

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11)

184 777

A bejelentés napja: (22) 80. 05. 30

(21) 1365/80

A bejelentés elsőbbsége:

(33)
US

(32)
79. 06. 01
79. 12. 12

(31)
(44740),
(102793)

A közzététel napja: (41) (42) 1984. 01. 28.

Megjelent: (45) 88. 12. 09.

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO₃

C 07 D 201/00
307/00
325/00
333/00

A 01 N 39/00



Feltaláló(k): (72)

CHEONG KING CHAN David, vegyész, Petaluma, US

Szabadalmas: (73)

Chevron Research Company, San Francisco, US

(54) 3-N-ACIL-N-ANIL-AMINO)- ÉS 3-(N-TIONO-ACIL-N-ARIL-AMINO)- GAMMA-BUTIRO-LAKTONOKAT ÉS GAMMA-TIOBUTIRO-LAKTOROKAT TARTALMAZÓ FUNGICIL KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS A VEGYÜLETEK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány szerinti készítmények hatóanyagként 0,1–95 súly% (I) általános képletű vegyületet — a kép-
letben

Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport,

R¹ jelentése 2–6 szénatomos alkenilcsoport, 2–6 szénatomos alkeniloxid,

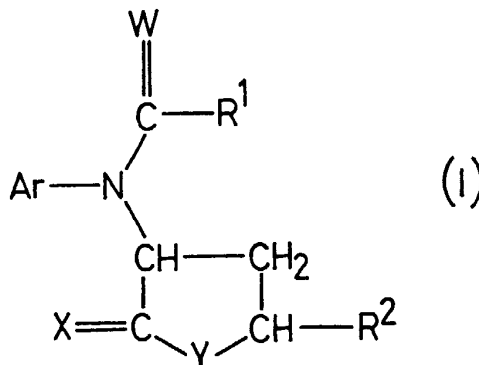
R² jelentése hidrogénatom,

Y jelentése oxigén-, kénatom- vagy NR-csoport, a képletben R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport,

W jelentése oxigén vagy kénatom,

X jelentése oxigén- vagy kénatom, azzal a megkötéssel, hogyha W jelentése kénatom, akkor R¹ a fenti csoportokon kívül jelenthet hidroximetil- vagy 2–6 szénatomos alkoxialkil- vagy 2–6 szénatomos alkil-tioalkil-csoportot jelent- és szilárd vagy folyékony hordozóanyagot tartalmaznak.

A találmány kiterjed az (I) általános képletű vegyületek előállítására is.



A találmány tárgya 3-(N-acil-N-arilamino)- és 3-(N-tionoacil-N-arilamino)-gamma-butirolaktonokat és gamma-tiobutirolaktonokat tartalmazó fungicid készítmények és eljárás a vegyületek előállítására.

A 3 933 860, 4 012 519, 4 107 322, 4 141 989 számú Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi leírásokban a 3-(N-acil-N-arilamino)-laktonokat és a 3-(N-acil-N-arilamino)-laktámokat, mint fungicid hatású vegyületeket írják le.

A 4 034 108 és a 4 015 648 számú Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi leírások szerint az N-(metoxikarboniletil)-N-halogénacetilanilinek megelőző és gyógyító fungicid hatású vegyületek.

A 2 643 403 és a 2 643 445 számú NSZK-beli közrebecsátási irat szerint az N-(alkiltiokarboniletil)-acetanilideket gombaölő szerként használják, különösen Phycomycetes osztályba tartozó gombák ellen hatásosak.

A 152 849 számú hollandiai közrebecsátási irat az N-(alkoximetil)-acetanilidek fungicidként történő felhasználását írja le.

A 867 556 számú belga szabadalom a 3-(N-ciklopropil-karbonil-N-arilamino)-gamma-butirolaktonokat írja le.

A 863 615 számú belga szabadalomban a 3-N-acil-N-arilamino)-gamma-butirolaktonok fungicid hatását közlik.

Azt találtuk, hogy a 3-(N-acil-N-arilamino)- és a 3-(N-tionoacil-N-arilamino)-gamma-butirolaktonok és butirolaktonok hatásos gombaölő szerek, különösen a Peronosporaceae családhoz tartozó gombafajok által okozott peronoszpórafertőzés ellen, továbbá a Phytophthora infestans által okozott burgonya- és gombafertőzés ellen. Különösen olyan fungicid hatású vegyületeket találtunk, amelyekben az N-acilcsoport alkenilkarbonil-, alkeniloxidkarbonil-, és cikloalkilkarbonilcsoport. Új fungicid hatású tionoacilszármazékokat is találtunk. A találmány szerint egyes vegyületek egyben védőfungicidek és gyógyító fungicidek is, azaz a gombafertőzéseket megelőzik, vagy megvédnek a gombafertőzésektől s egyben kiküszöbölik és gyógyítják is a már meglévő fertőzéseket. A találmány szerinti készítmények különösen a szőlőlisztharmat ellen hatásosak.

A találmány szerinti készítmények hatóanyaga az I általános képlettel jellemezhető vegyület — a képletben Ar jelentése, 1—4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 2—6 szénatomos alkenilcsoport, 2—6 szén atomos alkeniloxid, 3—6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén- vagy kénatom, vagy NR, ahol R jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoport, W jelentése oxigén- vagy kénatom, X jelentése oxigén- vagy kénatom, azzal a megkötéssel, hogyha W jelentése kénatom, aKKOR R¹ jelentése a fenti csoportokon kívül hidroximetilek, azzal a megkötéssel, hogyha Ar jelentése szubsztituált fenilcsoport, W jelentése oxigénatom és R¹ jelentése ciklopropilcsoport, akkor Y jelentése nem lehet oxigén.

Ar jelentésében a szubsztituált fenilcsoportok előnyösen az alábbi csoportokat jelenthetik: 2,3,6-trimetilfenil-, 2,3,5,6-tetrametilfenilcsoport. Az Ar-csoportok szubsztituált fenilcsoport jelentésénél a fenilcsoport előnyösen 1—2 azonos vagy különböző szubsztituenssel, 1—4 szénatomos alkilcsoporttal lehet helyettesítve. A legelőnyösebb szubsztituált fenilcsoport Ar-csoport jelentésénél a 2,6-dialkilfenil-, különösen a 2,6-dimetilfenilcsoport.

Ar szubsztituált naftilcsoport jelentése esetén az előnyös csoportok az alábbiak:

1-metil-2-naftil-, 4-metil-2-naftil-, 4-metil-1-naftil-, 2,4-dimetil-1-naftil vagy 2,7-dimetil-1-naftilcsoport. Ar szubsztituált naftilcsoport jelentése esetén Ar különösen 2-alkil-1-naftil-, különösen 2-metil-1-naftilcsoportot jelenthet.

R¹ jelentésében a cikloalkilcsoportok lehetnek ciklopropil-, ciklibutil-, ciklopentil-, ciklohexil- és 4-metilciklohexilcsoport.

R¹ alkoalkilcsoport jelentése esetén az előnyös csoportok a metoximetil-, etoximetil-, izopropoximetil és n-pentoximetilcsoport. R¹ alkoalkilcsoport jelentése esetén előnyösen metoximetilcsoportot jelent.

R¹ alkiltioalkilcsoport jelentése esetén példaképpen megemlíthető a metiltiometil-, n-propiltiometil- és az n-pentiltiometilcsoport.

Ha R¹ alkenilcsoportot jelent, akkor az előnyös csoportok az alábbiak lehetnek:

vinil-, 2-metilvinil-, 2,2-dimetilvinil-, 1-metilvinil-, allil-, izopropenil-, butenil-, 3-metoxiprop-1-én-1-il-, 3-klór-prop-1-én-1-il-csoport. Előnyös alkenilcsoportok a vinil-, 2-metilvinil- és 2,2-dimetilvinilcsoport.

R¹ jelentése alkeniloxidcsoport esetén példaképpen megemlíthetők az oxiranil-, 1-metiloxiran-1-il-, 2,2-dimetiloxiran-1-il- és a 2-metiloxiram-1-il-csoport.

Ar jelentése előnyösen 1—2 azonos vagy különböző szubsztituenssel, 1—2 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenilcsoport, vagy 2-alkil-1-naftilcsoport. Ar legelőnyösebb jelentése a 2,6-dimetilfenil- vagy 2-metil-1-naftilcsoport.

R¹ előnyösen vinil-, 2-metilvinil-, 2,2-dimetilvinil-, 1—6 szénatomos alkoximetil-, csoportot jelenthet. R¹ különösen vinil-, allil-, 2-metilvinil-, 1,2-epoxipropil-, metoximetil- csoport lehet.

Ha R¹ 3—6 szénatomos cikloalkilcsoportot jelent, akkor R¹ Y = kénatom esetén ciklopropil és Y = oxigénatom esetén ciklopentilcsoport.

X és W előnyösen oxigénatomot jelent, ha W kénatomot jelent, akkor R¹ előnyösen metoximetilcsoport. R² hidrogénatom.

Az N-szubsztituált fenilaminolaktonok előnyös csoportját képezik azok a vegyületek, amelyeket a II általános képlettel jellemezhetünk, a képletben R¹ jelentése 2—6 szénatomos alkenilcsoport vagy 2—6 szénatomos alkeniloxid, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ egymástól függetlenül metil- vagy etilcsoportot jelentenek és Y jelentése oxigén- vagy kénatom. Különösen előnyösek azok a II általános képletű vegyületek, ahol R¹ jelentése vinil-, 2-metilvinil-, 1,2-epoxipropil- vagy 2,2-dimetilvinilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ jelentése metilcsoport.

A 3-(N-tionoacil-N-arilamino)-laktonok és a tiolaktonok a III általános képlettel jellemezhetőek, ahol Ar jelentése fent megjelölt szubsztituensekkel helyettesített fenil- vagy naftilcsoport, és R¹, X Y és R² jelentése a fenti. A 3-(N-tionoacil-N-arilamino)-laktonok egy előnyös csoportját a IV általános képlettel jellemezhetjük a képletben R¹ jelentése 2—6 szénatomos alkoalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ egymástól függetlenül metil- vagy etilcsoportot jelentenek. A IV általános képletű vegyületek közül előnyösek azok a vegyületek, ahol R¹ metoximetilcsoportot, R² hidrogénatomot és R⁴ és R⁵ metilcsoportot jelent.

Az I általános képletű vegyületek előnyös képviselői az alábbi vegyületek:

3-(N-akrilóil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-3-metil-krotonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-krotonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-akrilóil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-tiobutirolakton,

3-(N-2-metilakrilóil-N-2-metil-6-etilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-3-metil-2,3-epoxi-butanoil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-2-metil-2,3-epoxi-propanoil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-metoxitionoacetyl-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton,

3-(N-metoxitionoacetyl-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-biobutirolakton.

