekkel — és/vagy folyékony hígítószerrel — célszerűen szerves oldószerekkel, így

5

xilollal vagy ciklohexánnal — és adott esetben felületaktív anyagokkal — célszerűen emulgeálószerrel, így polietilén-oxiddal, nonil-fenol-poliglikol-éterrel és/vagy diszpergálószerrel összekeverve.

10

2. Eljárás olyan foszforsav-észter-származékok előállítására, amelyeknek (I) általános képletében

Y jelentése oxigénatom, kénatom vagy —NH-csoport

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése azonos vagy különböző és jelentésük 1-4 szénatomos alkilcsoport,

15

*azzal jellemezve*, hogy (II) képletű 2-hidroxi - 5 - (trifluor-metil) - piridint (III) általános képletű halogéniddel — a képletben R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, és Y jelentése a tárgyi körben megadott és

— Hal jelentése halogénatom, előnyösen klór- vagy brómatom —

20

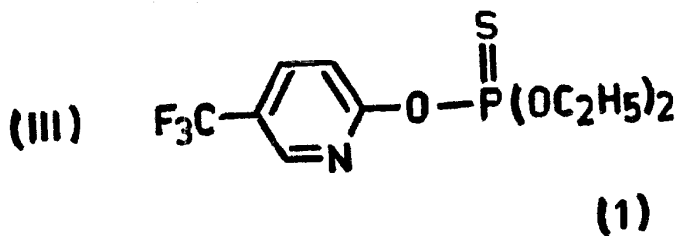
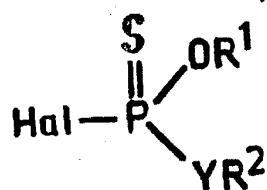
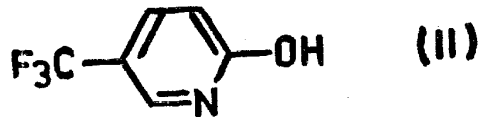
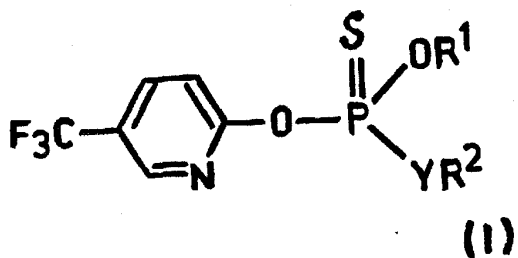
reagáltatjuk, adott esetben savakceptor jelenlétében és adott esetben hígítószer jelenlétében.

---

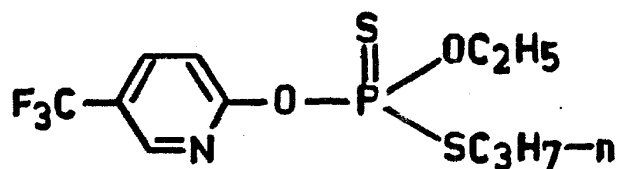
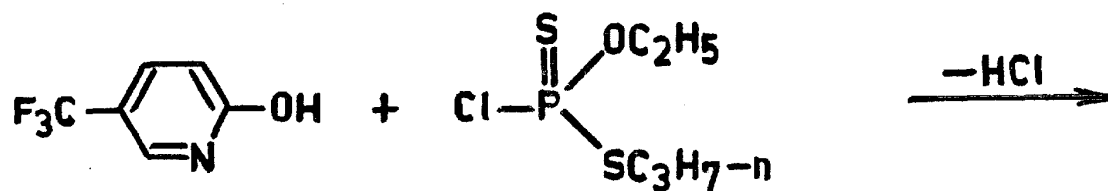
1 db rajz

---

197 021  
 Nemzetközi osztályozás: C 07 F 9/09;  
 C 07 F 9/58  
 C 07 F 9/165;  
 A 01 N 35/10;  
 A 01 N 57/10;  
 A 01 N 57/16;  
 A 01 N 57/32



a.) reakcióvázlat



Kiadja az Országos Találmányi Hivatal  
 A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető  
 Megjelent: A Műszaki Könyvkiadó gondozásában

Antikva Kft.