

(19) Országkód:

HU



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

203 646 B

(21) A bejelentés száma: 218/87
(22) A bejelentés napja: 1987.01.26.
(30) Elsőbbségi adatok:
86/01952 1986.01.28. GB

(51) Int. Cl.⁵

A 01 N 43/653
C 07 D 249/08

(40) A közzététel napja: 1987.07.28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.09.30. SZKV 91/09

(72) Feltaláló:

Griffin, David Alan, Bracknell, Berkshire (GB)

(73) Szabadalmaz:

Imperial Chemical Industries Plc., London (GB)

(54) **Hatóanyagként triazolszármazékokat tartalmazó, növényi növekedést szabályozó kompozíciók és eljárás a hatóanyagok előállítására**

(57) KIVONAT

A találmány szerinti, növényi növekedést szabályozó kompozíciók hatóanyagokként legfőképpen 95 tömeg% (I) általános képletű triazolszármazékot tartalmaznak – a képletben

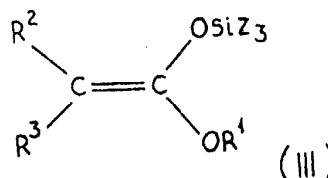
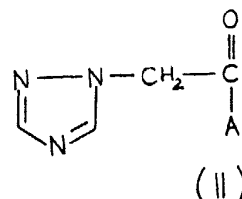
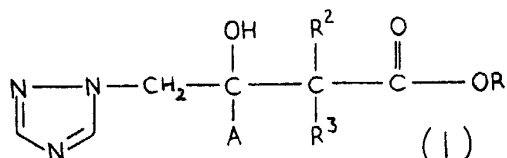
R¹ 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent,

R² és R³ egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent, vagy R² és R³ a közbezárt szénatommal együtt 3–6 szénatomos cikloalkilcsoportot alkot, és

A egy vagy két halogénatommal vagy egy trifluor-metil-csoporttal szubsztituált fenilcsoportot jelent –,

hordozó- vagy hígítóanyaggal és adott esetben felületaktív anyaggal együtt.

Az (I) általános képletű vegyületeket a találmány szerint úgy állítják elő, hogy a (II) általános képletű vegyületeket Lewis-sav jelenlétében (III) általános képletű vegyületekkel reagáltatják – a képletekben R¹, R², R³ és A jelentése a fenti, és Z alkil- vagy fenilcsoportot jelent.



A leírás terjedelme: 14 oldal (1 lap ábra)

HU 203 646 B

A találmány hatóanyagként triazolszármazékokat tartalmazó, növényi növekedést szabályozó kompozíciókra vonatkozik. A találmány tárgya továbbá új eljárás hatóanyagok előállítására.

A 0046633 A sz. európai szabadalmi leírás (D) általános képletű vegyületeket, valamint azok savaddíciós sóit, étereit, észtereit és fémkomplexeit ismerteti – a képletben Y-CH- vagy -N- csoportot jelent, R¹ alkil-, cikloalkil- vagy adott esetben szubsztituált fenilcsoportot jelent, és R⁴ és R⁵ egymástól függetlenül hidrogénatomot, alkilcsoportot, cikloalkil-csoportot (például ciklopropil-, ciklopentil- vagy ciklo-hexil-csoportot) vagy adott esetben szubsztituált fenil- vagy benzilcsoportot jelent, vagy R⁴ és R⁵ együtt laktongyűrűt képez. Ezek a vegyületek fungicid és növényi növekedést szabályozó hatással rendelkeznek.

A 106515 sz. európai közzétételi irat a mezőgazdaságban és a gyógyászatban felhasználható, fungicid hatással rendelkező (A) általános képletű vegyületeket ismerteti – a képletben R 5-klór-pirid-2-il-csoportot vagy adott esetben egy, két vagy három fluor-, klór-, bróm-, trifluor-metil-, 1-4 szénatomos alkil- és/vagy 1-4 szénatomos alkoxi-szubsztituens hordozó fenilcsoportot jelent, R⁸ -CN, -CSNH₂ vagy -CONR⁴R⁵ képletű csoportot képvisel, és R⁷ és R⁶ hidrogénatomot vagy metilcsoportot jelent.

A 106515 sz. európai közzétételi irat az (A) általános képletű vegyületek előállításának közbeni termékeként ismerteti a (B) általános képletű vegyületeket – a képletben R, R⁷ és R⁶ az (A) általános képletnél felsorolt csoportokat jelenti.

A szakirodalomban nem található utalás arra nézve, hogy ezeknek a közbeni termékeknek bármiféle hatása lenne.

A találmány szerinti, növényi növekedést szabályozó

zó kompozíciók hatóanyagokként (I) általános képletű vegyületeket – a képletben

R¹ 1-4 szénatomos alkilcsoportot jelent,

R² és R³ egymástól függetlenül 1-4 szénatomos alkilcsoportot jelent, vagy R² és R³ a közbezárt szénatommal együtt 3-6 szénatomos cikloalkil-csoportot alkot, és

A egy vagy két halogénatommal vagy egy trifluor-metil-csoporttal szubsztituált fenilcsoportot jelent – tartalmaznak hígító-, hordozó- és/vagy segédanyagokkal együtt.

Az (I) általános képletű vegyületek egyes képviselői egy vagy több aszimmetriacentrumot tartalmaznak. Ezek a vegyületek rendszerint racém elegyek formájában képződnek. A racémátokból ismert módszerekkel különíthetjük el az egyedi izomereket. A találmány szerinti kompozíciók az (I) általános képletű vegyületek összes lehetséges izomerjét vagy izomer-elegyét tartalmazhatják hatóanyagokként.

Az (I) általános képletű vegyületekben R¹ előnyösen metil-, etil-, n-propil- vagy izopropilcsoportot jelent.

R² és R³ előnyösen metil- vagy etilcsoport lehet; a csoportok azonosak vagy eltérőek lehetnek. Ha R² és R³ a közbezárt szénatommal együtt cikloalkil-csoportot képez, a cikloalkil-csoport előnyösen ciklobutil- vagy ciklopentil-csoport lehet.

Az (I) általános képletű vegyületek közül különösen előnyös az a származék, amelynek képletében R¹, R² és R³ egyaránt metilcsoportot, míg A 2,4-diklór-fenilcsoportot jelent.

Az (I) általános képletű vegyületek egyes képviselőit az I. táblázatban soroljuk fel.

I. táblázat

(I) általános képletű vegyületek

A vegyület sorszáma	R ¹	R ²	R ³	A	Op. °C
1.	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	2,4-diklór-fenil	118,5-119,5
2.	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	2,4-diklór-fenil	96-97
3.	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	2,4-diklór-fenil	116-117
4.	-CH ₃	ciklopentil-		2,4-diklór-fenil	114-115
5.	-C ₂ H ₅	ciklobutil		2,4-diklór-fenil	100-102
6.	-CH ₃	ciklopentil-		4-(trifluor-metil)-fenil-	gumi
7.	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	4-(trifluor-metil)-fenil-	98-99
8.	-CH ₃	-CH ₃	-C ₂ H ₅	2,4-diklór-fenil	70,5-71,5

A találmány tárgya továbbá eljárás az (I) általános képletű triazolszármazékok előállítására oly módon, hogy a (II) általános képletű vegyületeket Lewis-sav, például titán-tetraklorid jelenlétében (III) általános képletű vegyületekkel reagáltatjuk – a képletekben

R¹, R², R³ és A jelentése a fenti és Z akil- vagy fenilcsoportot jelent.

A reakciót rendszerint oldószeres közegben, közömbös atmoszférában végezzük. A (III) általános képletű vegyületekben Z előnyösen rövidszénlácú al-

kilcsoportot, például metilcsoportot jelenthet. A terméket ismert módon különíthetjük el.

Ezzel az eljárással az (I) általános képletű vegyületeket megfelelő hozammal, egyetlen reakciótermékként állíthatjuk elő. Ezzel szemben a 106 515 sz. európai közzétételi iratban ismertetett eljárás a megfelelő vegyületeket kis hozammal, és jelentős mennyiségű β -lakton-vegyülettel szennyezett állapotban szolgáltatja; így például a 106 515 sz. európai közzétételi irat 41. példája szerint kapott termékelegy a kívánt (I) általános képletű vegyületet és a megfelelő β -lakton-származékot 1:4 tömegarányban tartalmazza.

A kiindulási anyagokként felhasznált (II) és (III) általános képletű vegyületeket ismert módszerekkel, például a következő közleményekben leírtak szerint állíthatjuk elő: JCS Chem. Commun. 136 (1971); J. Organomet. Chem. 46, 59 (1972); Synthesis 9, 723 (1982); Zh. Obsch. Khim. 2753 (1979).

