

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁGORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATALSZABADALMI
LEÍRÁS

(11)

(13)

196 604 B

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) Int. Cl.:
C 07 F 9/65;
A 01 N 57/16;
A 01 N 57/32

(21) (1889/84) (22) A bejelentés napja: 84. 05. 16.

A bejelentés elsőbbsége:

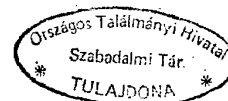
(33) DE

(32) 83. 05. 17.

(31) (P 33 17 824.0)

(41) (42) Közzététel napja: 85. 01. 28.

(45) A leírás megjelent: 89. 04. 28.



Feltaláló(k): (72)

Dr. Maurer Fritz, Wuppertal, dr. Homeyer Bernhard, Leverkusen, dr. Becker
Benedikt, Mettmann, DE

Szabadalmaz: (73)

BAYER AG., Leverkusen, DE

(54) HATÓANYAGKÉNT TIONOFOSZFORSAV-ÉSZTER SZÁRMAZÉKOKAT TARTALMAZÓ ROVAR,
ATKA- ÉS FÉREGIRTÓ KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGKÉNT ALKALMAZOTT
TIONOFOSZFORSAV-ÉSZTEREK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány tárgya rovar-, atka- és féregirtó készítmények, melyek 0,01–95 tömeg%-ban hatóanyagként valamely (I) általános képletű pirimidin-5-il-tionofoszforsav-észter-származékot – a képletben R¹ jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, R² jelentése etilcsoport, R² jelentése izopropoxi- vagy etil-aminocsoport, – továbbá valamely szilárd vagy folyékony hígítóanyagot és adott esetben felületaktív anyagot tartalmaz.

A találmány tárgya továbbá eljárás az (I) általános képletű pirimidin-5-il-tionofoszforsav-észter-származékok előállítására – a képletben

R jelentése 1–6 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport,

R¹ jelentése etil- vagy izopropilcsoport,

R² jelentése izopropoxi-, szek-butoxi- vagy etil-aminocsoport, vagy

R¹ jelentése n-propilcsoport, ha egyidejűleg R² jelentése n-propoxycsoport –

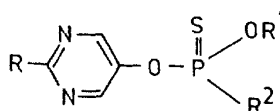
oly módon, hogy valamely (II) általános képletű 5-hidroxi-pirimidin-származékot – a képletben

R jelentése a fenti –
valamely (III) általános képletű halogeniddal – a képletben

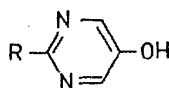
R¹ és R² jelentése a fenti és

Hal jelentése halogénatom, célszerűen klór- vagy brómatom –

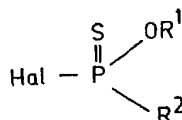
adott esetben egy savmegkötőszert és adott esetben egy hígítószert jelenlétében reagáltatnak.



(I)



(II)



(III)

A találmány tárgya rovar-, atka- és féregirtó készítmények és eljárás a hatóanyagként alkalmazott (I) általános képletű pirimidin-5-il-tionofoszforsav-észter származékok előállítására.

Ismeretes, hogy bizonyos tiofoszforsav-észterek, illetőleg észteramidok, mint például az O,O-dietil-O-(2-izopropil-pirimidin-5-il)-, O-etil-O-n-propil-O-(2-izopropil-pirimidin-5-il)- és O,O-dietil-O-(2-terc-butil-pirimidin-5-il)-tionofoszforsav-észter, illetőleg O-etil-O-(2-izopropil-pirimidin-5-il)-N-izopropil- és O-etil-O-(2-metil-pirimidin-5-il)-N-etil-tionofoszforsav-észter-amid inszekticid hatást mutatnak (lásd a 26 43 262 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebocsátási iratot).

Azonban e vegyületek hatása és hatástartama bizonyos rovarok és pókok esetében nem kielégítő.