Az N-cikloalkilkarbonil-fenilaminotiolaktonok előnyös csoportját az V általános képlettel jellemezhetjük, a képletben R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ egymástól függetlenül metil- vagy etilcsoportot jelent. Az V általános képletű vegyületek különösen előnyös vegyülete az a vegyület, amelynél az V általános képletben R¹ ciklopropilcsoportot, R² hidrogénatomot és R⁴ és R⁵ metilcsoportot jelent.

Az N-cikloalkilkarbonil-fenilaminolaktonokat a VI általános képlettel jellemezhetjük, a képletben Ar jelentése szubsztituált fenilcsoport, R² jelentése a fenti és R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport.

Az N-fenilamino- és N-szubsztituált fenilaminolaktonok előnyös csoportját a VII általános képlettel jellemezhetjük, a képletben R¹ 4–6 szénatomos cikloalkilcsoportot, R² hidrogénatomot és R⁴ és R⁵ egymástól függetlenül metil- vagy etilcsoportot jelent.

A VII általános képletű vegyületek előnyös csoportját képezik azok a vegyületek, a képletben R¹ jelentése ciklopentilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ metilcsoportot jelentenek.

Az N-cikloalkilkarbonil-fenilaminolaktonokat és tiolaktonokat a VIII általános képlettel jellemezhetjük, ahol Ar jelentése szubsztituált naftilcsoport, és R¹, R² és Y jelentése a fenti. Az N-naftil-aminolaktonok és tiolaktonok egy előnyös csoportját képező vegyületeket a IX általános képlettel jellemezhetjük, a képletben R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport, R³ jelentése hidrogénatom és Y jelentése oxigén- vagy kénatom. Különösen előnyösek azok a IX általános képletű vegyületek, melyeknek képletében R¹ jelentése ciklopropilcsoport, R³ jelentése metilcsoport, és Y jelentése oxigénatom.

Az I általános képletű vegyületekre példaképpen az alábbi vegyületeket sorolhatjuk fel:

3-(N-ciklopropilkarbonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-5-metil-gamma-butirotiolakton,

3-(N-ciklopentilkarbonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirotiolakton,

3-(N-ciklopropilkarbonil-N-3,4-dimetilfenilamino)-gamma-butirotiolakton,

3-(N-ciklohexilkarbonil-N-2-metilnaft-1-il-amino)-5-fenil-gamma-butirotiolakton,

3-(N-ciklobutilkarbonil-N-2-metilnaft-1-il-amino)-gamma-butirotiolakton,

3-(N-(2-metilciklopropilkarbonil)-N-2-metilnaft-1-il-amino)-gamma-butirolakton.

3-(N-ciklopropilkarbonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirotiolakton.

5 A találmány szerint a laktonokat és tiolaktonokat a fűgőben lévő 1979. február 22-én benyújtott 13 856 számú Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi bejelentésünkben leírt módon állíthatjuk elő. Az NH₂ (X) általános képletű anilin XI általános képletű alfa-halogén-gamma-butirolaktonnal vagy alfa-halogén-gamma-tiobutirolaktonnal történő alkilezésével és a XII általános képletű alfa-(N-arilamino)-gamma-butirolakton vagy tiobutirolakton XIII általános képletű acilhelogeniddel acilezzük és így a VIII általános képletű 3-(N-acil-N-arilamino)-gamma-butirolakton vagy tiobutirolaktont kapjuk (VIII általános képlet) az 1. reakcióvázlat szerint. A reakcióvázlatban Ar, R¹, R² és Y jelentése a fenti és X jelentése klór-vagy brómatom.

20 Az 1. alkilezési reakciót bázis jelenlétében végezzük, bázisként szervesen alkáli fémkarbonátokat, pl. nátriumkarbonátot, káliumkarbonátot vagy szerves aminokat, pl. trialkilaminokat, előnyösen trietilamint vagy piridinvegyületeket, előnyösen piridint vagy 2,6-dimetilpiridint használunk. Az NH₂ és XI általános képletű reagenseket általában ekvimoláris mennyiségben használjuk a bázis mellett. A reakció egyik változata szerint a X általános képletű anilin reagenst moláris feleslegben használjuk bázisként és ilyenkor nem szükséges további bázis hozzáadása. A reakciót iners szerves oldószerben, pl. apoláros diprotikus oldószerben, pl. dimetilformamidban és acetonitrilben és aromás szénhidrogénekben, pl. benzolban és toluolban végezzük 25–150 °C-ig, előnyösen 50–150 °C-ig terjedő reakcióhőmérsékleten. További oldószerként vizet is használhatunk. A reakció nyomása általában atmoszféra nyomás, de ennél alacsonyabb vagy magasabb nyomáson is dolgozhatunk. A reakciót általában atmoszféra nyomáson végezzük. A reakcióidő természetesen a reagensektől és a reakció hőmérsékletétől is függ. A reakcióidő 1/4 órától 24 óráig változhat. A XII képletű terméket általában a szokásos módszerekkel, pl. extrahálással, ledesztillálással, vagy kristályosítással tisztítjuk a 2. számú acilezési reakció előtt. Az acilezési előnyös reakció feltételeket részletesebben a 847 503 számú Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi bejelentésben találhatjuk. A II acilezési reakciót rendszerint a szokásos módon végezzük. A XII és XIII általános képletű reagenseket általában ekvimoláris mennyiségben érintkeztetjük egymással iners szerves oldószerben 0 és 100 °C közötti hőmérsékleten. Iners szerves oldószerként etilacetátot, metiléndikloridot, dimetoxietánt vagy benzolt használhatunk. A terméket a szokásos módszerekkel például extrahálással, desztillálással, kromatográfálással, kristályosítással stb. izolálhatjuk és tisztíthatjuk.

55 Ha a W, X és Y helyén oxigénatomot tartalmazó I általános képletű butirolakton állítjuk elő, akkor savmegkötő szerként szerves amint, pl. trialkilamint vagy piridint használhatunk. Ha azonban W és X helyén oxigén és Y helyén ként tartalmazó butirotiolakton állítunk elő, akkor szerves amint előnyösen nem alkalmazunk.

Az acilezési reakció feltételeit részletesebben a 847 504 számú Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi bejelentésben találhatjuk.

65 Az R¹ helyén alkeniloxidot tartalmazó VIII általános képletű vegyületeket az R¹ helyén alkenilcsoportot tartalmazó megfelelő vegyület oxidálószerrel, pl. 3-klórper-

benzoi-savval történő oxidálásával állíthatunk elő szer-
vetlen bázis, pl. káliumsavfoszfát jelenlétében.

A 3-(N-tionoacil-N-arilamino)-butirolaktonokat és tio-
butirolaktonokat a II általános képletű 3-(N-acil-N-
arilamino)-butirolaktonokból és tiobutirolaktonokból ál-
líthatjuk elő a 4. reakcióvázlat szerint.

A 4. reakcióvázlatban szemléltetett 5. reakciót az oldó-
szer előnyösen xilol visszafolyatási hőmérsékletén vége-
zük és az IIA képletű vegyület és a foszforpentaszulfid
moláris aránya 4:1 körül van és a reakciót kis mennyiség-
ű bázis, pl. piridin jelenlétében végezhetjük. A XIV ál-
talános képletű terméket a szokásos kromatografálási
módszerrel izolálhatjuk.

A tiolaktonokat a megfelelő I általános képletű lakto-
nok alkilmerkaptilsóval történő hasításával, majd tiolak-
ton képzésével állítjuk elő. Az utóbbi képzéséhez halogé-
nezőszert, pl. foszfortrikloridot, foszforpentakloridot,
tionikloridot vagy oxalilkloridot használunk az 5. reak-
cióvázlat szerint. A reakcióvázlatban R¹, R², és Ar jelen-
tése a fenti.

A találmány szerint előállított vegyületek hasznos
gombaölő szerek, különösen növényi gombafertőzések
esetén. A találmány szerinti néhány fungicid készítmény
bizonyos gombák esetében hatásosabb fungicidnak bizo-
nyul, mint más találmány szerinti készítmények. Így pl.
a találmány szerint előállított vegyületek egy előnyös
csoportja speciálisan bizonyos gombabetegségek ellen
hat, ilyen betegségek pl. a peronoszpórák, pl. a szőlőpe-
ronospóra (*Plasmopara viticola*) és a káposzta és ameri-
kai kelkáposzta peronoszpórája (*Peronospora parasitica*),
továbbá a burgonyavész, pl. a paradicsom és burgonya-
vész (*Phytophthora infestans*) és a fehérpelyhes gyökér-
penész, valamint a csíranövénypusztító gombabetegség
pl. a *Phytophthora*.

A találmány szerint előállított vegyületek különösen
hasznos fungicidok, mert a már meglévő gombafertőzé-
seket gyógyítják. Ennek alapján a találmány szerint fun-
gicid készítmények gazdaságosan alkalmazhatók, mert
csak akkor kell a növényt kezelni a fungicid készítmény-
nyel, ha már fellépett gombafertőzés. A fungicidok
megelőző alkalmazása potenciális gombafertőzés ellen
nem szükséges.

A fungicidok alkalmazásánál a találmány szerint előál-
lított vegyületet a hatásos mennyiségben visszük fel a
gombákra és/vagy környezetükre, pl. vegetatív gazdákra
vagy nem-vegetatív gazdákra, pl. állati termékekre. A
használt mennyiség természetesen több tényező függvé-
nye, ilyenek a gazda, a gomba fajtája és a találmány sze-
rint használt vegyület típusa. Ahogy a legtöbb növényvé-
dő szert, a fungicideket is általában a szokott biológiai-
lag iners hordozókkal együtt használjuk, amelyek megkön-
nyítik a fungicid hatóanyag diszperzióját és ezzel is bi-
zonyítják, hogy a formulázás és az alkalmazásmód a fun-
gicid hatását erősen befolyásolhatják. A találmány
szerinti fungicideket formulázás után szemcsék, porok,
nedvesíthető porok, emulgálható koncentrátumok, olda-
tok vagy bármilyen egyéb ismert formulázott készítmé-
nyek formájában alkalmazhatjuk a kívánt alkalmazás-
módtól függően.