Az (I) általános képletű vegyületek növényi növekedést szabályozó hatása például úgy érvényesül, hogy fás vagy lágy szárú egyszikű és kétszikű növények vegetatív növekedését visszaszorítják, vagy törpenövészt idéznek elő. Ez a növekedésgátlás számos haszonnövényben, például földimogyorón, gabonaféléken (így búzán, árpan és rizsen), olajrepcén, babon, napraforgón, burgonyán és szójababon előnyösen hasznosítható, mert a szármagasság csökkenése (ami adott esetben egyéb kedvező növekedési jelenségekkel, például a szár megerősödésével, megvastagodásával és megrövidülésével, az izközössz csökkenésével, a gyökérképződés fokozódásával és egyenesebb szár- és levélállással járhat együtt) következtében csökken a megdőlés veszélye, és ugyanakkor a növényekre nagyobb mennyiségű műtrágya vihető fel. A fás szárú növények növekedésének visszaszorítása például a távvezetékek alatt elhelyezkedő növények növekedésének szabályozására hasznosítható.

A széltörőként (például gyümölcsösök védelmére) ültetett fák növekedésének szabályozásával csökkenthetjük a visszavágási és metszési munkákat. A tülevelű fák növekedésének szabályozásával csökkenthetők a kertészeti munkák.

A csökkent mértékű növekedést vagy törpenövészt előidéző vegyületeket a cukornád szárnövekedésének módosítására is felhasználhatjuk; ezáltal nő a cukornád betakarításkori cukortartalma. Cukornád-ültetvényekben az (I) általános képletű vegyületeket a virágzás és az érés szabályozására is felhasználhatjuk. A földimogyoró növekedésének visszaszorítása megkönnyíti a termés betakarítását.

A fűfélék növekedésének lassítása révén csökkenthetők a füves pázsitok kezelési munkái. A találmány szerinti kompozíciók többek között a következő fűfélék növekedését lassítják: *Stenotaphrum secundatum*, *Cynosurus cristatus*, *Lolium multiflorum* és *perenne*, *Agrostis tenuis*, *Cynodon dactylon*, *Dactylis glomerata*, *Festuca*-félék (így *Festuca rubra*) és *Poa*-félék (így *Poa pratense*). Egyes hatóanyagok úgy gátolják a fűfélék növekedését, hogy eközben a kezelt növényekre semmiféle fitotoxikus hatást nem fejtenek ki,

és nem rontják a kezelt terület küllemét (elsősorban színét). Ezeket a vegyületeket előnyösen használhatjuk fel díszpázsitok és füves sétányok kezelésére. A hatóanyagok egyes képviselői a fűfélék virágfejlődését is befolyásolják.

A hatóanyagok egyes képviselői a fűfélék között élő gyomnövények, például sásfélék (így *Cyperus*-fajták) és kétszikű gyomnövények (így százsorszép, gombvirág, lósóska, útifű, aggófű, veronika és bogáncs) növekedését szelektíven gátolják. A nem természetesztet növényzet (például a fű és aljnövényzet) növekedésének lassítása révén csökkenthetők a kertészeti munkák.

A gyümölcsösökben – elsősorban a talajerózióknak nagy mértékben kitett helyeken – alapvetően fontos, hogy a talajt megfelelő aljnövényzet borítsa; az aljnövényzet túl gyors növekedése azonban jelentős fenntartási munkát igényel. A hatóanyagok ezen a területen igen jó eredménnyel hasznosíthatók, ugyanis lassítják az aljnövényzet növekedését, anélkül azonban, hogy kiirtanák az aljnövényzetet, ami talajerózióhoz vezetne. Az aljnövényzet növekedésének lassítása révén ezek a növények kevesebb tápanyagot vonnak el a talajból, ami a gyümölcsözshozam növekedéséhez vezethet. Egyes vegyületek bizonyos fűfélék növekedését jobban gátolják, mint más fűfélékéit; ezeket a szelektív hatású vegyületeket a pázsitok küllemének és minőségének javítására használhatjuk fel.

A hatóanyagok törpenövészt előidéző aktivitását különféle dísznövények, konyhakerti növények, kerti növények és gyógynövények (például Mikulásvirág, krizantém, szegfű, tulipán és nárcisz) miniatűrítésére is hasznosíthatjuk.

Miként már korábban közöltük, a hatóanyagok fás szárú növények növekedését is visszaszoríthatják. Ezt a hatást elsősorban a növények növekedésének szabályozására, továbbá gyümölcsfák (például alma-, körte- és cseresznyefák, szőlő stb.) alakjának módosítására és a metszési munkák csökkentésére hasznosíthatjuk. A hatóanyagok egyes tülevelű fák növekedését nem befolyásolják számottevő mértékben; ezeket a vegyületeket a fenyőfacsemeték környezetében élő nem kívánt növények növekedésének visszaszorítására hasznosíthatjuk.

A fentiekből megállapítható, hogy a hatóanyagok növényi növekedést szabályozó hatása egyes esetekben a terméshozam (gyümölcs-, gumó- vagy maghozam) növekedését eredményezheti.

Burgonya kezelése esetén csökkenthetjük a növény indázását, és megakadályozhatjuk a gumók tárolás közbeni csírázását.

A hatóanyagok más típusú növekedésszabályozó hatásokkal is rendelkeznek, így például megváltoztathatják a levelek által bezárt szöveget és módosíthatják a levelek morfológiáját (mindkét hatás azt eredményezheti, hogy a növényhez több fény jut, és a növény jobban hasznosíthatja a fényt), továbbá elősegítik az egyszikű növények bokrosodását. A fénybehatolás fokozódása az összes alapvető haszonnövény, például búza, árpa, rizs, kukorica, szójabab, cukorrépa, burgonya, ültetvényi növények és dísznövények szempontjából

rendkívül kedvező. A levelek által bezárt szög megváltozása a levelek elrendeződésének megváltozásához vezet, ami burgonya esetén például azt eredményezi, hogy több fény juthat a növényhez, fokozódik a fotoszintézis, és nő a gumók súlya. Az egyszikű növények (például rizs) bokrosodásának serkentése azt eredményezi, hogy nő a területegységre jutó virágzó hajtások száma, következésképpen nő a területegységre jutó maghozam. A hatóanyagok felhasználásával módosítható az egyszikű és kétszikű növények vegetatív és reproduktív részeinek aránya, ennek hatására – elsősorban gabonafélék, például búza, árpa, rizs és kukorica esetén – növelhető a területegységre jutó virágzó hajtások száma, és a kalászokban lévő magvak méreteloszlása kedvezően (a terméshozam növekedésének irányában) befolyásolható.

Rizsnövények és rizsföldek kezelésére a hatóanyagokat előnyösen használhatjuk fel granulátumok – például készletetett hatóanyag-felszabadulású granulátumok – formájában; ezeket a készítményeket a talajra, az elárasztáshoz használt vízbe, továbbá egyéb természetes közegbe vagy termőterületekre juttathatjuk. A pázsitkertészetben a bokrosodás fokozódása sűrűbb, tömöttebb pázsit kialakulásához vezet, így a pázsit jobban ellenáll az igénybevételeknek. Legelők kezelése esetén az új hatóanyagok hatására nő a fűhozam, és javul a takarmány minősége (például élvezhetősége és emészthetősége).

A találmány szerinti készítményekkel végzett kezelés hatására mélyülhet a növények leveleinek zöld színe. Egyes kétszikű növények – például szójabab és gyapot – kezelésekor fokozódhat az oldalhajtás-képződés.

A hatóanyagok meggátolhatják vagy legalábbis késleltethetik a cukorrépa virágzását, ami a cukorhozam növekedéséhez vezet, és számos egyéb haszonnövény virágzási jellemzőit is módosíthatják. Az (I) általános képletű vegyületek csökkenthetik a cukorrépa méreteit, anélkül azonban, hogy észrevehető mértékben csökkentenék a cukortartalmat; ennek következtében a cukorrépa sűrűbben ültethető. Ugyanezen hatás következtében egyéb gyökérnövények (például fehérrépa, karórépa, paszternák, cékla, yam és kasszava) ültetési sűrűsége is növelhető.

A hatóanyagok visszaszorítják a gyapot vegetatív növekedését, ami a terméshozam fokozódásához vezet. A terméshozam a betakarítási index (betakarított termés a teljes szárazanyag-mennyiséghez viszonyítva) növelésével is fokozható a szárazanyag-megosztás módosítása révén. Ez a megállapítás a korábban felsorolt gyökér-, gumó-, gabona-, fás szárú-, ültetvényi- és dísznövények mindegyikére érvényes.

A vegyületek fokozhatják a növények ellenálló képességét a mostoha környezeti körülményekkel szemben; a hatóanyagok ugyanis késleltetni tudják a növények kikelését, csökkentik a szárhosszat és késleltetik a virágzást. Ezek a hatások előnyösen hasznosíthatók a fagykárak megelőzésére olyan területeken, ahol télen a növényeket megfelelően vastag hótakaró borítja, a növények ugyanis a hideg időszak alatt a hótakaró

alatt maradnak. A hatóanyagok egyes képviselői a növények szárazság- vagy hidegtűrő képességét is növelhetik.