Az (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében

- R jelentése 1–6 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport,
 R¹ jelentése etil- vagy izopropilcsoport,
 R² jelentése izopropoxi-, szek-butoxi- vagy etil-aminocsoport, vagy
 R¹ jelentése n-propilcsoport ha egyidejűleg R² jelentése n-propoxicsoport,

állítjuk elő, hogy valamely (II) általános képletű 5-hidroxi-pirimidint – a képletben R jelentése a fenti – valamely (III) általános képletű halogeniddel – a képletben R¹, R² jelentése a fenti, és Hal jelentése halogénatom, így fluor- vagy brómatom – adott esetben egy savmegkötőszert és adott esetben egy hígítószer jelenlétében reagáltatunk.

Az (I) általános képletű pirimidin-5-il-tionofoszforsav-észterek kiemelkedően kedvező és tartós hatást mutatnak, különösen artropozidként alkalmazhatók.

R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport; példaként említjük meg a metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil- és terc-butil-csoportokat. Különösen előnyösek azok a vegyületek, ahol R jelentése az izopropil- vagy terc-butil-csoport.

A találmány szerinti (I) általános képletű vegyületek közül rovar-, atka- és féregirtó készítményekben azokat alkalmazzuk, ahol a képletben

- R jelentése egyenes vagy elágazó 1–4 szénatomos alkilcsoport,
 R¹ jelentése etilcsoport,
 R² jelentése izopropoxi- vagy etil-aminocsoport.

Különösen előnyösen azokat az (I) általános képletű vegyületeket állítjuk elő, ahol a képletben

- R jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport,
 R¹ jelentése etil- vagy izopropilcsoport,
 R² jelentése izopropoxi-, szek-butoxi- vagy etil-aminocsoport, vagy
 R¹ jelentése n-propil-csoport, ha egyidejűleg R² jelentése n-propoxicsoport.

A készítményben kiemelkedően kedvezőek azok az (I) általános képletű vegyületek, ahol a képletben

- R jelentése n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butil- vagy
 R¹ jelentése etilcsoport,
 R² jelentése izopropoxi- vagy etil-aminocsoport.

Különösen kedvezőek azok az (I) általános képletű vegyületek, ahol a képletben

- R¹ jelentése etilcsoport,
 R² jelentése izopropoxi- vagy etil-aminocsoport.

Abban az esetben, ha a találmány szerinti eljárásnál kiindulási anyagként O-etil-O-izopropil-tionofoszforsav-diészterkloridot és 5-hidroxi-2-fenil-pirimidint alkalmazunk, a reakciót az A reakcióvázzal szemléltethetjük.

A találmány szerinti eljárásnál kiindulási anyagként alkalmazott 5-hidroxi-pirimidint, illetőleg e vegyület alkáli-, alkáliföld- vagy ammóniumsóit a (II) általános képlettel jellemezzük. E képletben R jelentése az (I) általános képletnél megadottakkal azonos. Alkáli- vagy földalkáli-sóként előnyösen nátrium-, kálium- vagy kalcium-sót használhatunk.

A (II) általános képletű vegyületek ismertek és/vagy ismert módon állíthatók elő. (26 43 262, 27 06 127 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebocsátási irat és J. Chem. Soc. 1960, 4590).

A (II) általános képletű vegyületek közül példaként az alábbiakat említjük meg: 2-metil-, 2-etil-, 2-n-propil-, 2-izopropil-, 2-n-butil-, 2-izobutil-, 2-szek-butil-, 2-terc-butil- és 2-fenil-5-hidroxi-pirimidin, illetőleg e vegyületek nátrium-, kálium-, kalcium- vagy ammónium-sóit.

A kiindulási anyagként alkalmazott halogenideket a (III) általános képlettel ábrázolhatjuk. E képletben R¹ és R² jelentése az (I) általános képletnél megadottakkal azonos, Hal jelentése halogénatom, célszerűen klór- vagy brómatom.

A (III) általános képletű vegyületek ismertek. A (III) általános képletű vegyületekre példaként az alábbiakat említjük meg: O-etil-o-izopropil-, O-etil-O-szek-butil-, O,O-di-izopropil- és O-szek-butil-

propil-tionofoszforsav-észter-klorid, illetőleg -bromid;

O-etil-N-etil- és O-izopropil-N-etil-tionofoszforsav-észteramid-klorid, illetőleg -bromid.