A nedvesíthető porok finoman eloszlott részecskék
formájában könnyen diszpergálnak vízben vagy más
diszpergálószerben. Ezek a készítmények rendszerint
5–80% fungicid és a maradék mennyiségben iners
anyagot, pl. diszpergálószeret, emulgálószeret és
nedvesítőszeret tartalmaznak. A port szárazpor formá-
ban előnyösen vizes szuszpenzió formájában vihetjük fel
a talajra. Tipikus hordozóanyagként pl. fullerföldet, kao-
lin anyagot, szilíciumdioxidot vagy más erősen adszor-
bens nedvesíthető szeretlen hígítót használhatunk. Ned-
vesítő diszpergáló vagy emulgálószerként pl. az alábbi
vegyületek jöhetnek szóba:
aril- és alkilarilszulfonátok és nátrium sói, alkilamid-szulf-
onátok, beleértve zsíros metiltauridokat, alkilaril-poli-
éteralkoholok, szulfatált magas szénláncú alkoholok,
polivinil-alkoholok, polietilén-oxidok, szulfonált állati és
növényi olajok, szulfonált petroleumolajok, polihidroxi-
alkoholok zsírsavészterei és ezen észterek etilén-oxidos
addíciós termékei és magas szénláncú merkaptánok etilén-
oxidokkal képezett addíciós termékei. A kereskedelemben
sok másfajta hasznos felületaktív szer is hozzáférhető. Ha
felületaktív szert használunk, akkor ennek aránya a fun-
gicid készítmény 1–15 súly%-a között változik.
A porok a hatóanyag szabadon folyó elegyei, melyeket
finoman eloszló szilárd anyaggal, pl. talkummal, termé-
szetes anyaggal, kovasavval, pirofillittel, krétával, diato-
mafölddel, kalciumfoszfátokkal, kalcium- és magnézi-
umkarbonátokkal, kénnel, mésszel, lisztekkel és más
szerves vagy szeretlen szilárd anyagokkal képeznek,
melyek diszpergálószerként és hordozóként működnek a
toxikus hatóanyag mellett. A finomeloszlású szilárd ré-
szecskék átlagos részecske nagysága kisebb, mint 50
mikron. Egy tipikus porformulázott készítmény 75% szil-
íciumdioxidot és 25% toxikus hatóanyagot tartalmaz.
A folyékony koncentrátumokhoz tartozik az emulgál-
ható koncentrátum, amely homogén folyadék vagy pép-
készítmény, melyet vízben vagy más diszpergálószerben
könnyen diszpergálhatunk és amely a fungicid mellett fo-
lyékony vagy szilárd emulgálószer vagy folyékony hor-
dozóanyagot, pl. xilolt, nehéz aromás naftákat, izoforont
vagy más nem illékony szerves oldószereket tartalmaz-
hat. Az alkalmazás módja szerint ezeket a koncentrá-
tumokat vízben vagy más folyékony hordozókban diszper-
gálhatjuk és spray-ként vihetjük fel a kezelendő területre.
További formulázott fungicid készítmények közé tar-
toznak az egyszerű oldatok, amelyeket a hatóanyag egy
diszpergálószerrel képez, melyben fungicid hatóanyag
teljesen oldható a kívánt koncentrációban, ilyenek pl. az
acetont, az alkilezett naftalinok, a xilol vagy más szerves
oldószerek. A szemcsés készítményekben a fungicid ha-
tóanyagot viszonylag durva részecskék hordozzák és ez
igen hasznos a levegőben történő alkalmazásnál, vagy a
talajvédő növényekből álló zárt lombzatú erdő penetrá-
lásához. Nyomás alatt lévő spray-keket, aeroszolo-
kat használhatunk, ahol a hatóanyagot finomeloszlású formában
diszpergáljuk alacsony forráspontú diszpergáló oldószer-
hordozó, pl. freonok párologtatásának eredményeké-
ppen. A formulázási technológia és a fungicidok alkalm-
zási módja az irodalomból ismert. A fungicidok
súly%-a a készítmény alkalmazási módjától és a formu-
lázás típusától függ és általában 0,5–95 súly% között
mozog a fungicid készítményre vonatkoztatva. A fun-
gicid készítmények tartalmazhatnak más hatóanyagokat,
azaz más fungicideket, inszekticideket, nematocicideket,
baktericideket, növekedésszabályozókat, trágyákat stb.
A találmány szerinti készítményeket és fungicid hatá-
sukat az alábbi példákkal szemléltetjük:
1. példa
3-(N-metoxiacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-tio-
butirolakton

1,46 g (0,0135 mol) metoxiacetilklorid 10 ml diklórmétánnal készített oldatát hozzácepegtetjük 3 g (0,0135 mol) 3-(N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-tiobutirolakton 200 ml toluollal készített visszafolyató hűtő alatt melegített oldatához. A reakcióelegyet visszafolyató hűtő alatt 3 óráig melegítjük és bepárolva szilárd anyagot kapunk, amelyet éter:benzol:hexán 10:1:10 arányú elegyből átkristályosítva 1,8 g cím szerinti terméket kapunk csereszínű termék formájában. Op.: 86–87 °C. A termék infravörös spektruma két erős karbonil abszorpciós sávot mutat 5,85 és 6,03 mikronnál.

2. példa

3-(N-acetoxiacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton előállításaa (nem igényeljük)

13,7 g (0,1 mol) acetoxiacetilkloridot hozzácepegtetünk 20,5 g (0,1 mol) N-2,6-dimetilfenilamino-gamma-butirolakton és 7,9 g (0,1 mol) piridin 150 ml benzollal készített oldatához. Az odagolás befejezése után a reakcióelegyet kb. 25 °C-on 4 óráig keverjük, majd vízzel mossuk, magnéziumszulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepárolva olajos maradékot kapunk. A maradékot etiléter és hexán elegyből átkristályosítva 27,3 g terméket kapunk, amely 90–91 °C-on olvad.

Analog módon 3-(N-ciklopropilkarbonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton állíthatunk elő ciklopropilkarbonilkloridból és N-2,6-dimetilfenilamino-gamma-butirolaktonból, mint kiindulási anyagokból.

3. példa

N-hidroxiacetil-N-2,6-dimetilfenilamino-gamma-butirolakton előállítása (nem igényeljük)

50 g (0,18 mol) 3-(N-klóracetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton, 14,5 g (0,36 mol) nátriumhidroxid 50 ml vízzel készített oldatát és 450 ml dimetoxietánt 25 °C-os hőmérsékleten 16 óráig keverjük. A kapott elegyet leszűrjük, 500 ml diklórmétánnal hígítjuk. A reakcióelegybe egy óráig sósavgázt buborékoltatunk. Az elegyet leszűrjük, magnéziumszulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot, 10% etilétert és 90% hexánt tartalmazó eleggyel mossuk, szűrjük és levegőn szárítjuk. 36,5 g cím szerinti terméket kapunk fehér kristályos anyag formájában. Op.: 173–174 °C.

4. példa

N-etoxiacetil-N-2,6-dimetilfenilamino-gamma-butirolakton előállítása (nem igényeljük).

6,2 g (0,05 mol) etoxiacetilkloridot 10,3 g (0,05 mol) 3-(N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton 150 ml toluollal készített oldatához csepegtetjük visszafolyató hűtő alatt. A reakcióelegyet ezután visszafolyató hűtő alatt 2 óráig melegítjük. Lehűtés után az elegyet vízzel, majd telített nátriumhidrogénkarbonát oldattal és vízzel mossuk, magnéziumszulfát felett szárítjuk és bepároljuk. 11,2 g 3-(netoxiacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolaktont kapunk. Op.: 73–75 °C.

5. példa

N-metilioacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton előállítása

22 g (0,3 mol) nátriummetilmerkaptidot kis részletekben 25,3 g (0,08 mol) N-brómacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton (Op.: 116–117 °C) 200 ml dimetilszulfóiddal készített oldatához adagolunk. A reakcióenyhénexoterm. Azelegyet 25 °C-on 16 óráig keverjük. A reakcióelegyet vízsugárszivattyúval előállított csökkentett nyomáson 150 °C-ra melegítjük és így a di-

metilszulfoxid oldószer egy részét eltávolítjuk. A maradékot vízzel hígítjuk és a vizes réteget elkülönítjük. A szerves részt 350 ml diklórmétánnal feloldjuk, vízzel mossuk, magnéziumszulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepárolva olajos terméket kapunk. Az olajat szilikagél oszlopon kromatografáljuk, eluálószerként 20% acetont és 80% petrolétert tartalmazó elegyet használunk. 11 g terméket kapunk, amelyet etiléter és aceton elegyből átkristályosítunk. A termék 77–78 °C-on olvad.

6. példa

3-(N-metoxiacetil-N-2-metilnaft-1-il-amino)-gamma-butirolakton előállítása (nem igényeljük)

2,4 g (0,022 mól) metoxiacetilkloridot hozzácepegtetünk 5,5 g (0,022 mól) 3-(N-2-metilnaft-1-il-amino)-gamma-butirolakton és 1,7 g (0,022 mól) piridin 100 ml diklórmétánnal készített oldatához. A reakcióelegyet 1 óráig 25 °C-on keverjük, majd visszafolyató hűtő alatt 6 óráig melegítjük, éjjel lehűtjük és a reakcióelegyet vízzel, majd telített nátriumhidrogénkarbonáttal és ismét vízzel mossuk, magnéziumszulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot szilikagél oszlopok kromatografáljuk. Eluálószerként 25% acetont és 75% petrolétert tartalmazó elegyet használunk. 4,3 g cím szerinti terméket kapunk, amely 42–46 °C-on olvad.

7. példa

3-(N-metoxitionoacetil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-tiobutirolakton előállítása

6 g foszforpentaszulfid 300 ml xilollal készített Dean Stark vízelválasztó alatt melegítjük és így a jelenlevő vizet azeotropikusan eltávolítjuk. 100 °C-ra lehűtve az oldatot 2 ml piridint adunk hozzá, majd 33,3 g 3-(N-metoxiacetil-3-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton hozzáadása következik. A kevert szuszpenziót 150 °C-on melegítjük. Kb. 40 perc múlva a foszforpentaszulfidot feloldjuk és az elegyet a hét végén 150 °C-on tartjuk. Az elegyet metilénklorid egyenlő térfogatával hígítjuk és 200 ml telített nátriumhidrogén karbonáttal, 200 ml vízzel mossuk és magnéziumszulfáton szárítjuk. Az oldatot leszűrjük és a szűrletet vákuumban ledesztillálva sötét olajat kapunk, amelyet 300 g szilikagél oszlopon kromatografálunk. Eluálószerként petrolétert, majd 80% petrolétert tartalmazó etilétert és 70% petrolétert tartalmazó etilétert, továbbá 60% petrolétert tartalmazó etilétert és 40% petrolétert tartalmazó etilétert, valamint 25% petrolétert tartalmazó etilétert használunk.