Ha a hatóanyagokat kis mennyiségben magvak kezelésére használjuk, a vegyületek serkenthetik a növények növekedését.

Megjegyezzük, hogy az (I) általános képletű vegyületek nem minden képviselője rendelkezik az összes fent felsorolt növényi növekedést szabályozó hatással. Az (I) általános képletű vegyületek igen sokféle egyszikű és kétszikű növényen erős növekedésgátló hatást fejtenek ki, és rendszerint igen nagy mértékben csökkentik a növények izközhosszát és összmagasságát. Az izközhossz és az összmagasság csökkenése révén jelentősen visszaszorul a növények megdőlésének veszélye. Ez a hatás a legerősebben a gabonaféléken, így tavaszi árpán és elsősorban rizsen érvényesül. Rizs kezelése esetén a hatóanyagok már igen kis mennyiségben felvive is igen erős hatást fejtenek ki. Tavaszi árpa kezelésekor azonos hatás eléréséhez a rizs kezeléséhez szükségesnél nagyobb mennyiségű hatóanyagra van szükség. Tavaszi árpa kezelésekor esetenként kedvezőbb eredményeket érhetünk el, ha az (I) általános képletű vegyületeket kiegészítő növényi növekedést szabályozó hatóanyagokkal, például kvaterner ammónium-vegyületekkel, így klórmequat-kloriddal együtt használjuk. A kezelés hatására a növekedés visszaszorításával párhuzamosan rendszerint jelentősen mélyül a növények zöld színe.

A növekedésszabályozáshoz szükséges hatóanyag-mennyiség több tényezőtől, köztük a kezelendő növény fajtájától és a hatóanyag jellegétől függően változik; a hatóanyagokat azonban rendszerint 0,01–15 kg/hektár, célszerűen 0,1–5 kg/hektár mennyiségben visszük fel a kezelendő területre. Nagyhatású vegyületek alkalmazásakor (így például ha az 1. példa szerint előállított vegyületet rizs kezelésére használjuk) 0,01 kg/hektárnál kisebb mennyiségű hatóanyag – például 0,001 kg/hektár hatóanyag – felvitelkor is megfelelő eredményeket érhetünk el. Amennyiben a hatóanyagokból biológiailag lebontható polimerek felhasználásával nyújtott hatóanyag-felszabadulású granulátumokat készítünk, 1–10 g/hektár hatóanyag-mennyiséggel is megfelelő eredményeket érhetünk el. Elektrodinamikus permetezéssel tovább csökkenthetjük a kezeléshez szükséges hatóanyag-mennyiséget.

Megjegyezzük, hogy egyes növényeken (elsősorban kétszikű növényeken) a hatóanyagok a fent közölt mennyiségi tartományok felső határértékéhez közel eső mennyiségben felvive nem kívánt fitotoxikus hatást idéznek elő. A nem kívánt hatások még elfogadható szintje az adott növényfajtától és az elérni kívánt növekedésszabályozó hatástól függően változik. A kezeléshez előnyösen kis mennyiségben felvihető, nagyhatású vegyületeket használunk; ekkor ugyanis kis mennyiségű hatóanyag felvitelkor alig észlelhető fitotoxikus mellékhatás. Előnyösen úgy járunk el, hogy minden egyes vegyület esetén rutin előkísérletekkel meghatározzuk az adott cél eléréséhez legalkalmasabb felviteli arányt.

A hatóanyagokat a mezőgazdaságban kompozíciók formájában használjuk fel. A találmány szerinti, növényi növekedést szabályozó kompozíciók hatóanyagokként (I) általános képletű vegyületeket tartalmaznak, hígító-, hordozó- és/vagy segédanyagokkal együtt.

A találmány szerinti kompozíciókat közvetlenül a növények leveleire juttathatjuk, bokrok vagy fák fás száraira vihetjük fel, a kompozíciókkal magvakat kezelhetünk, a kompozíciókat a magvak vetésterületére vagy a növények, bokrok és fák növekedésének helyére juttathatjuk. A kompozíciókat permetezéssel, porlasztással, krémszerű vagy pépes készítmény formájában, gőzalakban vagy nyújtott hatóanyag-felszabadulást biztosító granulátumokként juttathatjuk a kezelendő területre. A kompozíciókkal a növény bármely részét (például levézetét, szárát, ágait vagy gyökereit), a gyökereket körülvevő talajt vagy a vetőmagvakat egyaránt kezelhetjük. A kompozíciókat a talajba, az elárasztáshoz felhasznált vízbe vagy a vízkultúrák termesztőközegekbe egyaránt beadagolhatjuk. A kompozíciókat egyes esetekben növényekbe vagy fákba injektálhatjuk, vagy elektrodinamikus permetezéssel a növekedésben lévő növényekre juttathatjuk.

A „növény” megjelölésen a leírásban és az igénypontosorozatban a palántákat, bokrokat és fákat is értjük.

A kompozíciók például beporzásra alkalmas porkészítmények vagy granulátumok lehetnek, amelyek a hatóanyagon kívül szilárd hordozó- vagy hígítóanyagot, például töltőanyagot, így kaolint, bentonitot, szilikagélt, dolomitot, kalcium-karbonátot, Hewitt-földet, talkumot, porított magnézium-oxidot, fullerföldet, gipszet, diatómaföldet és/vagy porcelánföldet is tartalmaznak. A granulátumok talajra közvetlenül felvihető készítmények lehetnek. A granulátumokat úgy állíthatjuk elő, hogy a hordozóanyagból pasztillákat készítünk és a pasztillákat hatóanyaggal itatjuk át, vagy a hordozóanyag és a hatóanyag keverékét szemcsézzük. A magcsávázásra alkalmas készítmények a készítmény tapadását fokozó anyagot (például ásványolajat) is tartalmazhatnak. Magcsávázásra a hatóanyag szerves oldószerekkel (például N-metil-pirrolidonnal vagy dimetil-formamiddal) készített oldatait vagy finoman elosztatott hatóanyagot tartalmazó vizes szuszpenziókat vagy emulziókat is felhasználhatunk.

A kompozíciók továbbá diszpergálható porkészítmények, granulátumok vagy szemcsék lehetnek, amelyek a folyadékokban való diszpergálódás elősegítése érdekében nedvesítőszert is tartalmaznak. Ezek a készítmények töltőanyagokat és szuszpendálószereket is tartalmazhatnak.

A kompozíciók vizes diszperziók vagy emulziók is lehetnek. Ezeket a készítményeket úgy állíthatjuk elő, hogy a hatóanyag(oka)t adott esetben egy vagy több nedvesítőszert, diszpergálószert vagy emulgeálószer is tartalmazó szerves oldószerben oldjuk, majd az oldatot vízhez adjuk, amely adott esetben szintén tartalmazhat egy vagy több diszpergáló-, nedvesítő- vagy

emulgeálószer. Szerves oldószerként például etiléndikloridot, izopropil-alkoholt, propilén-glikolt, diaceton-alkoholt, toluolt, kerozint, metil-naftalint, xilolokat, triklór-etilént, furfuril-alkoholt, tetrahidrofurfuril-alkoholt és glikolétereket (így 2-etoxi-etanol és 2-butoxi-etanol) használhatunk.

A permetezéssel felviendő készítmények aeroszolos kompozíciók is lehetnek, amelyek a hatóanyagon kívül hajtóanyagot, például fluor-triklór-metánt vagy diklór-difluor-metánt is tartalmazhatnak. Hajtóanyagként szénhidrogén (például bután) és víz emulzióját is használhatjuk. Ezeket a készítményeket atmoszferikusnál nagyobb nyomás alatt tartályokba töltjük, és így hozzuk forgalomba.

A hatóanyagokat száraz állapotban pirotechnikai keverékekkel elegyíthetjük, és így zárt térben füstölésre alkalmas kompozíciókat állíthatunk elő.

A hatóanyagból mikrokapszulás készítményeket is előállíthatunk. A hatóanyagokat továbbá biológiailag lebontható polimerekbe dolgozhatjuk be; ekkor készíthetünk hatóanyag-felszabadulási készítményekhez jutunk.

A kompozíciókhoz a kívánt felhasználási célnak megfelelő egyéb segédanyagokat, például a kompozíció tapadóképeségét, a hatóanyag eloszlását és a felvitt kompozíció esőállóságát javító anyagokat is adhatunk.