Az (I) általános képletű vegyületek előállítását célszerűen egy hígítószerben végezzük. Hígítószerként gyakorlatilag bármely közömbös szerves oldószer figyelembe jöhet. Ezek közül említjük meg az alifás vagy aromás, adott esetben halogénezett szénhidrogéneket, mint pentán, hexán, heptán, ciklohexán, petroléter, benzin, ligorin, benzol, toluol, xilol, metilén-klorid, etilén-klorid, kloroform, széntetraklorid, klór-benzol, o-diklór-benzol; az étereket, mint dietil- vagy dibutil-éter, glikol-dimetil-éter, és diglikol-dimetil-éter, tetrahidrofuran és dioxán; a ketonokat, mint acetont, metil-etil-ketont, metil-izopropil- és metil-izobutil-ketont; az észtereket, mint ecetsav-, metil-észter és -etilészter; a nitrileket, mint például acetonitril vagy propionitril; az amidokat, mint például dimetil-formamid, dimetil-acetamid és N-metil-

pirrolidon, továbbá a dimetil-szulfoxidot, tetra-metil-szulfont vagy hexametil-foszorsav-triamidot.

A találmány szerinti eljárást adott esetben savmegkötőszerek jelenlétében is végezhetjük; savmegkötő anyagként használhatunk bármilyen szokásos savmegkötőszert, különösen kedvezőek az alkáli-karbonátok, továbbá - alkoholátok, mint a nátrium- és kálium-karbonát, nátrium- és kálium-metilát, illetőleg -etilát, az alkáli-hidridek, mint nátrium-hidrid, továbbá az alifás, aromás, vagy heterociklusos aminok, így például trietil-amin, trimetil-amin, dimetil-anilin, dimetil-benzil-amin vagy piridin.

A találmány szerinti eljárást általában 0 és 100 °C közötti hőmérsékleten végezzük. Célszerűen 20 és 80 °C közötti hőmérsékleten dolgozunk. A reakciót általában normál nyomáson végezzük.

A találmány szerinti eljárásnál a kiindulási anyagokat általában megközelítőleg ekvimoláris mennyiségekben alkalmazzuk; az egyik vagy másik reakciókomponensnek feleslegben való alkalmazása nem hoz lényeges előnyt. A reakciót általában megfelelő oldószer és savmegkötő anyag jelenlétében végezzük, a reakcióelegyet több órán keresztül a kívánt hőmérsékleten kevertetjük. Ezt követően az elegyhez szerves oldószert, például toluolt adunk, majd a szerves fázist szokásos módon feldolgozzuk. Az elegyet mosuk, szárítjuk, az oldószert ledesztilláljuk.

Az új vegyületek olajos termék formájában válnak le, ezeket bomlás nélkül nem tudjuk desztillálni; kémleletes desztillációval, azaz mérsékelt felmelegítés és csökkentett nyomás alkalmazásával azonban az illó maradéktól megszabadíthatjuk a reakcióterméket. A kapott anyagok jellemzésére a törésmutató szolgál.

A találmány szerinti vegyületeket tartalmazó készítményeket a növények jól tűrik, és a melegvérűekkel szemben mutatott toxicitásuk is kielégítő; ezért e készítmények rovarokkal és pókokkal szemben eredményesen alkalmazhatók a mezőgazdaságban, erdőgazdaságban, a vetőmag kezelésére, az anyagvédelemben, továbbá higiéniai területen. A találmány szerinti vegyületeket tartalmazó készítmények a normálisan érzékeny és rezisztens kártevőkkel szemben, a kártevők minden fejlődési fázisában hatásosak. A kártevők közül említjük meg az alábbiakat:

Az Isopoda rendhez tartozók közül például *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*.

A Diplopoda rendhez tartozók közül például *Blaniulus guttulatus*.

A Chilopoda rendhez tartozók közül például *Geophilus carpophagus*, *Scutigera spec.*

A Symphyla rendhez tartozók közül például *Scutigera immaculata*.

A Thysanura rendhez tartozók közül például *Lepisma saccharina*.

A Collembola rendhez tartozók közül például *Onychiurus armatus*.

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

A Dermaptera rendhez tartozók közül például *Forficula auricularia*.

Az Isoptera rendhez tartozók közül például *Reticulitermes spp.*

Az Anoplura rendhez tartozók közül például *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spp.*, *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus spp.*, *Linognathus spp.*

A Mallophaga rendhez tartozók közül például *Trichodectes spp.*, *Damalinea spp.*

A Thysanoptera rendhez tartozók közül például *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.