A petroléter és etiléter oldatokból izolált olajat metilénkloridban feloldjuk és aktív szénnel és magnéziumszulfáttal kezeljük, leszűrjük, desztilláljuk és így a cím szerinti terméket olaj formájában kapjuk 1,8 g mennyiségben. A termék a B táblázat 10. számú vegyülete.

8. példa

3-(N-krotonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton előállítása

6 g krotonsavat és 12 g tionilkloridot 1 óráig visszafolyató hűtő alatt melegítünk és a tionilklorid feleslegét vákuumban eltávolítjuk. 14 g 3-(N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton 150 ml toluollal együtt hozzáadunk és 2 óráig visszafolyató hűtő alatt melegítjük. Az elegyet vízzel telített nátriumhidrogénkarbonát oldattal mossuk,

magnéziumszulfáton szárítjuk, leszűrjük és az oldószert ledesztilláljuk. A terméket 260 g szilikagél oszlopon kromatografáljuk és acetone:éter:petroléter elegyével eluáljuk. 3,1 g cím szerinti terméket kapunk, amely 122—123 °C-on olvad. A termék az A táblázat 3. számú vegyülete.

9. példa

3-(N-3-metil-2,3-epoxibutanoil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton előállítás.

A 3-(N-3-metil-krotonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton (A) a 8. példában leírt módon állítjuk elő 3-metil-krotonsav kiindulási anyagból. 9 g A terméket 6 g 3-klórperbenzoesavat és 4,7 g káliumdihidrogén-foszfátot 75 ml diklórmetánban visszafolyató hűtő alát melegítünk 48 óráig. Az elegyet vízzel mossuk, magnézium-szulfáttal szárítjuk és desztilláljuk. A maradékot éter és hexán elegyből kristályosítva 5,4 g cím szerinti terméket kapunk, amely 100—104 °C-on olvad. A termék az A táblázatban 7. számú vegyület.

10. példa

Micélium-gátlás

A találmány szerint előállított 2. számú vegyületet fungicid hatás szempontjából a micélium-gátlás-teszt segítségével értékeltük ki. A teszt segítségével a fungicid hatású vegyületek fungitoxikus hatását a micélium-növekedés gátlásának fokában mérjük. A 2. sz. vegyületet acetonban feloldva 500 ppm koncentrációjú oldatot kapunk. Papírcsíkokat beoltunk *Pythium Ultimum* micélium-növekménnyel oly módon, hogy a papírt a micélium szuszpenzió burgonya dextróz táptalajával fedjük. A beoltott papírcsík ezután burgonya dextróz agar lemezekre helyeztük és mikropermetezővel bepermeteztük a fungicid oldattal. A kezelt papírcsíkokat 25 °C-on inkubáltuk és 24 óra múlva feljegyeztük az adatokat. A fungicid hatás mérése úgy történik, hogy mérjük a papírcsík közepétől számított micélium-növekmény gátolt zónáját. A 2. sz. vegyület hatásosságát 100 %-osnak találtuk, a Difoltánhoz viszonyított gátlási %-ban kifejezve.

11. példa

Paradicsomvész

A találmány szerint előállított vegyületeket paradicsomvész megelőzésére teszteltük (*Phytophthora infestans*). 5 vagy 6 hetes paradicsompalántákat használtunk (Bonny Best fajta). A paradicsomnövényeket bepermetezzük a tesztvegyület acetonnal, vízzel és kis mennyiségű nem-ionos emulgálószerrel készített 250 ppm koncentrációjú szuszpenziójával. A bepermetezett növényeket ezután egy nappal később beoltjuk a kamrába helyezett organizmussal és 19—20 °C-on 100 %-os relatív nedvességtartalom mellett legalább 16 óra hosszat inkubáljuk. Az inkubáció után a növényeket 60—80 %-os relatív nedvességtartalom mellett melegházban tartjuk kb. 7 napig. Az adott tesztvegyület gombaölő hatását a kezeletlen növények kontrolljához viszonyítva állapítottuk meg. Az eredményeket az 1. és 2. táblázat tartalmazza. A tesztvegyület koncentrációja 250 ppm hacsak a zároljében másképp nem tüntettük fel.

12. példa

Zellervész

A zellervész-teszteket 11 hetes zellernövényekkel (Utah) végeztük. A zellervészt okozó organizmus *Septo-*

ria apii. A zellernövényeket a tesztvegyület acetonnal, vízzel és nem ionos emulgálószerrel készített elegyének oldatával permeteztük be. A növényeket ezután beoltottuk az organizmussal és kamrába helyezve 19—20 °C-on 100 %-os relatív nedvességtartalom mellett kb. 48 óra hosszat inkubáljuk. Az inkubáció után a növényeket hagyjuk megszáradni és 60—80 relatív nedvességtartalom mellett kb. 14 napig állni hagyjuk.

A gombaölő hatást a kezeletlen kontroll növényekhez képest értékeltük ki. Az eredményeket az 1. és 2. táblázat tartalmazza.

13. példa

Szőlő-lisztharmat

A találmány szerint előállított vegyületeket plazmopara viticola szőlő peronoszpóra organizmus ellen vizsgáltuk. Gazdanövényként 7 hetes *Vitis vinifera* Emperor fajtájú szőlőleveleket használtunk, melyek átmérője 70 és 85 mm között változott. A leveleket bepermeteztük a tesztvegyület acetonos oldatával. A bepermetezett leveleket megszáritottuk, és az organizmus spóra szuszpenziójával beoltottuk, majd nedves kamrába helyeztük és 18—22 °C-on 100 %-os relatív nedvességtartalom mellett inkubáltuk. Az oltás után 7—9 nappal meghatároztuk a gombaölő hatást. A gombaölő hatás értékelése a kezeletlen kontroll növényekhez viszonyított %-os értékkel történt. Az eredményeket az 1. és 2. táblázat tartalmazza.

14. példa

Paradicsom alternaria

A találmány szerint előállított vegyületeket paradicsom alternariara teszteltük. Teszt organizmusként *Alternaria solani* conidia-t használtunk. 6-7 hetes Bonny Best fajtájú paradicsompalántákat használtunk. A paradicsomnövényeket a teszt vegyület acetonnal és vízzel készült 250 ppm-es oldatával permeteztük be, amely kis mennyiségű nem ionos emulgálószerrel is tartalmaz. A bepermetezett növényeket egy nap múlva beoltjuk az organizmussal, megszáritjuk és 60—80 % relatív nedvességtartalom mellett 12 napig tartjuk. A gombaölő hatás %-os értékelése a kezeletlen kontroll növényeken észlelt betegség %-ában történik. A megvizsgált vegyületeket és az eredményeket az 1. és 2. táblázat tartalmazza.

15. példa

Lisztharmat

A lisztharmat tesztet jól fejlett sziklevelekkel rendelkező Bountiful fajtájú babpalántákkal végeztük. A patogén *Erysiphe polygoni* volt. A babpalántákat a teszt vegyületet és nem ionos emulgálószerrel tartalmazó acetonos és vizes 250 ppm koncentráció oldattal permeteztük be. A kezelt növényeket a permetezés után egy nappal beoltjuk a patogénnal. A növényeket ez után 60—80 % relatív nedvességtartalom mellett és 19—20 °C-on melegházban tartottuk. A levelek fertőzöttségi fokát 10 nap múlva értékeltük ki. Az adott tesztvegyület gombaölő hatását a kezeletlen kontroll növényeken észlelt hatáshoz viszonyítva %-osan fejeztük ki. Az eredményeket a 2. táblázat tartalmazza.

16. példa

Levélrozsda

A levélrozsdat tarkababon vizsgáltuk. Patogén organizmusként *Uromyces phaseoli* tipica szolgált. A tarkabab

növényeket a teszt vegyület nem ionos emulgálószer tartalmazó acetonos vizes elegyének 250 ppm koncentrációjú oldatával permeteztük. A kezelt növényeket ezután beoltottuk a patogénnel, majd kamrában kb. 20 óráig 100%-os relatív nedvességtartalom mellett és 20–21 °C-on inkubáltuk. A növényeket ezután a kamrából elmozdítottuk, száradni hagytuk, majd 60–80%-os relatív nedvességtartalom mellett melegházban tartottuk. A levelek fertőzöttségének fokát 14 nap múlva értékeltük ki. Az adott tesztvegyület gombaölő hatását a kezeletlen kontroll növényeken tapasztalt hatáshoz képest %-osan fejeztük ki. Az eredményeket a 2. táblázat tartalmazza.

17. példa

3-(N-ciklopentilkarbonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolakton előállítás

5,7 g (0,043 mól) ciklopentilkarbonilkloridot hozzácsépegtetünk 8,8 g (0,043 mól) N-2,6-dimetilfenilamino-gamma-butirolakton 100 ml toluollal készített oldatához. Az adagolás befejezése után az oldatot egész éjjel visszafolyatón hűtő alatt melegítjük, majd vízzel, telített nátriumkarbonát oldattal, majd ismét vízzel mossuk, magnéziumszulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. Így olajos maradékot kapunk, amelyet etiléterből kristályosítunk. 6,1 g cím szerinti terméket kapunk, amely 109–113 °C-on olvad. A terméket a C táblázatban Cl vegyületként találhatjuk.

18. példa

2-(N-ciklopropilkarbonil-2,6-dimetilfenilino)-4-(t-butil-tio)-butánsav előállítás.

4,2 g terc-butilmerkaptán 100 ml 1,2-dimetoxietánnal készített oldatához keverés közben 2,5 g nátriummetoxidot adagolunk. Az 1. példa szerint előállított 11,6 g 3-(ciklopropilkarbonil-2,6-dimetilfenilino)-butirolakton adunk az elegyhez és szobahőmérsékleten egész éjjel keverjük, majd jeges vízbe öntjük. Az elegyet 2×100 ml toluollal mossuk, majd a toluolt vízzel kimossuk. A vizes fázist 12 n sósavval pH = 1 értékre savanyítjuk, majd metilénkloriddal kétszer extraháljuk. A metilénklorid extraktumokat vízzel mossuk, magnéziumszulfáttal szárítjuk, leszűrjük és desztillálva a cím szerinti terméket kapjuk 10,6 g mennyiségben és olaj formájában.