A hatóanyagokat műtrágyákkal, például nitrogén-, kálium- vagy foszfortartalmú műtrágyákkal elegyítve is felhasználhatjuk. Különösen előnyösek a kizárólag hatóanyagból és műtrágyából álló granulátus készítmények, például a hatóanyaggal bevont műtrágya-granulátumok. Ezek a granulátumok rendszerint legfőképpen 25 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A kompozíciók továbbá elárasztásra vagy permetezésre alkalmas folyékony készítmények lehetnek. Ezek a folyékony készítmények rendszerint vizes diszperziók vagy emulziók, amelyek a hatóanyagon kívül egy vagy több felületaktív anyagot, például nedvesítőszert, diszpergálószert, emulgeálószer vagy szuszpendálószert is tartalmaznak. Ide tartoznak az elektrodinamikus permetezőberendezéssel felvihető permetlevek is.

A felületaktív anyagok például kationos, anionos és nemionos anyagok lehetnek. A kationos felületaktív anyagok közül példaként a kvaterner ammónium-vegyületeket, így a cetil-trimetil-ammónium-bromidot említjük meg.

Az anionos felületaktív anyagok például szappanok, alifás kénsav-monoészter-sók (így nátrium-lauril-szulfát), szulfonált aromás vegyületek sói (így nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, nátrium-, kalcium- vagy ammónium-lignin-szulfonát, butil-naftalin-szulfonát, nátrium-di- és -tri-izopropil-naftalin-szulfonát elegye) és hasonlóak lehetnek.

A nemionos felületaktív anyagok közül példaként a következőket soroljuk fel: etilén-oxid zsíralkoholokkal, például oleil- vagy cetil-alkohollal vagy alkil-fenollokkal, így oktil-fenollal, nonil-fenollal vagy oktil-krezollal képezett kondenzációs termékei, hosszú szén-

láncú zsírsavakból és hexit-anhidridekből levezethető részleges észterek, az utóbbi részleges észterek etilén-oxiddal képezett kondenzációs termékei, továbbá a lecitinek. Szuszpendálószerként hidrofíll kolloidokat [például poli(vinil-pirrolidon)-t vagy nátrium-karboxi-metil-cellulózt] vagy növényi gumikat (például akácia-gumit vagy tragakant-gumit) használhatunk fel.

A vizes diszperziók vagy emulziók formájában felhasználandó készítményeket rendszerint nagy hatóanyag-tartalmú koncentrátumokként hozzuk forgalomba, amelyeket közvetlenül a felhasználás előtt hígítunk vízzel a kívánt végső koncentrációra. A koncentrátumokkal szemben leggyakrabban támasztott követelmény az, hogy hosszú időn át tárolhatóak legyenek, és tárolás után hígítva megfelelően hosszú ideig homogén, vízománys vagy elektrodinamikus permetezőberendezéssel könnyen felvihető permetleveket képezzenek. A koncentrátumok rendszerint legfőbb 95 tömeg%, célszerűen 10–85 tömeg% (például 25–60 tömeg%) hatóanyagot tartalmaznak. A koncentrátumokhoz szerves savakat, például alkaril- vagy aril-szulfonsavakat, így szilol-szulfonsavakat vagy dodecil-benzol-szulfonsavakat is adhatunk; a szerves savak ugyanis fokozzák a hatóanyag oldhatóságát a koncentrátumok előállításához gyakran felhasznált poláros oldószerekben. A koncentrátumok előnyösen viszonylag nagy mennyiségű felületaktív anyagokat tartalmaznak annak érdekében, hogy vizes hígítás után megfelelően stabil emulziót képezzenek. A vízzel hígított, használatra kész vizes elegyek hatóanyag-tartalma a felhasználás céljától függően viszonylag széles határok között változhat; rendszerint azonban 0,0005–10 tömeg%, például 0,01–10 tömeg% hatóanyagot tartalmazó készítményeket használunk fel.

A találmány szerinti kompozíciókhoz adott esetben egy vagy több további biológiai aktív anyagot, például az (I) általános képletű vegyületekhez hasonló vagy azt kiegészítő hatású egyéb növényi növekedést szabályozó anyagot, fungicid hatóanyagot, herbicid hatóanyagot vagy inszekticid hatóanyagot is keverhetünk.

Fungicid hatóanyagokként például gabonafélék (így búza) kalászaiban élősködő gombakártevőkkel, így Septoria, Gibberella és Helminthosporium-fajtákkal, magvakon élősködő és talajban élő gombakártevőkkel, szőlő-lisztharmattal, alma-lisztharmattal és alma-varasodással szemben hatásos vegyületeket használhatunk fel. A fungicid hatóanyagok közül példaként a következőket soroljuk fel: imazalil, benomil, karbendazim, tiofanát-metil, kaptafol, kaptan, kén, triforin, dodemorf, tridemorf, pirazophos, furalaxil, etirimol, teknazen, procymidin, iprodion, metalaxyl, forsetyl-alumínium, karboxin, oxikarboxin, fenarimol, nuarimol, fenfuram, metfuroxan, nitrotral-izopropil, triadimefon, tiabendazol, etridiazol, triadimenol, biloxazol, ditianon, binapakril, konometionát, guazatin, dodin, fentin-acetát, fentin-hidroxid, dinokap, folpet, diklofluamid, ditalimphos, kitazin, cikloheximid, diklobut-

azol, ditio-karbamátok, rézvegyületek, higanyvegyületek, 1-(2-ciano-2-metoxi-imino-acetil)-3-etil-karbamid, fenaponil, ofurace, propikonazol, etakonazol, fenpropemorf és fenpropidin.

5 A hatóanyagokat talajhoz, tőzeghez vagy egyéb gyökereztető közegekhez keverhetjük, és így a növényeknek védelmet biztosíthatunk a magvakon élősködő, talajban élő vagy leveleket károsító gombafajokkal szemben.

10 Inszekticid hatóanyagokként például pirimort, cronatont, dimetoátot, metasystoxot, piretroidokat vagy formotiont használhatunk fel.

További növekedésszabályozó hatóanyagokként olyan vegyületeket használhatunk fel, amelyek irtják a gyomnövényeket vagy gátolják a gyomnövények magképződését, javítják az (I) általános képletű vegyületek növényi növekedést szabályozó hatásának erősségét vagy tartalmát, szelektíven visszaszorítják a nem kívánt növények (például fűfélék) növekedését, vagy gyorsítják vagy késleltetik az (I) általános képletű vegyületek növekedésszabályozó hatásának beálltát. A további növényi növekedést szabályozó hatóanyagok herbicid hatással is rendelkezhetnek.

A további növényi növekedést szabályozó hatóanyagok közül példaként a következőket soroljuk fel: gibberellinek (így GA₃, GA₄ és GA₇), auxinok (így indol-ecetsav, indol-vaicsav, naftoxi-ecetsav és naftil-ecetsav), citokininek (így kinetin, difenil-karbamid, benzimidazol, benzil-adenin és benzil-amino-purin), fenoxi-ecetsavak (így 2,4-D és MCPA), szubsztituált benzoéssav-származékok (így trijód-benzoéssav), morfaktinok (így klórfluorecol), maleinsav-hidrazid, glüfozát, glüfozin, hosszú szénláncú zsírsavak és zsírsavak, dikegulac, fluoridamid, mefluid, szubsztituált kvaterner ammónium- és foszfónium-vegyületek (így klórmequat*, klórionium, foszfonil D és mepiquat*), etefon, karbetamid, metil-3,6-diklór-anizát, daminozid*, azulam, abszcizinsav, izopirimol, 1-(4-klór-fenil)-4,6-dimetil-2-oxo-1,2-dihidro-piridin-3-karbonsav, hidroxil-benzonitrilek (így bromoxinil), difenzoquat*, benzoil-prop-etil 3,6-diklór-pikolinsav, unikonazol, triapentenol, flurprimidol, paklobutrazol, tetciklacs, teknazen és amidiklór. A felsorolt vegyületek egyes képviselői – így a kvaterner ammónium-vegyületek és a csillaggal megjelölt származékok – szinergetikusan fokozhatják az (I) általános képletű vegyületek növényi növekedést szabályozó hatását.

Egyes alkalmazási területeken (így például ha a készítményeket injektálással juttatjuk fákba vagy növényekbe) előnyt jelent, ha a hatóanyag viszonylag jól, azaz például 30 milliomodrésznél nagyobb koncentrációban oldódik vízben. Az (I) általános képletű vegyületeket erre a célra vizes oldataik formájában vagy injektálható szerves oldószerekkel (például rövidszénláncú alkohollal) készített oldat formájában használhatjuk fel.

Más esetekben előnyt jelent, ha a hatóanyag viszonylag rövid idő alatt elbomlik a talajban, mert így megelőzhető a hatóanyag átvitele a kezelt parcellákkal szomszédos területekre, illetve a kezelt parcellába

utóbbi ültetendő növényekre. Ilyen esetekben előnyös, ha a hatóanyag talajban való lebomlásának félideje 20 hétnél rövidebb.

A találmányt az oltalmi kör korlátozása nélkül az alábbi példákban részletesen ismertetjük. A példákban az NMR spektrumok adatait δ értékekben, míg az infravörös spektrumok adatait ν értékekben adtuk meg.