10 A Heteroptera rendhez tartozók közül például *Ezygaster spp.*, *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma spp.*

15 A Homoptera rendhez tartozók közül például *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus aurandinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus spp.*, *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca spp.*, *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cineticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus spp.*, *Psylla spp.*

25 A Lepidoptera rendhez tartozók közül *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chrysorrhoea*, *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*, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Tineola bisselliella*, *Tinea pellionella*, *Hofmannophila pseudopretella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*.

40 A Coleoptera rendhez tartozók közül például *Anobium punctatum*, *Thizopertha dominica*, *Bruchius 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 psyllodes*, *Tribolium spp.*, *Tenebrio molitor*, *Agriotes spp.*, *Conoderus spp.*, *Melolontha melolontha*, *Amphimallon solstitialis*, *Costelytra zealandica*.

55 A Hymenoptera rendhez tartozók közül például *Diprion spp.*, *Hoplocampa spp.*, *Lasius spp.*, *Monomorium pharaonis*, *Vespa spp.*

60 A Diptera rendhez tartozók közül például *Aedes spp.*, *Anopheles spp.*, *Culex spp.*, *Drosophila melanogaster*, *Musca spp.*, *Fannia spp.*, *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia spp.*, *Chrysomya spp.*, *Cuterebra spp.*, *Gastrophilus spp.*, *Hyppobosca spp.*, *Stomoxys spp.*, *Oestrus spp.*, *Hypoderma spp.*, *Tabanus spp.*

65

Tannia spp., Bibio hortulanus, Oscinella frit, Phorbia spp., Pegomyia hyoscyami, Ceratitis capitata, Dacus oleae, Tipusa paludosa.

A Siphonaptera rendhez tartozók közül például Xenopsylla cheopis, Ceratophyllus spp.

Az Arachnida rendhez tartozók közül például Scorpio maurus, Latrodectus mactans.

Az Acarina rendhez tartozók közül például Acarus siro, Argas spp., Ornithodoros spp., Dermanyssus gallinae, Eriophyes ribis, Phyllocoptura oleivora, Boophilus spp., Rhipicephalus spp., Amblyomma spp., Hyalomma spp., Ixodes spp., Psoroptes spp., Chorioptes spp., Sarcopes spp., Tarsonemus spp., Bryobia praetiosa, Panonychus spp., Tetranychus spp.

A hatóanyagokat ismert módon készítménnyé alakíthatjuk; oldatokat, emulziókat, szuszpenziókat, port, habot, pasztát, granulát, aeroszolt, hatóanyaggal bevont természetes és szintetikus anyagokat, polimer anyagok segítségével készített finom kapszulákat, a vetőmagok számára bevonóanyagot, hatóanyaggal bevont természetes és szintetikus anyagokat, továbbá füstpatronokat és spirálokat, hideg és meleg ULV készítményeket állíthatunk elő.

