

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁGORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATALSZABADALMI
LEÍRÁS

B

(11) 189 583

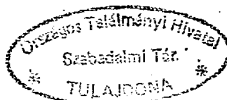
A bejelentés napja: (22) 1982. 05. 25.

(21) 1694/82

A bejelentés elsőbbsége: (33) (32) (31)
DE: 1981. 05. 26. (P 31 20 990.4)

A közzététel napja: (41) (42) 1984. 04. 30.

Megjelent: (45) 1988. XI. 30.

Nemzetközi
osztályjelzet:(51) NSZO,
C 07 C 103/365
C 07 C 103/42
C 07 C 103/38
C 07 D 309/32
C 07 D 211/72
A 01 N 37/22
A 01 N 43/16
A 01 N 43/40
A 01 N 43/36

Feltaláló(k): (72)

dr. THOMAS Rudolf, vegyész, Wuppertal, dr. EUE Ludwig, biológus,
Leverkusen, dr. SCHMIDT Robert, biológus, dr. LÜRSSEN Klaus,
biológus, Bergisch-Gladbach, DE

Szabadalmaz: (73)

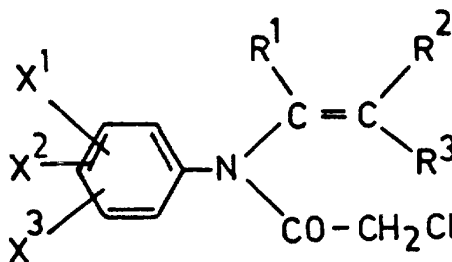
BAYER AG., Leverkusen, DE

(54)

HATÓANYAGKÉNT N-(1-ALKENIL)-KLÓR-ECETSAV-ANILID-SZÁRMAZÉKOKAT
TARTALMAZÓ HERBICID ÉS NÖVEKEDÉSSZABÁLYZÓ KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS
A HATÓANYAGOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány szerinti eljárással előállított N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékok (I) általános képletében: R¹ jelentése hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport; R² jelentése hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport; R³ jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil-, 2-4 szénatomos alkenil-, 1-4 szénatomos alkoxi- vagy alkilrészében 1-4 szénatomos alkil-karbonilcsoport; vagy R¹ és R² a szén-szén kettős kötéssel együttesen egy adott esetben 1-4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált 5-6 tagú telítetlen gyűrűt képez, amely nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karbonilcsoportot is tartalmazhat; vagy R² és R³ azzal a szénatommal, amelyhez kapcsolódik dihidropiranyl- vagy ciklohexenilcsoportot képez.



(I)

A találmány tárgyai hatóanyagként N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékokat tartalmazó herbicid és növekedésszabályozó készítmények és eljárás a hatóanyagok előállítására.

Ismert, hogy számos klór-ecetsav-anilid herbicid tulajdonságú. Így például a 2,6-dietil-N-(metoximetil)-klór-acetanilid a növényvédelemben felhasználható (lásd: a 3 442 945. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírást). A vegyület hatékonysága azonban nem mindig kielégítő, különösen szelektív herbicidként.

Azt tapasztaltuk, hogy az (I) általános képletű N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékok – a képletben: R¹ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R³ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil-, 2–4 szénatomos alkenil-, 1–4 szénatomos alkoxi- vagy alkilrészében 1–4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, vagy R¹ és R² a két, kettős kötéssel egymáshoz kapcsolódó szénatommal együtt egy adott esetben 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, 5–6 tagú egyszeresen telítetlen gyűrűt képeznek, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karbonilcsoportot is tartalmazhat, vagy R² és R³ azzal a szénatommal, amelyhez kapcsolódnak dihidropiránil- vagy ciklohexenilcsoportot képez, X¹ jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, X² jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, X³ jelentése hidrogénatom, jó herbicid hatásúak és nagyon szelektívek, ezen kívül felhasználhatók növények növekedésének szabályozására.

Felismertük továbbá, hogy a (I) általános képletű vegyületek előállíthatók, ha (II) általános képletű N-alkilidén-anilin-származékokat, a képletben R¹, X¹, X² és X³ jelentése a fenti, R⁴ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R⁵ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil-, 2–4 szénatomos alkenil-, 1–4 szénatomos alkoxi- vagy alkilrészében 1–4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, vagy R¹ és R⁴ a két egyes kötéssel együtt egymáshoz kapcsolódó szénatommal egy adott esetben 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, 5–6 tagú telített gyűrűt képez, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karboxilcsoportot is tartalmazhat, vagy R⁴ és R⁵ azzal a szénatommal, amelyhez kapcsolódnak piránil- vagy ciklohexilcsoportot képez, (III) általános képletű klór-acet-halogenid-származékkal reagáltatunk, a képletben Hal jelentése klór- vagy brómatom, adott esetben hígítószert jelenlétében és a kapott (IV) általános képletű klór-acet-anilid-származékból, a képletben R¹, R⁴, R⁵, X¹, X², X³ és Hal jelentése a fenti, izolálás nélkül halogénhidrogénsavat eliminálunk, melynek során a reakcióelegyet, adott esetben bázis hozzáadása után, melegítjük.