19. példa

15 3-(N-ciklopropilkarbonil-2,6-dimetilfenilino)-butirolakton előállítás

A 18. példa szerint kapott 10,6 g savat 200 ml metilénkloridban feloldjuk egy kondenzálóval ellátott lombikban lehűtjük –20 °C-ra, majd 6 g foszfortrikloridot csepegtetünk hozzá. Az exoterm reakció következtében az elegy 36 °C-ra melegszik fel. További metilénkloridot adunk hozzá, majd az elegyet éjjel szobahőmérsékleten állni hagyjuk, ennek hatására két fázis képződik. A metilénklorid réteget összegyűjtjük, szárítjuk, magnéziumszulfáttal és szilikagélen, majd leszűrjük és desztilláljuk. A kapott olajat petroléterben kristályosítjuk és így a cím szerinti terméket kapjuk, amely 145–147 °C-on olvad. A C táblázatban felsorolt vegyületeket a 17–19. példákban leírt módszerhez hasonlóan állítjuk elő. Az egyes vegyületek szerkezetét a táblázatban foglaljuk össze és nukleáris mágneses rezonancia színképelemzéssel és/vagy infravörös színképelemzéssel igazoltuk.

A Táblázat
IA képletű vegyület

Példa száma	Ar	Y	R ¹	Op °C	Analízis					
					C		H		N	
					Számított	Talált	Számított	Talált	Számított	Talált
1	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	CH=CH ₂	142–3	69,48	68,7	6,61	6,77	5,40	5,42
2	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	CH=C(CH ₃) ₂	86–7	71,06	71,39	7,37	7,67	4,88	4,96
3	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	CH=CHCH ₃	122–3	70,31	69,38	7,01	6,99	5,12	5,16
4	2,6-(OH ₃) ₃ ∅	S	CH=CH ₂	101–2	65,43	62,56	6,22	6,23	5,09	4,93
5	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	C(CH ₃)=CH ₂	115–23	70,31	68,5	7,01	6,99	5,12	5,17
6	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	S	CH=C(CH ₃) ₂	123–4	67,29	68,25	6,98	7,2	4,62	4,86
7	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	(1)	100–04	67,31	67,44	6,98	7,36	4,62	4,66
8	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	(2)	109–10	66,42	68,3	6,62	7,05	4,84	5,02
11	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	(3)	117–18	66,42	66,15	6,62	6,72	4,84	4,76
12	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	S	CH=CHCH ₃	117–122	66,4	68,17	6,62	6,98	4,84	5,0
13	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	S	CH ₂ CH=CH ₂	67–69	66,4	67,0	6,62	7,08	4,84	4,89
14	2,6-(OH ₃) ₂ ∅	0	CH ₂ CH=CH ₂	84–87	70,31	70,65	7,01	7,42	5,13	5,26
15	2-metil-naft-1-il	0	CH=CHCH ₃ (rotamer A)	166–172	73,77	72,13	6,19	6,36	4,53	4,45
16	2-metil-naft-1-il	0	CH=CHCH ₃ (rotamer B)	104–111	73,77	74,53	6,19	6,65	4,53	4,92
17	2-metil-naft-1-il (rotamer A)	0	CH=CH ₂	158–176	73,2	73,35	5,80	5,79	4,74	4,43
18	2-metil-naft-1-il (rotamer B)	0	CH=CH ₂	177–178	73,2	71,32	5,80	5,92	4,74	4,53

B Táblázat
IB általános képletű vegyületek

Példa száma	Ar	Y	R ¹	Op °C	C		Analízis H		N	
					Számított	Talált	Számított	Talált	Számított	Talált
9	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	O	CH ₂ OCH ₃	85,6	61,41	66,17	6,53	6,82	4,77	5,35
10	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	S	CH ₂ OCH ₃	olaj	58,22	57,35	6,19	6,11	4,53	4,55

1. Táblázat
Kontroll %

Szám	Szőlő peronoszpóra	Paradicsomvész	Zellervész	Paradicsom alternária
1	89	0	65	7
2	54	0	23	0
3	100	100	33	29
4	110	57	94	29
5	18	23	23	18
6	54	13	57	8
7	—	14	11	11
8	—	0	50	11
9	100	98	37	0
10	100	99	50	—
11	100	71	23	0
12	100	84	36	0
13	100	96	44	0
14	100	96	44	0
15	100	89	11	0
16	100	84	37	0
17	100	37	—	0
18	83	0	—	0

2. Táblázat
Fungicid hatás

Szám	GDM	TLB	CLB	TEB	BR	BPM
C1	—	81	19	0	0	10
C2	—	50	19	0	0	0
C3	—	0	7	0	0	4
C4	98	71	19	0	29	4
C5A	99	6	44	21	0	0
C5B	99	13	44	56	0	23
C6	13	11	0	0	0	98

C Táblázat
IC általános képletű vegyületek

Szám	Ar	R ¹	Y	Op °C	C		Analízis H		N	
					Számított	Talált	Számított	Talált	Számított	Talált
C1	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	ciklopentil	0	109—113	71,73	72,78	7,69	7,94	4,65	4,67
C2	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	ciklobutil	0	119—120	71,06	70,87	7,37	7,54	4,88	4,75
C3	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	ciklohexil	0	162—163	72,35	73,37	7,98	8,36	4,44	4,48
C4	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	ciklopropil	S	145—147	66,40	66,97	6,62	6,75	4,84	5,4
C5A*	(4)	ciklopropil	0	186—190	73,77	73,79	6,19	6,43	4,53	4,47
C5B*	(5)	ciklopropil	0	139—142	73,77	74,35	6,19	6,29	4,53	4,49
C6	2,6-(CH ₃) ₂ ∅	ciklopropil	NCH ₃	113—114	71,30	70,35	7,74	7,74	9,78	9,69

*A és B rotamerek

A II-16. példákban a hatóanyagból készített 1%-os acetonos törzsoldatot használtunk, azaz 100 ml törzsoldat 1 g hatóanyagot tartalmaz. Mintegy 2-3 csepp nemionos Ortho X-77 Spreader emulgálószerrel adunk 10 ml törzsoldathoz (Gyártó cég: Ortho Division of Chevron Chemical Company of San Francisco, Amerikai Egyesült Államok). A biológiai teszthez használt aktuális koncentrációt a törzsoldat ionmentes vízzel történő hígításával alakítjuk ki. Például egy 250 ppm tesztvegyületet tartalmazó készítményt úgy állítunk elő, hogy 25 ml törzsoldatot 975 ml ionmentes vízzel hígítunk.

20. példa

1 súly% 3-(N-krotonil-N-2,6-dimetilfenilamino)-gamma-butirolaktont tartalmazó emulziókoncentrátumot úgy állítunk elő, hogy 10,2 g 99%-os tisztaságú laktont összekeverünk 949,8 g xilollal, 40 g emulgeálószerrel (kalcium-alkilbenzo-szulfonát és oktilfenoletoxíált elegye, azaz 20 g Atlox 3403F és 20 g Atlox 3404F, ICI, Amerikai Egyesült Államok).

21. példa

5 súly% 3-(N-krotonil-N-2,6-dimetil-fenilamino)-gamma-butirolaktont tartalmazó emulziókoncentrátumot úgy állítunk elő, hogy 51 g 99%-os tisztaságú fenti elegyet 884 g xilollal, 25 g ciklohexanonnal és 40 g 20. példa szerinti emulgálószerrel keverünk össze.

22. példa

35,5 súly% 3-(N-krotonil-N-2,6-dimetil-fenilamino)-gamma-butirolaktont tartalmazó gördülékény vízalapú folyadékkészítményt úgy állítunk elő, hogy 375,2 g fenti, 95%-os tisztaságú laktont 490,7 g vízzel, 19,6 g polivinilalkohollal, 14,3 g szilikon habzágatóval szerrel (Antifoam C, Dow Corning Company of Midland, Amerikai Egyesült Államok), 98 g propilén-glikollal, 2 g nátrium-citráttal, 2 g butilált hidroxitoluol és butilált hidroxiamizol antioxidáns elegyével (Tenox 6, Eastman Chemicals Co. of Kingsport, Tennessee, Amerikai Egyesült Államok) és 2 g xantán gumival és 18 g oktil-fenol-etoxiláttal összekeverünk.

23. példa

80 súly % előző példa szerinti hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető port úgy állítunk elő, hogy 808 g fenti laktont (99%-os tisztaságú) összekeverünk 142 g attapulgit anyaggal és 50 g lignoszulfáttal és tauritból, szulfoszukcináttal álló diszpergáló eleggyel (Dryperse by Witco Chemical Company of Houston, Texas, Amerikai Egyesült Államok).

24. példa

65 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető port úgy állítunk elő, hogy 657 g 99%-os tisztaságú fenti laktont 293 g attapulgit anyaggal és 50 g előző példa szerinti diszpergálószerrel összekeverünk.

25. példa

50 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető port úgy állítunk elő, hogy 521 g fenti hatóanyagot (96% tisztaságú) 379 g talkummal, 50 g szintetikus szilícium-dioxiddal és 50 g fenti diszpergálószerrel összekeverünk.

26. példa

20 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető por előállításához 206 g (97% tisztaságú) laktont összekeverünk 734 g porított kalcium-karbonáttal és 50 g fenti diszpergálószerrel.

27. példa

10 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó nedvesíthető por előállításához 103 g laktont összekeverünk 847 g kaolinnal és 50 g fenti diszpergálószerrel.

28. példa

90 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó por előállításához 909 g 99%-os tisztaságú laktont 91 g finom eloszlású kaolinnal összekeverünk.

29. példa

25 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó port úgy állítunk elő, hogy 253 g laktont 749 g finom eloszlású kaolinnal összekeverünk.

30. példa

Aeroszol előállításához 40,8 g fenti, 99%-os tisztaságú hatóanyagot összekeverünk 969,7 g igen finom eloszlású kaolinnal. Ezt utána összekeverjük 2000 g 30 súly% propánt és 70 súly% izobutánt tartalmazó felhajtó gázzal nyomás alatt és spray palackokba töltjük nyomás alatt. Kiengedésre 4 súly% laktont tartalmazó aeroszol por szabadul fel. A felhajtó gázzal együtt a készítmény 1,3% fenti laktont tartalmaz.

31. példa

20 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó granulátumot úgy állítunk elő, hogy 204 g laktont 786 g granulált természetes fenyőgyantával és 10 g butilált hidroxitoluol antioxidánsal összekeverünk.

32. példa

10 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó granulált készítmény előállításához 102 g 98%-os tisztaságú laktont 738 g diatoma föld szemcsékkel és 160 g N-metil-pirrolidonnal összekeverünk.

33. példa

10 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó granulált készítmény előállításához 102 g fenti laktont (98%-os tisztaságú) 718 g diatoma föld szemcsékkel és 160 g dimetilformamiddal keverünk össze.