A készítményeket ismert módon állítjuk elő, így a hatóanyagot valamely segédanyaggal, hígítóanyaggal, folyékony oldószerrel, nyomás alatt cseppfolyósítható gázokkal és/vagy szilárd hordozóanyagokkal, adott esetben felületaktív anyagokkal, így emulgeálószerrel és/vagy diszpergálószerrel és/vagy habzást előidéző anyagokkal elegyíthetjük. Abban az esetben, ha hígítószerként vizet használunk, oldást elősegítő anyagként használhatunk szerves oldószereket is. Folyékony oldószerként az alábbiak jöhetnek figyelembe: aromás anyagok, így xilol, toluol, vagy alkil-naftalin, klórozott aromás vagy klórozott alifás szénhidrogének, így klór-benzol, klór-etilén vagy metilén-klorid, alifás szénhidrogének, mint ciklohexán vagy paraffinok, így például kőolaj frakciók; alkoholok, mint butanol, vagy glikol, továbbá ezek éter vagy észter származékai; ketonok, így acetone, metil-etil-keton, metil-izobutil-keton vagy ciklohexanon; erősen poláros oldószerek, mint dimetil-formamid és dimetil-szulfoxid, továbbá víz. Cseppfolyósítható, normál nyomáson gázhalmazállapotú hígítószer, illetőleg hordozóanyagok alatt olyan folyadékokat értünk, amelyek normál hőmérsékleten és nyomáson gázhalmazállapotúak, mint például az aerosol hajtógázok, így a halogénezett szénhidrogének, továbbá bután, propán, nitrogén és széndioxid. A szilárd hordozóanyagok közül említjük meg például a közúzléket, mint kaolin, agyagföld, talkum, kréta, kvarc, attapulgit, montmorillonit, diatomaföld, továbbá a szintetikus kőzetúzlékeket, mint nagy diszperzitású kovásv, alumínium-oxid, vagy szilikátok. A granulát előállításához szilárd hordozóanyagként figyelembe jöhetnek például az őrölt és frakcionált természetes kőzetek, így kalcit, márvány, habkő, szepiolit, dolomit, továbbá szervetlen és szerves lisztekből készült granulátumok, valamint szerves anyagokból készült granulátumok, így például fűrészporból, kókuszdióból, kukoricacsutkákból, a dohány növény szárából készült granulátumok. Emulgeáló és/vagy habképző szerként az alábbiak jöhetnek figyelembe: nem ionos

vagy anionos emulgeátorok, így például polioxietilén-zsír-sav-észterek, polioxietilén-zsíralkohol-észterek, például alkil-aril-poli(glikol-éter)-ek, alkil-szulfonátok, alkil-szulfátok, aril-szulfonátok, továbbá fehérje hidrolizátum. Diszpergálószerként az alábbiak jöhetnek figyelembe: így például: a ligninszulfid, továbbá metil-cellulóz.

A készítményekben kötőanyagként karboximetil-cellulóz, természetes vagy szintetikus porszerű anyagok, szemcsés vagy latex alakú polimerek, így gumi-arabikum, polivinilalkohol, polivinilacetát jöhetnek figyelembe.

A készítményekhez festékként használhatunk szerves pigmenteket, így például vas-oxidot, titán-oxidot, ferrociankéket, továbbá szerves színezékeket, mint alizarint, azo- és fém-ftalocianin-színezékeket, valamint nyomelemeket, mint vas-, mangán-, bór-, réz-, kobalt-, molibdén- vagy cinksókat.

A készítmények általában 0,01–95 tömeg%, célszerűen 0,5–90 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A találmány szerinti készítményekben a találmány szerinti vegyületek mellett egyéb hatóanyagok, így inszekticid, fungicid, baktericid, akaricid, nematocid anyagok, madarak elleni védőanyagok, sterilizálószer, a növekedést szabályozó anyagok, herbicid vegyületek szerepelhetnek. Az inszekticidok közül megemlítjük a foszforsav-észtereket, karbamátokat, karbonsav-észtereket, klórozott szénhidrogéneket, fenil-karbamidokat, mikroorganizmusok segítségével előállított vegyületeket stb.

A találmány szerinti készítmények a hatóanyag mellett hatásfokozó anyagokat is tartalmazhatnak. Ezek az anyagok fokozzák a hatóanyag hatását, anélkül, hogy maguk hatásosak lennének.

A felhasználásnál a kereskedelmi készítményekből hígításokat készíthetünk. Ezek koncentrációja széles tartományban változhat: 0,000001–95 tömeg%, előnyösen 0,0001–1 tömeg% között van a felhasznált készítmény koncentrációja.

A felhasználás a készítmény fajtájától függően történik.

A higiénia területén, illetőleg a vetőmag kezelésénél való alkalmazás előnye, hogy a találmány szerinti készítmények kiváló maradékhatást mutatnak fán és agyagon, ezenkívül meszes felületen előnyös alkális stabilitással rendelkeznek.

A találmány szerinti megoldást az alábbi példákkal szemléltetjük.

1. példa

(1) képletű vegyület előállítása

300 ml acetónitril, 13,8 g (0,1 mól) 5-hidroxi-2-izopropil-pirimidint, 20,7 g (0,15 mól) kálium karbonát és 20,2 g (0,1 mól) O-etil-O-izopropil-tionofoszforsavdiészter-klorid elegyét 2 óra hosszat 45 °C hőmérsékleten kevertetjük. Ezt követően a reakcióelegyet 400 ml toluolhoz öntjük, 300–300 ml vízzel mossuk. A toluolos oldatot nátrium-szulfáttal szűrjük, vákuumban betöményítjük. A maradékot nagy vákuumban desztilláljuk.