1. példa

3-(2,4-Diklór-fenil)-3-hidroxi-2,2-dimetil-4-(1,2,4-triazol-1-il)-butánkarbonsav-metil-észter (1. sz. vegyület) előállítása

5,89 g 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenon 150 ml vízmentes diklór-metánnal készített oldathoz keverés közben, argon atmoszférában, -78°C -on 5 perc alatt 2,74 ml titán-tetraklorid 10 ml vízmentes diklór-metánnal készített oldatát adjuk. A reakcióelegyet további 15 percig -78°C -on keverjük, majd az elegyhez 15 perc alatt 5 ml 1-(trimetil-szilil-oxi)-1-metoxi-2-metil-propén 10 ml vízmentes diklór-metánnal készített oldatát adjuk. A reakcióelegyet 4 órán át -78°C -on keverjük. Az elegyhez 150 ml 5 tömeg%-os vizes kálium-karbonát oldatot, majd 100 ml vizet adunk. A kapott szuszpenzióból kiszűrjük a titán-vegyületeket, és a szűrőleplenyt 100 ml diklór-metánnal mossuk. A szűrlet szerves fázisát elkülönítjük, és a vizes fázist kétszer 100 ml diklór-metánnal extraháljuk. A szerves oldatokat egyesítjük, vízzel semlegesre mossuk, vízmentes magnézium-szulfát fölött szárítjuk, szűrjük, végül csökkentett nyomáson bepároljuk. A kapott szintelen szilárd maradékot szilikagélen végzett gyorskromatográfiával tisztítjuk; eluálószerként etil-acetátot használunk. A termék az első eluátum-frakcióból különíthető el. A terméket diklór-metánban oldjuk, az oldatot csontszénnel derítjük, szűrjük, és a szűrletet csökkentett nyomáson bepároljuk. 5,1 g (62%) szintelen, szilárd terméket kapunk; op.: 118,5–119,5 $^\circ\text{C}$.

Infravörös spektrum sávjai: 3100, 3050, 1720 cm^{-1} .
NMR spektrum vonalai: 1,28 (6H, d), 3,7–3H, s), 5,3 (2H, AB-q), 5,85 (1H, széles s), 7,2 (2H, m), 8,18, 7,73 (2H, 2s), 7,85 (1H, széles d) ppm.

Elemzési adatok:

számított: C: 50,29%, H: 4,78% N: 11,73%;
talált: C: 50,49%, H: 4,61% N: 11,69%.

2. példa

3-(2,4-Diklór-fenil)-3-hidroxi-2,2-dietil-4-(1,2,4-triazol-1-il)-butánkarbonsav-metil-észter (2. sz. vegyület) előállítása

2,53 g (9,9 mmól) 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenon 5 ml/mmól vízmentes diklór-metánnal készített oldathoz -78°C -on, közömbös atmoszférában 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetraklorid 1 ml/mmól vízmentes diklór-metánnal készített oldatát adjuk. 15 perc elteltével az elegyhez 2 g (9,9 mmól) 2-etil-1-metoxi-1-(trimetil-szilil-oxi)-but-1-én 1 ml/mmól vízmentes diklór-metánnal készített oldatát adjuk, és az elegyet 4 órán át keverjük. A reakcióelegyet vizes káli-

um-karbonát oldat beadagolásával elbontjuk, majd vízbe öntjük. A szerveset sokat kiszűrjük és kétszer 100 ml diklór-metánnal mossuk. A szerves fázist elválasztjuk, és a vizes fázist kétszer 100 ml diklór-metánnal extraháljuk. A szerves oldatokat egyesítjük, vízzel mossuk, magnézium-szulfát fölött szárítjuk, és az oldószert lepároljuk. A maradékot szilikagélen gyorskromatográfiával tisztítjuk, eluálószerként benzín és etil-acetát elegyét használjuk. 1,55 g (41%) fehér, szilárd, 96–97 $^\circ\text{C}$ -on olvadó terméket kapunk.

Elemzési adatok ($\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3$):

számított: C: 52,9%, H: 5,5% N: 10,9%;

talált: C: 53,3%, H: 5,5% N: 10,7%.

Infravörös spektrum sávjai: 3200, 3100, 2900, 1750, 1450, 1370, 1230, 1130, 1080, 1020, 880, 860, 800, 720, 600 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, CDCl_3): 0,72 (3H, t, J=7,2 Hz), 0,88 (3H, t, J=7,2 Hz), 1,80 (2H, q, J=7,2 Hz), 2,12 (2H, q, J=7,2 Hz), 3,70 (3H, s), 4,72 (1H, d, J=14,4 Hz), 5,76 (1H, s), 5,98 (1H, d, J=14,4 Hz), 7,12 (1H, d, J=9 Hz), 7,18 (1H, s), 7,70 (1H, s), 7,83 (1H, d, J=9 Hz), 8,12 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcscértékei: m/e 386 ($\text{M}+\text{H}^+$), 354, 303, 271, 256, 214, 173.

3. példa

3-(2,4-Diklór-fenil)-3-hidroxi-2,2-dietil-4-(1,2,4-triazol-1-il)-butánkarbonsav-etil-észter (3. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, azonban 2,53 g (9,9 mmól) 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenonból, 2,14 g (9,9 mmól) 1-etoxi-2-etil-1-(trimetil-szilil-oxi)-but-1-énből és 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetrakloridból indulunk ki. 0,9 g (23%) fehér, szilárd, 116–117 $^\circ\text{C}$ -on olvadó terméket kapunk.

Elemzési adatok ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3$):

számított: C: 54,0%, H: 5,8% N: 10,5%;

talált: C: 54,1%, H: 5,8% N: 10,3%.

Infravörös spektrum sávjai: 3150, 3100, 2900, 1710, 1580, 1500, 1450, 1360, 1270, 1230, 1200, 1130, 1080, 1020, 960, 880, 860, 820, 800, 720, 670, 600 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, CDCl_3): 0,73 (3H, t, J=7,2 Hz), 0,88 (3H, t, J=7,2 Hz), 1,24 (3H, t, J=5,4 Hz), 1,82 (2H, q, J=7,2 Hz), 2,12 (2H, q, J=7,2 Hz), 4,20 (2H, q, J=5,4 Hz), 4,75 (1H, d, J=14,4 Hz), 5,76 (1H, s), 6,0 (1H, d, J=14,4 Hz), 7,14 (1H, d, J=9 Hz), 7,18 (1H, s), 7,71 (1H, s), 7,88 (1H, d, J=9 Hz), 8,14 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcscértékei: 399 (M^+), 317, 256, 214, 158 (100%).

4. példa

1-(Metoxi-karbonil)-1-[α -hidroxi- α -(2,4-diklór-fenil)- β -(1,2,4-triazol-1-il)-etil]-ciklopentán (4. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, de 2,53 g (9,9 mmól) 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenonból, 1,98 g (9,9 mmól) 1-[1-metoxi-1-(trimetil-szilil-oxi)-metilidén]-ciklopentánból és 1,88 g (9,9 mmól)

titán-tetrakloridból indulunk ki. 1,52 g (40%) fehér, szilárd, 114–115,5 °C-on olvadó terméket kapunk.

Elemzési adatok ($C_{17}H_{19}Cl_2N_3O_3$):

számított: C: 53,1%, H: 5,0% N: 10,9%;

talált: C: 52,5%, H: 5,1% N: 10,8%.

Infravörös spektrum sávjai: 3150, 3100, 2900, 1715, 1590, 1450, 1370, 1270, 1200, 1160, 1090, 1060, 1020, 920, 800, 670 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, $CDCl_3$): 1,3–2,3 (8H, m), 3,70 (3H, s), 4,54 (1H, d, $J = 14,4$ Hz), 5,8–6,0 (1H, d, $J = 6,3$ Hz), 7,16 (1H, s), 7,64 (1H, s), 7,85 (1H, d, $J = 6,3$ Hz), 8,17 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcsértékei: m/e 383 (M^+), 316, 256, 173 (100%).

5. példa

1-(Etoxi-karbonil)-1-[α -hidroxi- α -(2,4-diklór-fenil)- β -(1,2,4-triazol-1-il)-etil]-ciklobután (5. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, de 2,53 g (9,9 mmól) 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenonból, 1,98 g (9,9 mmól) 1-[1-etoxi-1-(trimetil-szilil-oxi)-metilidén]-ciklobutánból és 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetrakloridból indulunk ki. 1,13 g (30%) fehér, szilárd, 100–102 °C-on olvadó terméket kapunk.

Elemzési adatok ($C_{17}H_{19}Cl_2N_3O_3$):

számított: C: 53,1%, H: 5,0% N: 10,9%;

talált: C: 52,3%, H: 5,0% N: 10,7%.