34. példa

5 súly% fenti hatóanyagot tartalmazó granulátumot úgy állítunk elő, hogy 50,5 g 99%-os tisztaságú laktont 949,5 g diatoma föld szemcsékkel összekeverünk.

Az A, B, C és táblázatokban felsorolt hatóanyagokat hasonlóan formázzuk.

A legegélyesebbek az ásványi hordozót pl., kaolint és az anionos felületaktív szert tartalmazó nedvesíthető porok.

65

1. Fungicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,1–95 súly % I általános képletű vegyületet — a képletben

Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal- szubsztituált fenil vagy naftilcsoport,

R¹ jelentése 2–6 szénatomos alkenilcsoport, 2–6 szénatomos alkeniloxid.

R² jelentése hidrogénatom,

Y jelentése oxigén, kénatom vagy NR-csoport, a képletben R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport,

W jelentése oxigén- vagy kénatom,

X jelentése oxigén- vagy kénatom, azzal a megkötéssel, hogy ha W jelentése kénatom, akkor R¹ a fenti csoportokon kívül jelenthet hidroxilmetil- vagy 2–6 szénatomos alkoxilalkil-, vagy 2–6 szénatomos alkil-tioalkilcsoportot — és biológiailag iners, szilárd vagy folyékony hordozóanyagot, előnyösen ásványi szilárd anyagot, adott esetben anionos vagy nem -ionos felületaktív anyagot és adott esetben egyéb segédanyagot, előnyösen habzágátlószer és antioxidáns tartalmaz.

(Elsőbbsége: 1979. június 1.)

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként III általános képletű vegyületet tartalmaz, — a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése hidroximetil-, 2–6 szénatomos alkoxilalkil-, 2–6 szénatomos alkiltioalkil-csoport, R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén-, kénatom vagy NR-csoport, ahol R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, X jelentése oxigén- vagy kénatom.

(Elsőbbsége: 1978. június 1.)

3. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként valamely VIII általános képletű vegyületet tartalmaz, a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén-, kénatom vagy NR-képletű csoport, ahol R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, azzal a megkötéssel, hogyha Ar jelentése szubsztituált fenilcsoport, és R¹ jelentése ciklopropil-csoport, akkor Y oxigénatomtól eltérő jelentésű.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

4. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként valamely Id általános képletű vegyületet tartalmaz, — a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenilcsoport, és R¹ és R² jelentése a 3. igénypontban megadott.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

5. Az 1. igénypont szerint készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként valamely V általános képletű vegyületet tartalmaz, — a képletben R¹ 3–6 szénatomos cikloalkilcsoportot, R² hidrogénatomot és R⁴ és R⁵ metil- vagy etilcsoportot jelent.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

6. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként VI általános képle-

tű vegyületet tartalmaz, a képletben Ar, R¹ és R² jelentése a 3. igénypontban megadott.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

7. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan VII általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében R¹ jelentése 4–6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ jelentése metil- vagy etilcsoport.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

8. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan VIII általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált naftilcsoport és R¹, R² és Y jelentése a 3. igénypontban megadott.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

9. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan IX általános képletű vegyületet tartalmaz, amelynek képletében R¹ jelentése a 3. igénypontban megadott és R³ jelentése hidrogénatom és Y jelentése oxigén- vagy kénatom.

(Elsőbbsége: 1979. december 12.)

10. Eljárás az I. általános képletű gamma-butirolaktonok és gamma-butirotiolaktonok — a képletben a szubsztituensek jelentése a 3. igénypont szerinti — előállítására *azzal jellemezve*, hogy

a) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező III általános képletű vegyületek — a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogén, Y jelentése oxigén- vagy kénatom vagy NR ahol R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport és X jelentése oxigén- vagy kénatom — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet, — a képletben Z jelentése klór-, fluor- vagy brómatom — valamely XII általános képletű vegyülettel, — a képletben Ar, X, Y, R¹ és R² jelentése az altárgykör szerinti — reagáltatunk és a kapott VIII általános képletű vegyületet, ahol — a képletben Ar, R¹, X, Y, és R² jelentése a tárgyi kör szerinti — foszforpentaszulfiddal reagáltatunk,

b) Az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező VIII általános képletű vegyületek — a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport és R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén- vagy kénatom vagy NR-, — a képletben R jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, azzal a megkötéssel, hogy ha Ar jelentése szubsztituált fenilcsoport és R¹ jelentése ciklopropilcsoport, akkor Y jelentése oxigénatomtól eltérő — előállítására, valamely R¹COZ általános képletű vegyületet, ahol Z jelentése klór- vagy brómatom, valamely XII általános képletű vegyülettel, — a képletben Ar, X, Y, R¹ és R² jelentése a b) altárgykör szerinti — reagáltatunk,

c) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező Id általános képletű vegyületek — a képletben Ar jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenilcsoport, R¹ jelentése 3–6 szénatomos cikloalkilcsoport, és R² jelentése hidrogén-, vagy brómatom — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet, — a képletben Z jelentése klór- vagy bróm-

- atom, valamely XII általános képletű vegyülettel — a képletben Ar, és R² jelentése a c) tárgyi kör szerinti és Y jelentése kénatom — reagáltatunk,
- d) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező V általános képletű vegyületek — a képletben R¹ jelentése 2—6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ és R⁵ jelentése metil- vagy etilcsoport — előállítására az R¹COZ általános képletű vegyületet — a képletben Z = klór- vagy brómatom valamely XIIa általános képletű vegyülettel, ahol R⁴, R⁵ és R² jelentése a d) altárgykör szerinti — reagáltatunk,
- e) Az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező VI általános képletű vegyületek — a képletben Ar jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenilcsoport és R¹ jelentése 3—6 szénatomos cikloalkilcsoport és R² jelentése hidrogénatom — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet, — a képletben Z jelentése klór- vagy brómatom, valamely XII általános képletű vegyülettel, — a képletben Ar, R² jelentése az e) altárgykör szerinti és Y jelentése oxigénatom — reagáltatunk,
- f) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező VII általános képletű vegyületek — a képletben R¹ jelentése 4—6 szénatomos cikloalkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom és R⁴ jelentése metil- vagy etilcsoport — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet — a képletben Z jelentése klór- vagy brómatom — valamely XIIb általános képletű vegyülettel — a képletben R⁴ és R⁵ metil- vagy etilcsoport és R² jelentése hidrogénatom — reagáltatunk,
- g) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező VIII általános képletű vegyületek — a képletben Ar jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált naftilcsoport, R¹ jelentése 3—6 szénatomos cikloalkilcsoport és R² jelentése hidrogénatom — előállítására, valamely R¹COZ általános képletű vegyületet — a képletben jelentése klór- vagy brómatom — valamely XII általános képletű vegyülettel — a képletben Ar, Y és R² jelentése a g) altárgyköre szerinti — reagáltatunk,
- h) az I általános képletű vegyületek szűkebb körét képező IX általános képletű vegyületek — a képletben R¹

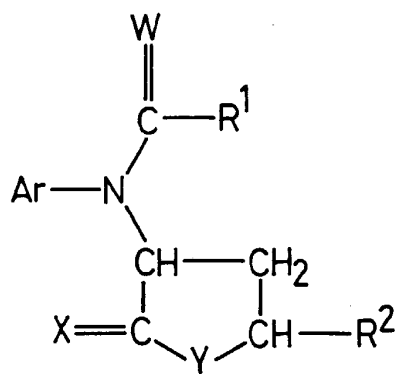
jelentése 3—6 szénatomos cikloalkilcsoport, R³ jelentése hidrogénatom vagy 1—3 szénatomos alkilcsoport és Y jelentése oxigén vagy kénatom — előállítására valamely R¹—COZ általános képletű vegyületet — a képletben Z jelentése klór- vagy brómatom — valamely XIc általános képletű vegyülettel, ahol R³, R² és Y jelentése a h) altárgyköre szerinti — reagáltatunk.

Elsőbbsége: 1979. december 12.

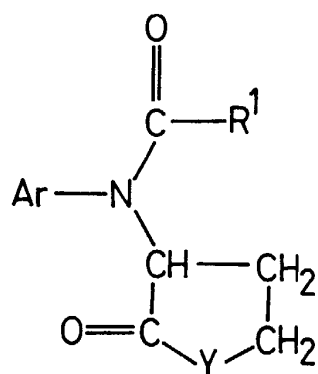
11. Eljárás az I általános képletű gamma-butirolaktonok és gamma-butirolaktonok előállítására, *azzal jellemezve, hogy*

- a) valamely I általános képletű vegyület — a képletben Ar jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 2—6 szénatomos alkenilcsoport vagy 2—6 szénatomos alkeniloxid-, R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén- vagy kénatom, vagy NR- általános képletű csoport, — a képletben R jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoport, W jelentése oxigénatom és X jelentése oxigén vagy kénatom — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet — a képletben Z jelentése klór- vagy brómatom — valamely XII általános képletű vegyülettel — a képletben Ar, X, Y, R¹ és R² jelentése az a) altárgyi kör szerinti — reagáltatunk,
- b) valamely I általános képletű vegyület — a képletben Ar jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált fenil- vagy naftilcsoport, R¹ jelentése 2—6 szénatomos alkenilcsoport, 2—6 szénatomos alkeniloxid és R² jelentése hidrogénatom, Y jelentése oxigén- vagy kénatom, vagy NR — a képletben R jelentése 1—4 szénatomos alkilcsoport, W jelentése kénatom és X jelentése oxigén- vagy kénatom — előállítására valamely R¹COZ általános képletű vegyületet, — a képletben Z jelentése klór- vagy brómatom — valamely XII általános képletű vegyülettel — a képletben Ar, X, Y, R¹ és R² a b) pont altárgyköre szerinti — reagáltatunk és a kapott VIII általános képletű vegyületet, — a képletben Ar, R¹, X, Y és R² jelentése a b) pont szerinti — foszforpentaszulfidval reagáltatunk.

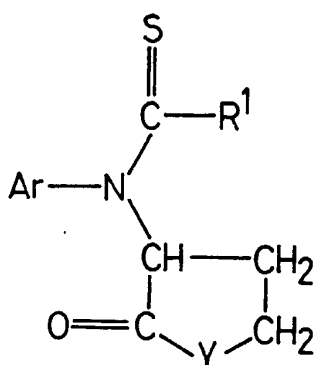
(Elsőbbsége: 1979. június 1.)