Példaszám	R	R ¹	R ²	Törésmutató
2	-izo-C ₃ H ₇	-izo-C ₃ H ₇	-izo-OC ₃ H ₇	n _D ²⁰ : 1,4869
3	-terc-C ₄ H ₉	-C ₂ H ₅	-izo-OC ₃ H ₇	n _D ²⁰ : 1,4917
4	-izo-C ₃ H ₇	-C ₂ H ₅	-szek-OC ₄ H ₉	n _D ²⁰ : 1,4960
5	-terc-C ₄ H ₉	-C ₂ H ₅	-szek-OC ₄ H ₉	n _D ²² : 1,4935
6	-terc-C ₄ H ₉	-izo-C ₃ H ₇	-izo-OC ₃ H ₇	n _D ²² : 1,4857
7	fenil-	-C ₂ H ₅	-izo-OC ₃ H ₇	n _D ²² : 1,5516
8	-terc-C ₄ H ₉	-C ₂ H ₅	-NHC ₂ H ₅	n _D ²¹ : 1,5100
11	-izo-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	-OC ₃ H ₇	n _D ²³ : 1,4915

Ily módon 28 g (92 %-os hozam) O-etil-O-izopropil-0 - (2-izopropil-pirimidin-5-il)-tionofoszforsav-észtert kapunk sárga olaj formájában. Törésmutató: n_D²³: 1,4910.

Fentiekben leírtak szerint állíthatjuk elő az 1. táblázatban felsorolt (I) általános képletű vegyületeket:

A találmány szerinti vegyületek biológiai hatását szemléltetik az alábbi példák:

A példa

Hatástartam vizsgálata/talajférgék

Vizsgálathoz használt férgek: *Phorbia antiqua*
Oldószer: 3 tömegrész aceton
Emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot vízzel kívánt mértékben meghígítjuk.

A fenti készítményt talajjal alaposan elkeverjük; a készítmény koncentrációja gyakorlatilag nem játszik szerepet, döntő a talaj térfogat-egységére számított hatóanyag mennyisége. Ezt a mennyiséget ppm-ben (mg/l) adjuk meg. A talajt 5 literes edényekbe töltjük, majd 20 °C hőmérsékleten állni hagyjuk.

Két hét eltelté után, a talaj átkeverése után 250 cm³ mennyiségű talajpróbát veszünk, majd a kezelt talajhoz a megfelelő vizsgálati férgeket hozzáadjuk. 2-7 nap eltelté után megállapítjuk a vizsgált anyag hatását; az eredményt az elpusztult és még élő vizsgálati férgek megszámolása után %-ban adjuk meg. 100 % a hatás abban az esetben, ha az összes vizsgálati fereg elpusztul, 0 %, ha a vizsgálati férgek száma ugyanannyi, mint a kezeletlen kontroll esetében.

Már 2,5 ppm koncentrációjú készítmény alkalmazása esetén is kedvező hatást mutatnak az 1, 3, 8 példák szerinti vegyületek. Öt hét eltelté után 100 %-os pusztulás tapasztalható.

B példa

Drosophila-vizsgálat

Oldószer: 3 tömegrész aceton
Emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

15

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk; majd a kapott koncentrátumot vízzel kívánt mértékben meghígítjuk.

20

7 cm átmérőjű szűrőpapírra 1 cm³ fentiek szerint előállított készítményt viszünk fel pipettával. A szűrőpapírt egy üvegedény nyílására nedvesen helyezzük fel, az üvegedényben 50 db *Drosophila melanogaster* van. Az edényt üveglappal letakarjuk.

25

Bizonyos idő eltelté után a rovarok pusztulását ellenőrizzük, az eredményt %-ban adjuk meg. 100 % azt jelenti, hogy az összes rovar elpusztult, 0 % arra utal, hogy a legyek mind életben maradtak.