Infravörös spektrum sávjai: 3150, 3100, 2900, 1710, 1590, 1450, 1370, 1290, 1200, 1140, 1070, 1020, 800, 720, 600 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, $CDCl_3$): 1,14 (3H, t, $J = 6,3$ Hz), 1,6–2,8 (6H, m), 4,11 (2H, q, $J = 6,3$ Hz), 4,54 (1H, d, $J = 14,4$ Hz), 5,32 (1H, s), 5,62 (1H, d, $J = 14,4$ Hz), 7,1–7,28 (2H, m), 7,66 (1H, d, $J = 7,2$ Hz), 7,76 (1H, s), 8,14 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcsértékei: m/e 384 ($M + H^+$), 383, 256, 214 (100%), 173.

6. példa

1-(Metoxi-karbonil)-1-[α -hidroxi- α -(4-(trifluor-metil)-fenil)- β -(1,2,4-triazol-1-il)-etil]-ciklopentán (6. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, de 2,53 g (9,9 mmól) 2-(1,2,4-triazol-1-il)-4'-(trifluor-metil)-acetofenonból, 1,98 g (9,9 mmól) 1-[1-metoxi-1-(trimetil-szilil-oxi)-metilidén]-ciklopentánból és 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetrakloridból indulunk ki. 1,71 g (45%) halványsárga, gumyszerű terméket kapunk.

Elemzési adatok ($C_{18}H_{20}F_3N_3O_3$):

számított: C: 56,4%, H: 5,3% N: 11,0%;

talált: C: 55,0%, H: 5,5% N: 10,6%.

Infravörös spektrum sávjai: 3350, 3100, 2950, 1700, 1610, 1500, 1400, 1320, 1270, 1160, 1110, 1060, 1000, 950, 920, 825, 720, 670, 650, 610 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, $CDCl_3$): 1,4–2,2 (8H, m), 3,64 (3H, s), 4,70 (1H, d, $J = 14,4$ Hz), 5,25 (1H, d, $J = 14,4$ Hz), 5,52 (1H, s), 7,47 (4H, s), 7,74 (1H, s), 7,98 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcsértékei: m/e 384 ($M + H^+$), 364, 352, 301, 256, 145, 83 (100%).

7. példa

3-[4-(Trifluor-metil)-fenil]-3-hidroxi-2,2-dimetil-4-(1,2,4-triazol-1-il)-butánkarbonsav-metil-észter (7. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, de 2,53 g (9,9 mmól) 2-(1,2,4-triazol-1-il)-4'-(trifluor-metil)-acetofenonból, 1,73 g (9,9 mmól) 1-metoxi-2-metil-1-(trimetil-szilil-oxi)-propénből és 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetrakloridból indulunk ki. 1,61 g (46%) fehér, szilárd, 98–99 °C-on olvadó terméket kapunk.

Elemzési adatok ($C_{16}H_{18}F_3N_3O_3$):

számított: C: 53,8%, H: 5,1% N: 11,8%;

talált: C: 53,4%, H: 5,0% N: 11,7%.

Infravörös spektrum sávjai: 3150, 3100, 2900, 1700, 1605, 1510, 1450, 1370, 1320, 1280, 1200, 1150, 1110, 1080, 1060, 970, 840, 715, 675, 620 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai ($CDCl_3$): 1,23 (3H, s), 1,27 (3H, s), 3,68 (3H, s), 4,98 (2H, dd, $J = 14,4$ és 40 Hz), 5,56 (1H, széless), 7,51 (4H, s), 7,74 (1H, s), 7,98 (1H, s) ppm.

Tömegspektrum csúcsértékei: m/e 338 ($M^+ - F$), 326, 256, 173 (100%), 145.

8. példa

3-(2,4-Diklór-fenil)-3-hidroxi-2-metil-2-etil-4-(1,2,4-triazol-1-il)-butánkarbonsav-metil-észter (8. sz. vegyület) előállítása

A 2. példában leírtak szerint járunk el, de 2,53 g (9,9 mmól) 2',4'-diklór-2-(1,2,4-triazol-1-il)-acetofenonból, 1,86 g (9,9 mmól) 1-metoxi-2-metil-1-(trimetil-szilil-oxi)-but-1-énből és 1,88 g (9,9 mmól) titán-tetrakloridból indulunk ki. 1,98 g (54%) halványsárga, szilárd, 70,5–71,5 °C-on olvadó terméket kapunk. A termék két izomer elegye.

Elemzési adatok ($C_{16}H_{19}Cl_2N_3O_3$):

számított: C: 51,6%, H: 5,1% N: 11,3%;

talált: C: 50,8%, H: 4,9% N: 10,8%.

Infravörös spektrum sávjai: 3150, 3100, 2900, 1710, 1580, 1450, 1370, 1230, 1140, 1080, 1020, 880, 845, 800, 730, 675, 600 cm^{-1} .

NMR spektrum vonalai (90 MHz, $CDCl_3$): 0,82 (2H, t, $J = 7,2$ Hz), 0,84 (3H, t, $J = 7,2$ Hz), 1,14 (3H, s), 1,19 (3H, s), 1,5–2,36 (4H, m), 3,74 (3H, s), 3,75 (3H, s), 4,65 (1H, d, $J = 13,5$ Hz), 4,80 (1H, d, $J = 13,5$ Hz), 5,31 (1H, s), 5,80 (1H, s), 6,0 (1H, d, $J = 13,5$ Hz), 6,02 (1H, d, $J = 13,5$ Hz), 7,08–7,28 (4H, m), 7,74 (2H, s), 7,87 (2H, d, $J = 8,1$ Hz), 8,17 (1H, s), 8,21 (1H, s), ppm.

Tömegspektrum csúcsértékei: m/e 372 ($M + H^+$), 304, 256, 214, 173 (100%).

9. példa

Emulgeálható koncentrátum

A következő összetételű emulgeálható koncentrátumot állítjuk elő:

Hatóanyag (1. sz. vegyület)	10 tömeg%
Kalcium-dodecil-benzol-szulfát	5 tömeg%
Synperonic NP13	5 tömeg%
Aromasol H	80 tömeg%

A komponenseket összemérjük, és az elegyet a komponensek teljes mértékű feloldódásáig keverjük.

10. példa

Granulátum

A következő összetételű, folyadékokban (például vízben) könnyen diszpergálható granulátumot állítjuk elő:

Hatóanyag (2. sz. vegyület)	50,0 tömeg%
Dispersol T	25,0 tömeg%
Synperonic NP5	1,5 tömeg%
Nátrium-acetát	23,5 tömeg%

Az első három komponenst víz jelenlétében összeőröljük, majd az őrleménybe bekeverjük a nátrium-acetátot. A kapott masszát szárítjuk és 44–100 méretű brit szabvány szerinti szítán szítáljuk.

11. példa

Diszpergálható porkészítmény

A komponensek összeőrlésével állítjuk elő a következő összetételű, folyadékokban könnyen diszpergálható porkészítményt:

Hatóanyag (3. sz. vegyület)	45,0 tömeg%
Dispersol T	5,0 tömeg%
Synperonic NX	0,5 tömeg%
Cellofas B600	2,0 tömeg%
Porcelánföld por (GTY)	47,5 tömeg%

12. példa

Granulátum

A következő összetételű granulátumot állítjuk elő:

Hatóanyag (4. sz. vegyület)	5 tömeg%
Attapulgit granulátum	95 tömeg%

A hatóanyagot acetonban oldjuk, és az oldatot attapulgit granulátumra permetezzük. Ezután az oldószert elpárologtatjuk.

13. példa

Magcsávázószer

A komponensek összekeverésével állítjuk elő a következő összetételű magcsávázószert:

Hatóanyag (5. sz. vegyület)	50 tömeg%
Ásványolaj	2 tömeg%
Porcelánföld	48 tömeg%

14. példa

Beporzószer

A komponensek összekeverésével állítjuk elő a következő összetételű beporzószert:

Hatóanyag (6. sz. vegyület)	5 tömeg%
Talkum	95 tömeg%

15. példa

Szuszpenzió

A következő összetételű szuszpenziót állítjuk elő:

Hatóanyag (7. sz. vegyület)	40 tömeg%
Dispersol T	4 tömeg%
Synperonic NP5	1 tömeg%
Víz	55 tömeg%

Az első három komponenst golyós malomban összeőröljük, majd az őrleményt vízben szuszpendáljuk.