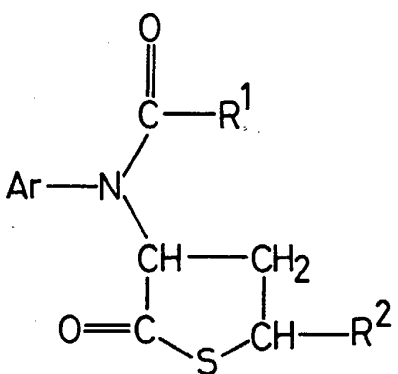
(I)



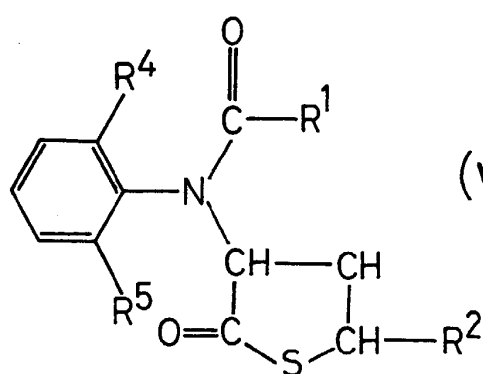
(Ia)



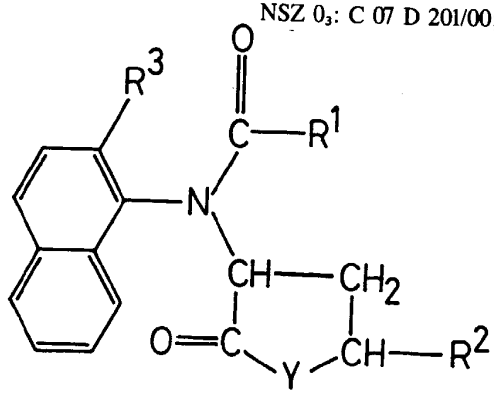
(Ib)



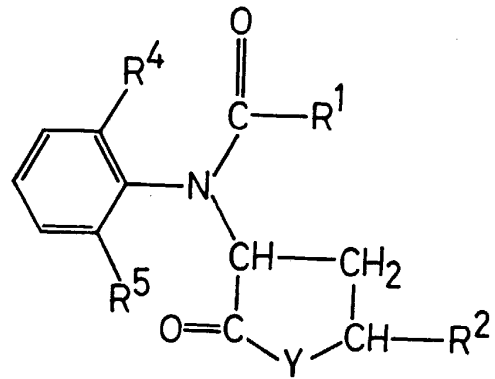
(Id)



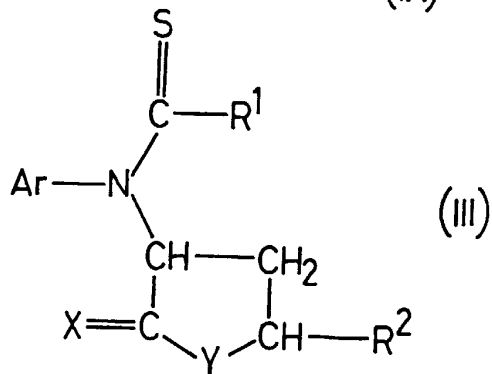
(v)



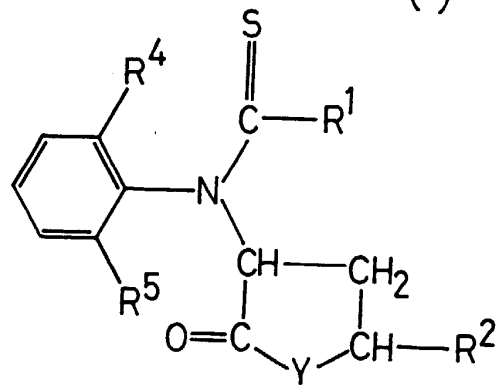
(IX)



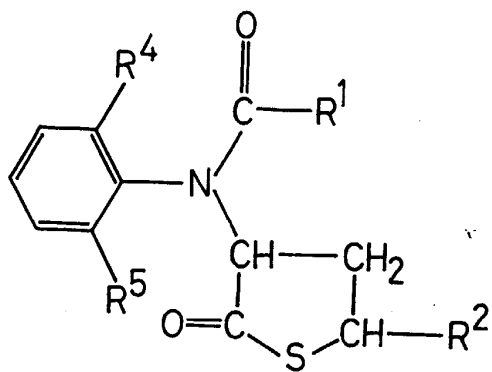
(II)



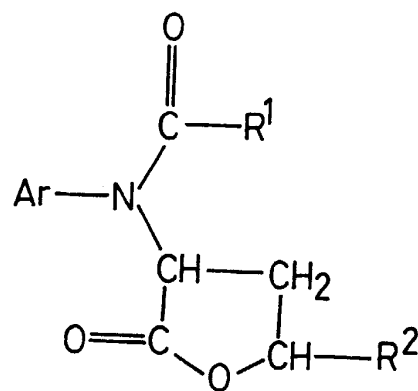
(III)



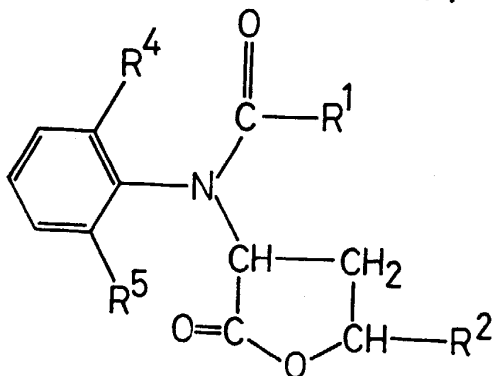
(IV)



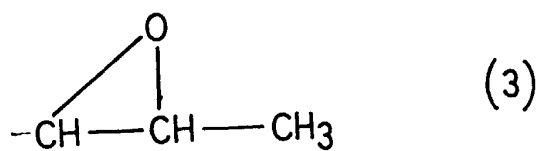
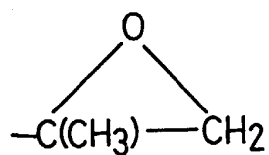
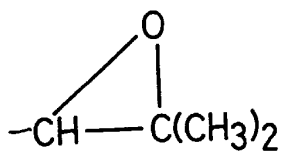
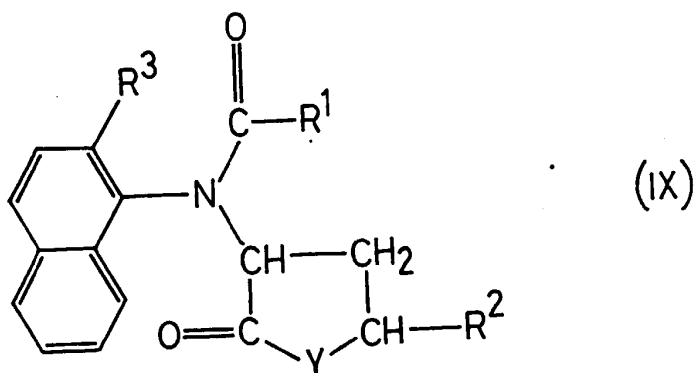
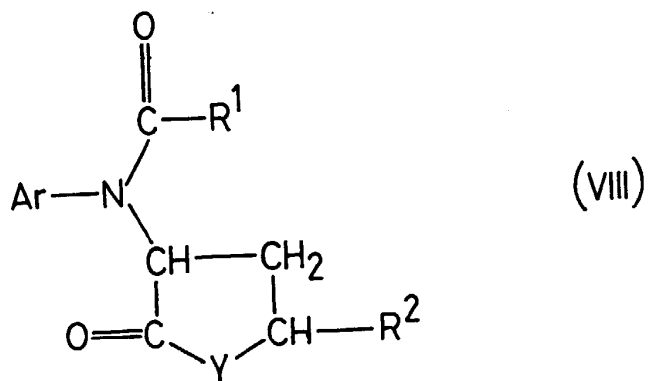
(V)

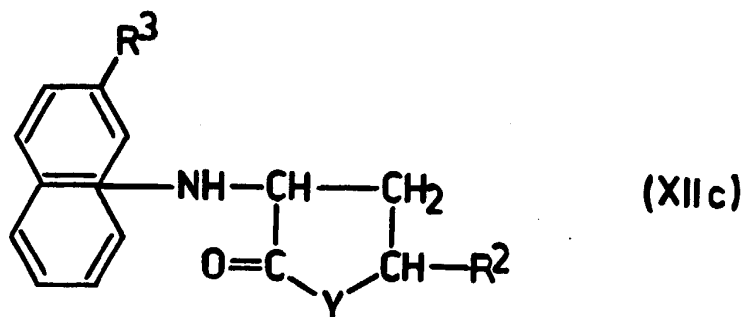
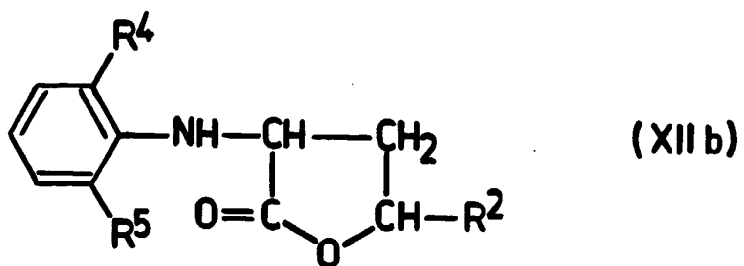
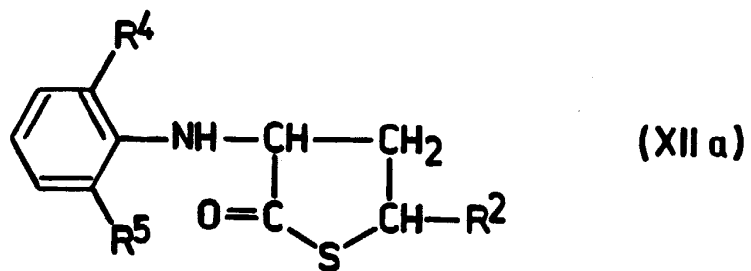
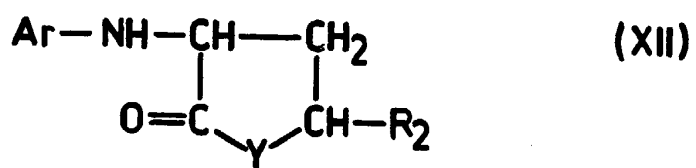


(VI)