30

A vizsgálatokhoz 0,01 tömeg%-os koncentrációjú készítményt alkalmazva már 1 nap után 100 %-os pusztulás érhető el az 1., 3., 8. példa szerinti vegyületeket tartalmazó készítményekkel.

35

C példa

Plutella vizsgálat

40

Oldószer: 3 tömegrész aceton
Emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a koncentrátumot vízzel kívánt mértékben meghígítjuk.

45

Káposztaleveleket (*Brassica oleracea*) fent előállított készítmény oldatába merítjük, majd a levelekre *Plutella maculipennis* hernyókat helyezünk. A hernyókat a még nedves levelekre helyezzük.

50

A hernyók pusztulását %-ban határozzuk meg. 100 % azt jelenti, hogy az összes rovar elpusztult, 0 % arra utal, hogy a hernyók mind életben maradtak.

55

0,1 tömeg%-os készítmény alkalmazása mellett 3 nap után 100 %-os pusztulás volt tapasztalható az 1., 3., 8. példák szerinti vegyületeket tartalmazó készítmények használata esetén.

D példa

60

Tetranychus-vizsgálat (rezisztencia)

Oldószer: 3 tömegrész aceton
Emulgeátor: 1 tömegrész alkil-aril-poliglikol-éter

65

1 tömegrész hatóanyagot fent megadott mennyi-

ségű oldószerrel és emulgeátorral elegyítünk, majd a kapott koncentrátumot vízzel kívánt mértékben meghígítjuk.

Babpalántákat (*Phaseolus vulgaris*), amelyek minden fejlődési fázisban levő bab-atkával (*Tetranychus urticae*) vannak fertőzve, a fenti készítménybe merítjük.

A pusztulást %-ban adjuk meg. 100 % azt jelenti, hogy az összes rovar elpusztult, 0 % arra utal, hogy a rovarok mind életben maradtak.

0,1 %-os készítmény alkalmazása esetén, 2 nap eltelte után 100 %-os hatás észlelhető az 1. és 8. példák szerinti vegyületeket tartalmazó készítmények használatára esetén.

Az összehasonlító vizsgálat eredményei

A vizsgálat

Hatástartam-vizsgálat/talajrovarok, *Phorbia antiqua*-nyű (A vizsgálat leírását az A példában közöltük a leírás 5. oldalán.).

Hatóanyag			2,5 ppm hatóanyag-koncentrációnál 9 hét után tapasztalt %-os pusztulás
R ¹	R ²	R ³	
1. technika állása szerinti vegyületek: 23 65 577 számú francia közrebocsátási irat			
i-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	0
i-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -n	0
i-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	NHC ₃ H ₇ -i	0
2. találmány szerinti vegyületek			
i-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -i (1. példa)	100
t-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -i (3. példa)	100
t-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	NHC ₂ H ₅ (8. példa)	100

Formálási példák

1. Emulgeálható koncentrátum

25 tömegrész hatóanyagot, így például az 1., 3., 8. példa szerint előállított vegyületet feloldunk 55 tömegrész xilolból és 10 tömegrész ciklohexanonból készített elegyben.

Ezután hozzáadunk 10 tömegrész dodecylbenzolsav-kalciumsó és nonil-fenol-poliglikoléter elegyét és a kapott elegyét keverjük.

2. Granulát

1 tömegrész hatóanyagot, így például az 1., 3., 8. példa szerint kapott vegyületet 99 tömegrész granulált nedvszívó anyagra porlasztjuk.

3. ULV-készítmény

95 tömegrész hatóanyagot, így például az 1., 3., 8. példák szerint előállított hatóanyagot és emulgeátorként 2 tömegrész polietilén-oxidot feloldunk 3 tömegrész aromás ásványolajfrakcióban és jól összekeverjük.

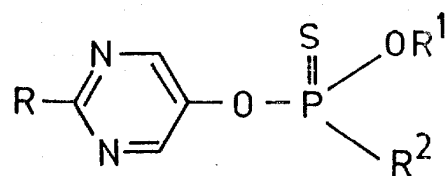
4. Porozószer

2 tömegrész hatóanyagot, így például az 1., 3. példa szerint előállított vegyületet és 98 tömegrész természetes közetlisztet összekeverjük és porfinomságúra őrljük.