16. példa

Diszpergálható porkészítmény

A komponensek összekeverésével és a keverék őrléses homogenizálásával állítjuk elő a következő összetételű diszpergálható porkészítményt:

5	Hatóanyag (8. sz. vegyület)	25 tömeg%
	Aerosol OT/B	2 tömeg%
	Dispersol AC	5 tömeg%
	Porcelánföld	28 tömeg%
10	Szilícium-dioxid	40 tömeg%

17. példa

Diszpergálható porkészítmény

A komponensek összekeverésével és a keverék őrléses homogenizálásával állítjuk elő a következő összetételű diszpergálható porkészítményt:

15	Hatóanyag (1. sz. vegyület)	25 tömeg%
	Permal BX	1 tömeg%
20	Dispersol T	5 tömeg%
	Poli (vinil-pirrolidon)	10 tömeg%
	Szilícium-dioxid	25 tömeg%
	Porcelánföld	34 tömeg%

18. példa

Diszpergálható porkészítmény

A komponensek összekeverésével és a keverék őrléses homogenizálásával állítjuk elő a következő összetételű diszpergálható porkészítményt:

30	Hatóanyag (1. sz. vegyület)	25 tömeg%
	Aerosol OT/B	2 tömeg%
	Dispersol A	5 tömeg%
	Porcelánföld	68 tömeg%

19. példa

Granulátum

A következő összetételű granulátumot állítjuk elő:

40	Hatóanyag (1. sz. vegyület)	95 tömeg%
	Porcelánföld granulátum	5 tömeg%

A hatóanyagot diklór-metánban oldjuk, az oldatot porcelánföld granulátumra permetezzük, majd az oldószert elpárologtatón hagyjuk.

45 A 9–19. példában kereskedelmi névvel jelölt komponensek kémiai összetétele a következő:

Synperonic

NP13: 1 mól nonil-fenol 13 mól etilén-oxiddal képezett kondenzátuma (gyártja: Imperial Chemical Industries PLC (a továbbiakban: ICI PLC))

Synperonic NP5: 1 mól nonil-fenol 5,5 mól naftalin-oxiddal képezett kondenzátuma (gyártja: ICI PLC)

Synperonic NX: 1 mól nonil-fenol 10 mól etilén-oxiddal képezett kondenzátuma (gyártja: ICI PLC)

Aromasol H: alkil-benzolokból álló oldószer-elegy (gyártja: ICI PLC)

Dispersol T, A és
AC:

formaldehid-nátrium-naftalin-
szulfonát kondenzátum és nátrium-
szulfát elegye (gyártja: ICI PLC)

Cellofas B600:

5 nátrium-karboxi-metil-cellulóz
tartalmazó sűrítőszer (gyártja:
Hercules Powder Co.)

Aerosol OT/B:

10 nátrium-dioktil-szulfó-szukcinát
és nátrium-benzoát keveréke
(gyártja: American Cyanamid Co.)

Permal BX:

naftalin-szulfonsav-nátriumsó
(gyártja: ICI PLC)

tuk be. A vizsgálandó vegyületet SS8004E (Teejet) tí-
pusú permetezőfejjel felszerelt permetező berendezés
segítségével, 1000 liter/hektárnak megfelelő mennyi-
ségű, 4000 ppm hatóanyagtartalmú permetlé (=4 kg
hatóanyag/hektár) formájában vittük fel a kezelendő
növényekre. A permetlevet a 9. példában leírtak meg-
felelő összetételű koncentrátum vizes hígításával állí-
tottuk elő.

Kezelés után a növényeket üvegházba helyeztük, és
25 °C-os nappali, illetve 22 °C-os éjszakai hőmérsékle-
ten (gabonafélék [búza és árpa] esetén 13–16 °C-os
nappali és 11–13 °C-os éjszakai hőmérsékleten) ter-
mesztettük. Szükség esetén a növényeket megvilági-
tottuk annak érdekében, hogy átlagosan napi 16 órás
(legalább 14 órás) fotoperiódust biztosítsunk.

2–6 hét elteltével (a növényfajtától és az évszaktól
függően) vizuálisan értékeltük a növények morfológiai
jellemzőit és kezeletlen kontrollokkal hasonlítottuk
össze.

20. példa

Növényi növekedést szabályozó hatás vizsgálata
Az 1. sz. vegyület növényi növekedést szabályozó
hatását teljes növényeken végzett szűrővizsgálatokkal
határoztuk meg. A vizsgálatokba a II. táblázatban fel-
sorolt fajtájú és fejlettségi állapotú növényeket von-

II. táblázat

A vizsgált növény			A növény fejlettségi ál- lapota kezeléskor	Növények száma 7,5 cm átmérőjű cserepenként	A komposzt típusa
neve	jele	fajtája			
Árpa	BR	Atem	1–1,5 levél	4	John Innes vagy tőzeg
Búza	WW	Timmo	1–1,5 levél	4	John Innes vagy tőzeg
Kukorica	MZ	Earliking	2,25–2,5 levél	1	tőzeg
Szőlő	VN	Ohanez + nem azonosított	4 levél	1	tőzeg
Szójabab	SY	Amsoy	első háromleveles	1	John Innes
Paradicsom	TO	Ailsa Craig	1,5–2 levél	1	tőzeg
Saláta	LT	Verpia	3–4 levél	1	tőzeg
Cukorrépa	SB	Amono	2 levél	1	tőzeg
Agrostis tenius	AT		*	*	*
Cynosurus cristatus	CC		*	*	*
Dactylis glomerata	DA		*	*	*

* A gyomnövényeket műanyag tálcákba töltött tőzegen sorokban termesztettük, és a kezelés előtt 48 órával 2 cm magasságra nyírtuk le.

III. táblázat

Az 1. sz. vegyület növekedésszabályozó hatása

Növény	WW	BR	MZ	AT	CC	DA	SY	SB	TO	VN	LT
Hatás	3G	2G		1	2	2	2GA	2GA	3GA	3GA	

A III. táblázatban használt jelölések jelentése a kö-
vetkező:

G –mélyebb zöld szín

A –csúcssérülés

T –bokrosodás vagy oldalhajítás-képződés

1 – 10–30%-os növekedésgátlás

55 2 – 21–60%-os növekedésgátlás

3 – 61–100%-os növekedésgátlás

üres hely –10%-osnál kisebb növekedésgátlás

60

21. példa

Növényi növekedési szabályozó hatás vizsgálata

A 2-5. sz. vegyület növényi növekedést szabályozó hatását teljes növényeken vizsgáltuk. A vizsgálatokba a IV. táblázatban felsorolt fajtájú és fejlettségi állapotú növényeket vontuk be. A vizsgálandó vegyületeket SS8004E (Teejet) típusú permetezőfejjel felszerelt permetező berendezés segítségével, 1000 liter/hektárnak megfelelő mennyiségű, 4000 ppm hatóanyagtartalmú permetlé (=4 kg hatóanyag/hektár) formájában vittük fel a kezelendő növényekre. A permetlevet a 9. példában leírtak megfelelő összetételű koncentrátum vizes hígításával állítottuk elő.

Kezelés után a növényeket üvegházba helyeztük, és 25 °C-os nappali, illetve 22 °C-os éjszakai hőmérsékleten (gabonafélék [búza és árpa] esetén 13-16 °C-os nappali és 11-13 °C-os éjszakai hőmérsékleten) termesztettük. Szükség esetén a növényeket megvilági-

tottuk annak érdekében, hogy átlagosan napi 16 órás (legalább 14 órás) fotoperiódust biztosítsunk.

2-6 hét elteltével (a növényfajtától és az évszaktól függően) vizuálisan értékeltük a növények morfológiai jellemzőit és kezeletlen kontrollokkal hasonlítottuk össze. Az észlelt eredményeket az V. táblázatban közöljük.

Az V. táblázatban használt jelölések jelentése a következő:

- 10 R = növekedésgátlás
G = mélyebb zöld szín
A = csúcstörülés
T = bokrosodás vagy oldalhajtás-képződés
I = íz- vagy ligula-közösség csökkenése
15 1 = 10-30%-os hatás
2 = 31-60%-os hatás
3 = 61-100%-os hatás
üres hely = 10%-osnál kisebb hatás

IV. táblázat

A vizsgált növény			A növény fejlettségi állapota kezeléskor	Növények száma 7,5 cm átmérőjű cserepenként	A komposzt típusa
neve	jele	fajtája			
Árpa	BR	Atem	1-1,5 levél	4	John Innes
Búza	WW	Timmo	1-1,5 levél	4	John Innes
Kukorica	MZ	Earliking	2,25-2,5 levél	1	tőzeg
Alma	AP	Red Delicious	4-5 levél	1	John Innes
Rizs	RC	Ishikari	2-2,5 levél	4	John Innes

V. táblázat

A vizsgált növény jele	A vegyület sorszáma	H a t á s t í p u s				
		R	G	A	T	I
BR	2.	2				2
	3.	2	2		2	3
	4.	1				1
	5.	3	2			3
WW	2.	1				1
	3.	3	2			3
	4.	1				2
	5.	3				3
RC	2.					
	3.					
	4.	1				2
	5.	3	1		1	3

A vizsgált növény jele	A vegyület sorszáma	H a t á s t í p u s				
		R	G	A	T	I
MZ	2.	2	1	1	1	3
	3.	1				
	4.					
	5.	1		2		
AP	2.	3	2	3		
	3.	3	2	3		
	4	3	2	3		
	5	3	2	3		

22. példa

Intermedier növekedésgátló hatás vizsgálata

A vizsgálatokat rizsen és tavaszi árpán végeztük. A növények fajtáját és kezeléskori fejlettségi állapotát a VI. táblázatban közöljük. A növényeket 1000 liter/hektár permetlével teljesen bepermeteztük. A permetlevek hatóanyagtartalma 50–4000 ppm volt, ami 0,05–4 kg/hektár felviteli aránynak felelt meg. Ebben a kísérletben a növények leveleire és gyökérzetére kifejtett hatást vizsgáltuk. A permetleveket a 9. példában leírtak megfelelő összetételű koncentrátum vizes hígításával állítottuk elő.