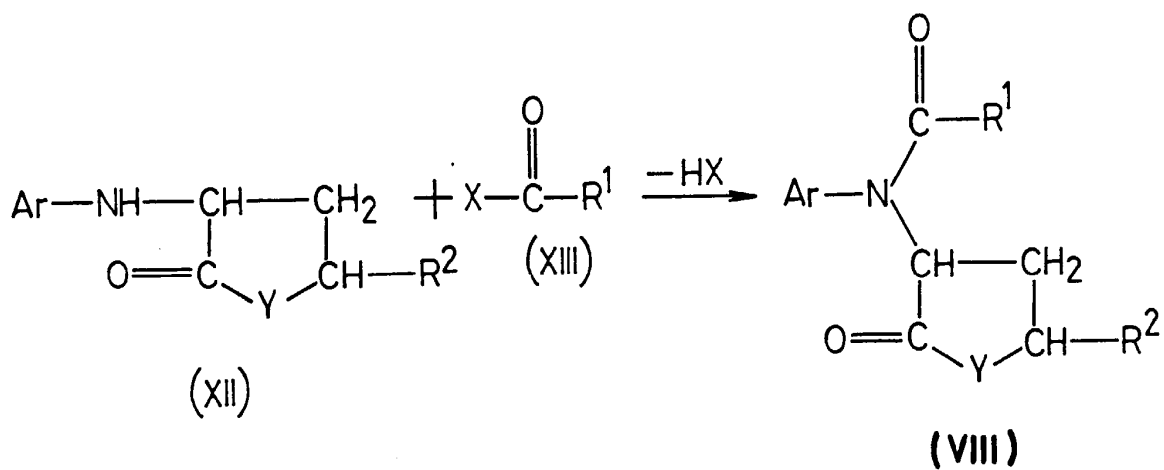
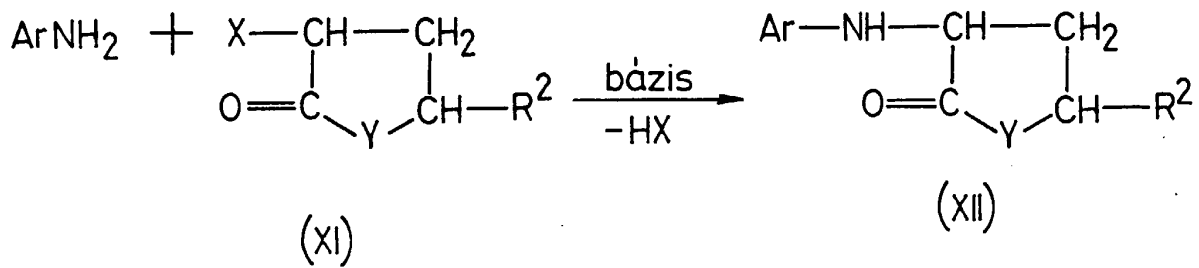


(VII)

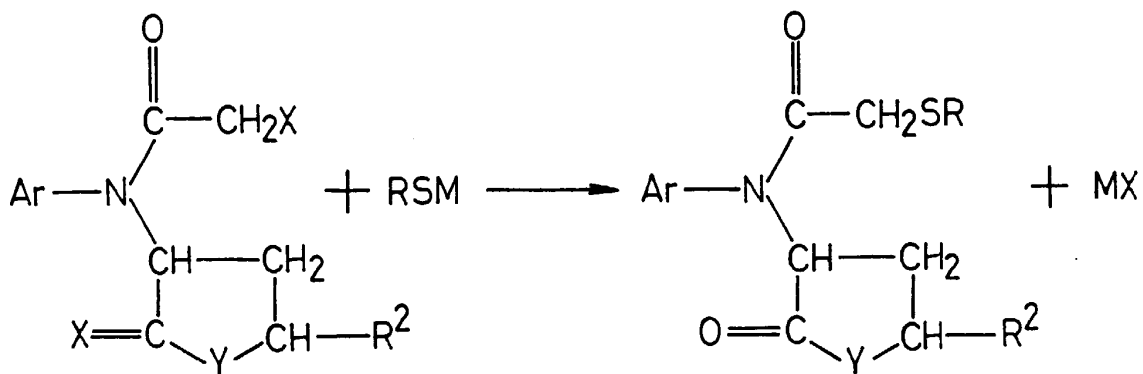




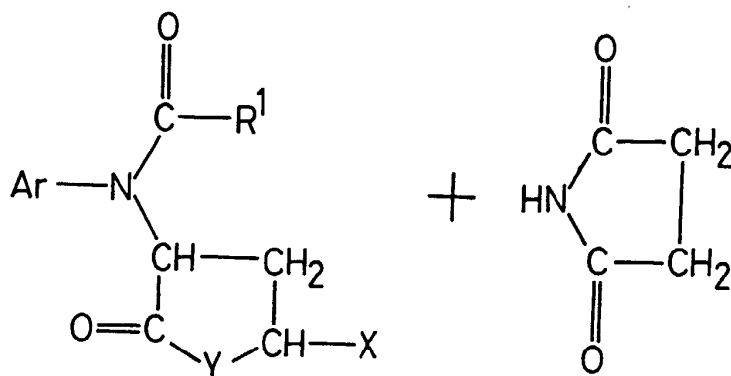
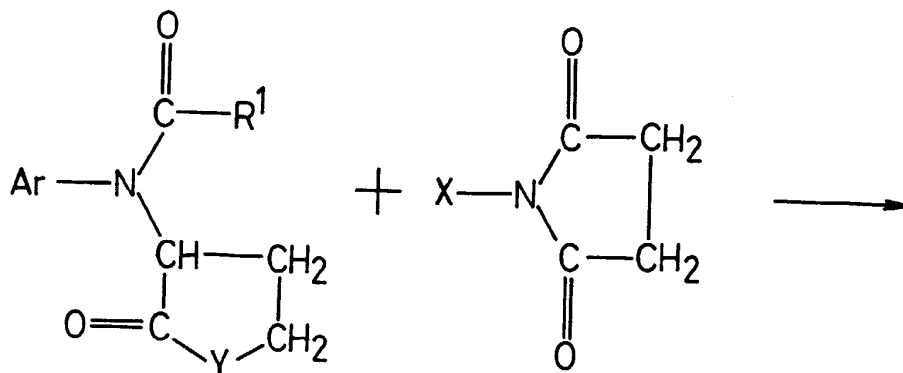
1. reakcióvázlat



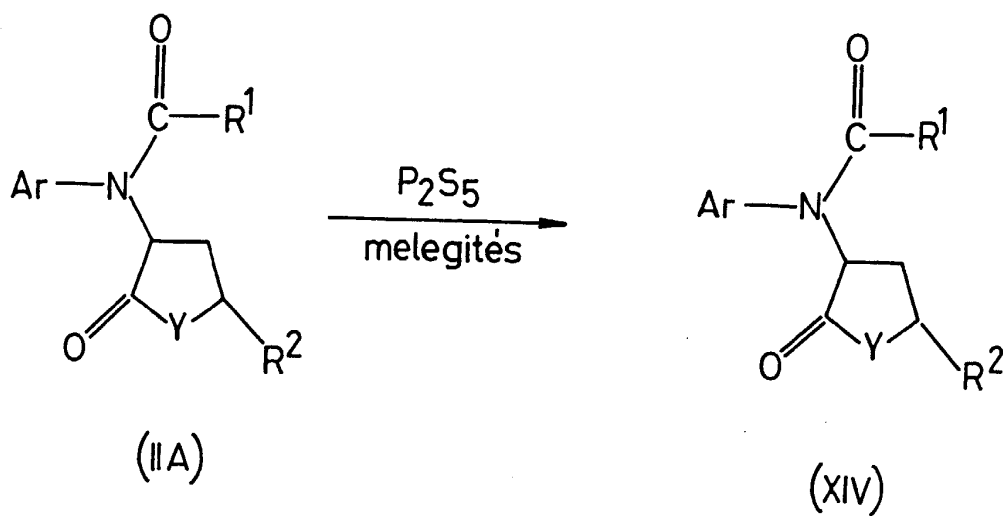
2. reakcióvázlat



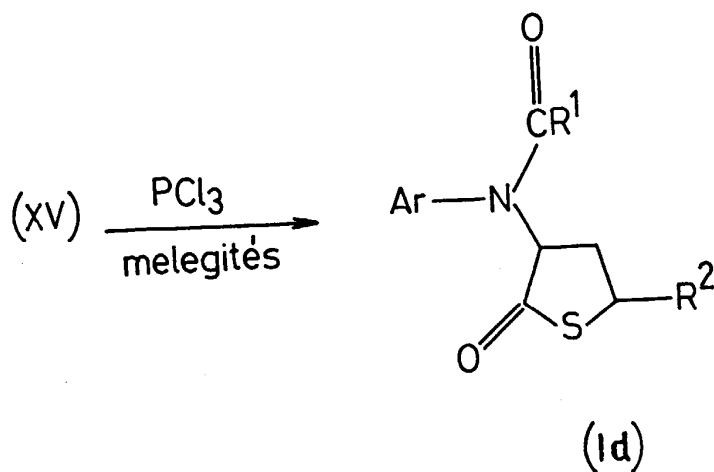
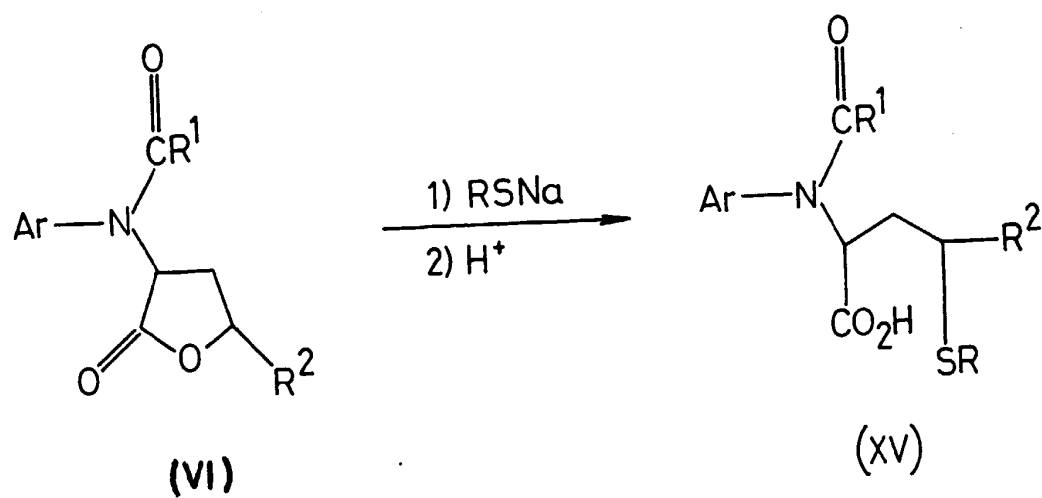
3. reakcióvázlat



4. reakcióvázlat



5. reakcióvázlat



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

87.1305/3 MSZH Nyomda, Budapest