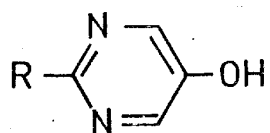
Szabadalmi igénypontok

- 20 1. Rovar-, atka- és féregirtó készítmények, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény 0,01–95 tömeg%-ban hatóanyagként valamely (I) általános képletű pirimidin-5-il-tiono-foszforsav-észter-származékot – a képletben
- 25 R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport,
R¹ jelentése etilcsoport,
R² jelentése izopropoxi- vagy etil-aminocsoport,
- 30 tartalmaz folyékony oldószerrel, így xilollal, ciklohexanonnal, szilárd hordozóanyaggal, így természetes közetliszttel, granulátumhoz nedvszívó anyaggal; felületaktív anyaggal, így emulgeátorral és/vagy diszpergálószerrel és/vagy habképzőszerrel, így polietilén-oxiddal, nonil-fenil-poliglikol-éterrel, dodecylbenzolszulfonsav-Ca-sóval összekeverve.
- 35 2. Eljárás az (I) általános képletű pirimidin-5-il-tionofoszforsav-észter-származékok előállítására – a képletben
- 40 R jelentése 1–6 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport,
R¹ jelentése etil- vagy izopropilcsoport,
R² jelentése izopropoxi-, szek-butoxi- vagy etil-aminocsoport, vagy
R¹ jelentése n-propilcsoport, ha egyidejűleg R² jelentése n-propoxicssoport –
- 45 50 *azzal jellemezve*, hogy valamely (II) általános képletű 5-hidroxi-pirimidin-származékot – a képletben
- R jelentése a fenti –
- 55 valamely (III) általános képletű halogeniddal – a képletben
- 60 R¹ és R² jelentése a fenti és
Hal jelentése halogénatom, célszerűen klór- vagy brómatom –
- adott esetben egy savmegkötő és adott esetben egy hígítószer jelenlétében reagáltatunk.

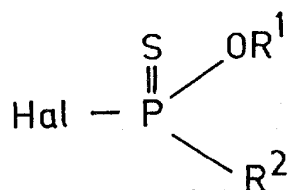
2 db rajz



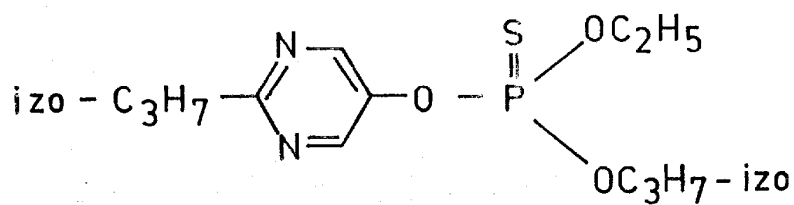
(I)



(II)



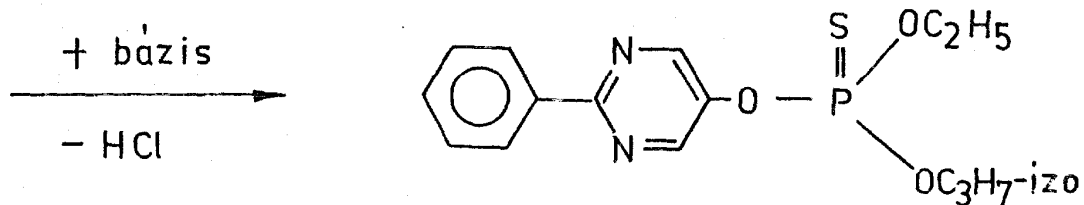
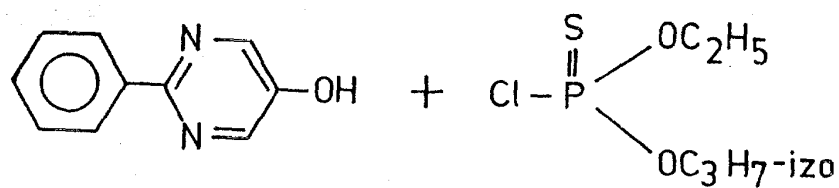
(III)



(1)

Nemzetközi osztályozás: C 07 F 9/65;
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

COPYLUX Nyomdaipar- és Sokszorosító Kiszövetkezet