A rizsnövényeket 10 cm átmérőjű „elárasztásos”

cserepekben termesztettük, azaz a növények gyökereit és a szár alsó részét a rizsföld körülményeinek megfelelően vízben tartottuk. A tavaszi árpát 10 cm átmérőjű cserepekben termesztettük. 28 nap elteltével a legfelső liguláig mérve meghatároztuk a növények magasságát. Az eredményeket a VII. és VIII. táblázatban közöljük. Valamennyi vizsgálatban a növényeket kezeletlen kontrollokkal hasonlítottuk össze, és a táblázatokban a kezeletlen kontrollokhoz viszonyított magasságcsökkenést (%) tüntettük fel. A VII. és VIII. táblázatban lévő üres helyek azt jelentik, hogy növekedésgátló hatást nem észleltünk.

VI. táblázat

A vizsgált növény		A növény fejlettségi állapota kezeléskor	Növények száma 10 cm átmérőjű cserepenként	A komposzt típusa
neve	fajtája			
Tavaszi árpa	Atem	3 levél	4	JIP 1
Rizs	Ishikari	3-4 levél	2	SM2 + JIP 1

JIP 1 = 1. sz. John Innes komposzt

SM2 = agyag és finom homok keveréke

VII. táblázat

Rizs magasságának százalékos csökkenése (kezeletlen kontrollokhoz viszonyítva)

A vegyület sorszáma	A permetlé hatóanyag-koncentrációja, ppm					
	4000	1000	500	250	100	50
1.	40,1	47,2	52,3	47,6	38,5	20,2

VIII. táblázat

Tavaszi árpa magasságának százalékos csökkenése (kezeletlen kontrollokhoz viszonyítva)

A vegyület sorszáma	A permetlé hatóanyag-koncentrációja, ppm		
	4000	1000	500
1.	77,6	22,4	8,5

23. példa**Összehasonlító vizsgálatok**

Az 1. sz. vegyület növekedésgátló hatását a 0046633 sz. európai szabadalmi bejelentésben leírt 9. sz. vegyület, azaz a (C) képletű vegyület aktivitásával hasonlítottuk össze. A vizsgálatokat a 22. példában ismertetett

körülmények között végeztük a VI. táblázatban felsorolt fajtájú és fejlettségi állapotú növényeken. Az eredményeket a IX. és X. táblázatban közöljük. A IX. és X. táblázat adataiból megállapítható, hogy az 1. sz. vegyület – elsősorban rizsnövényeken – az ismert vegyületénél lényegesen erősebb hatást fejt ki.

IX. táblázat

Tavaszi árpa magasságának százalékos csökkenése (kezeletlen kontrollokhoz viszonyítva)

Hatóanyag	A permetlé hatóanyag-koncentrációja, ppm	
	2000	500
1. sz. vegyület	37	11
(C) képletű vegyület	21	8

X. táblázat

Rizs magasságának százalékos csökkenése (kezeletlen kontrollokhoz viszonyítva)

Hatóanyag	A permetlé hatóanyag-koncentrációja, ppm	
	2000	500
1. sz. vegyület	42	22
(C) képletű vegyület	9	4

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Növényi növekedést szabályozó kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként legfeljebb 95 tömeg% (I) általános képletű triazolszármazékot – a képletben

R^1 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent,

R^2 és R^3 azonos vagy eltérő 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent, vagy R^2 és R^3 a közbezárt szénatommal együtt 3–6 szénatomos cikloalkilcsoportot alkot, és

A egy vagy két halogénatommal vagy egy trifluor-metil-csoporttal szubsztituált fenilcsoportot jelent – tartalmaz, szilárd vagy folyékony hígító- vagy hordozóanyaggal, előnyösen agyagásvánnyal, vízzel és/vagy folyékony szénhidrogénnel, és adott esetben felületaktív anyaggal, előnyösen aromás szulfonsav-sóval és/vagy alkil-fenol etilén-oxiddal képezett kondenzátumával együtt.

2. Az 1. igénypont szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében R^1 metil-, etil- vagy propilcsoportot jelent.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében R^2 és R^3 metil- vagy etilcsoportot jelent, vagy R^2 és R^3 a közbezárt szénatommal együtt ciklobutil- vagy ciklopentilcsoportot alkot.

30 4. Az előző igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében A dihalogén-fenil-csoportot jelent.

35 5. A 4. igénypont szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy olyan (I) általános képletű hatóanyagot tartalmaz, amelynek képletében A 2,4-diklór-fenilcsoportot jelent.

6. Eljárás (I) általános képletű triazolszármazékok előállítására – a képletben

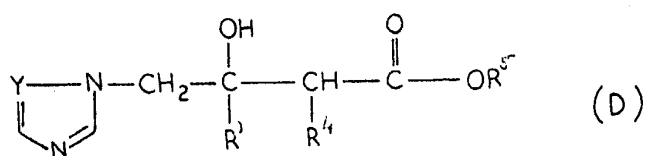
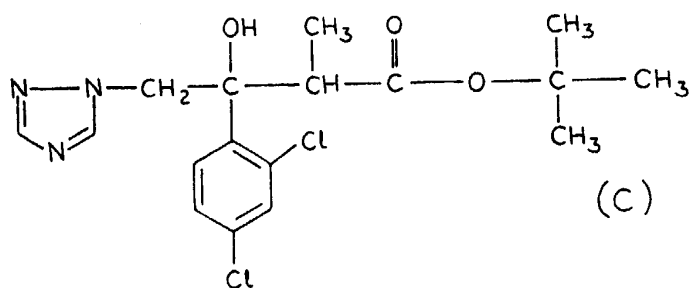
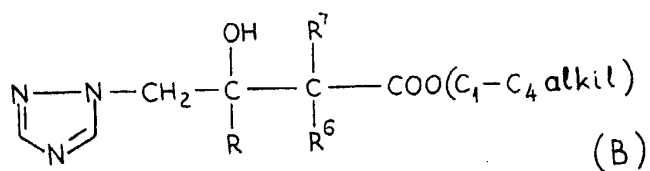
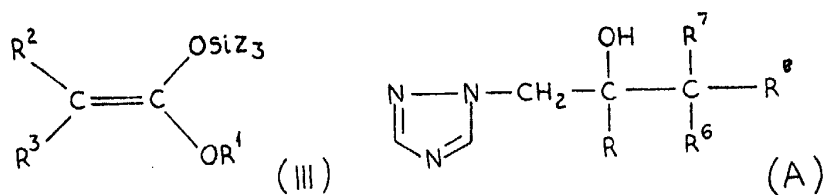
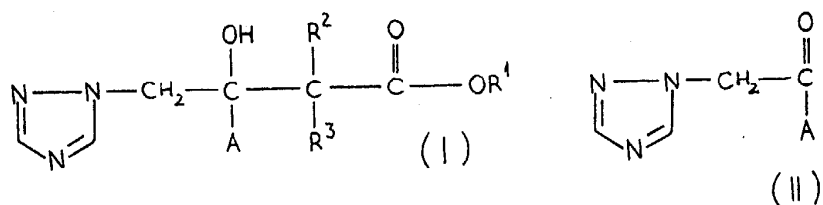
40 R^1 1–szénatomos alkilcsoportot jelent,

R^2 és R^3 azonos vagy eltérő 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent, vagy R^2 és R^3 a közbezárt szénatommal együtt 3–6 szénatomos cikloalkilcsoportot alkot, és

45 A egy vagy két halogénatommal vagy egy trifluor-metil-csoporttal szubsztituált fenilcsoportot jelent –, *azzal jellemezve*, hogy egy (II) általános képletű vegyület – a képletben A jelentése a tárgyi kör szerinti – Lewis-sav jelenlétében (III) általános képletű vegyülettel reagáltatunk – a képletben R^1 , R^2 és R^3 jelentése a tárgyi kör szerinti, és Z alkil- vagy fenilcsoportot jelent.

50 7. A 6. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy Lewis-savként titán-tetrakloridot használunk.

55



Kiadja az Országos Találmányi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: dr. Szvoboda Gabriella osztályvezető
ARCANUM Bt. - BUDAPEST