A találmány szerinti készítmények az ismert 2,6-dietil-N-metoxi-metil-klór-acetaniliddal összehasonlítva, amely kémiaiilag és hatástanilag hasonló vegyület, közel azonos gyomirtóhatás mellett lényegesen jobb szelektivitást és ezen kívül meglepő módon erős növekedésszabályozó hatást mutatnak.

A találmány szerint előállított N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékokat a (I) általános képlet ábrázolja. Ebben a képletben: R¹ jelentése előnyösen hidrogénatom vagy egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, R² jelentése előnyösen hidrogénatom vagy egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, R³ jelentése előnyösen hidrogénatom, egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, 1–4 szénatomos alkoxicsopót, alkilrészében 1–4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, vagy egyenes vagy elágazó szénláncú 2–6 szénatomos alkenilcsoport, vagy R¹ és R² a szén-szén kettős kötéssel együtt egy adott esetben 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, egyszeresen telítetlen 5 vagy 6 tagú gyűrűt képeznek, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karbonilcsoportot tartalmazhat, vagy R² és R³ a határos szénatommal együtt dihidropiránil- vagy ciklohexenilcsoportot képeznek, X¹ jelentése előnyösen hidrogénatom, egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, fluor-, klór- vagy brómatom, X² jelentése előnyösen hidrogénatom, egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, fluor-, klór- vagy brómatom, X³ jelentése hidrogénatom.

Különösen aktívak azok a vegyületek, amelyeknek (I) általános képletében R¹ jelentése hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil- vagy terc-butilcsoport, R² jelentése hidrogénatom, metil-, etil- vagy izopropilcsoport, R³ jelentése hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil-, metoxi-, etoxi-, izopropoxi-, metil-karbonil-, etil-karbonil-, vagy egyenes vagy elágazó szénláncú 2–4 szénatomos alkenilcsoport, vagy R¹ és R² a szén-szén kettős kötéssel együtt egy adott esetben metil- vagy etilcsoporttal szubsztituált, egyszeresen telítetlen 5 vagy 6 tagú gyűrűt képeznek, amely heteroatomként oxigén- vagy nitrogénatomot és adott esetben karbonilcsoportot tartalmazhat, vagy R² és R³ a határos szénatommal együttesen dihidropiránil- vagy ciklohexenilcsoportot képeznek, X¹ jelentése hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butilcsoport, klór- vagy fluoratom, X² jelentése hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butil-csoport, klór- vagy fluoratom, X³ jelentése hidrogénatom.

Ha kiindulási anyagként például N-etilidén-2,6-dietil-anilint és klór-acetil-kloridot alkalmazunk, az eljárást az A reakcióvázlat szemlélteti.

Ha kiindulási anyagként például N-(3-ciklohexenil-metilidén)-2,6-dimetil-anilint és klór-acetil-kloridot használunk, a reakciót a B reakcióvázlat szemlélteti.

Ha kiindulási anyagként például N-(ciklopentilidén)-2-etil-6-metil-anilint és klór-acetil-kloridot használunk, a reakciót a C reakcióvázlat szemlélteti.

A találmány szerinti eljárás során kiindulási anyagként használt N-alkilidén-anilin-származékokat a (II) általános képlet ábrázolja. Ebben a képletben R¹, X¹, X² és X³ előnyös jelentése azonos az (I) általános képletű vegyületek ismertetésekor megadott előnyös csoportokkal, R⁴ jelentése előnyösen hidrogénatom, egyenes vagy elágazó szénláncú 1–4 szénatomos alkilcsoport, R⁵ jelentése

előnyösen hidrogénatom, egyenes vagy elágazó szénláncú, 1-4 szénatomos alkilcsoport, 1-4 szénatomos alkoxycsoport, alkilrészében 1-4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, vagy egyenes vagy elágazó szénláncú, 2-4 szénatomos alkenilcsoport; vagy az R¹ és R⁴ csoportok a szén-szén kötéssel együtt vagy adott esetben 1-4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, telített 5 vagy 6 tagú gyűrűt képeznek, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karbonilcsoportot tartalmazhat, vagy az R⁴ és R⁵ csoportok a kapcsolódó szénatommal együtt piranil- vagy ciklohexilcsoportot képeznek.

Különösen előnyösen alkalmazhatók kiindulási anyagként azok a (II) általános képletű vegyületek, amelyek képletében R¹, X¹, X² és X³ jelentése azonos az (I) általános képletű vegyületek ismertetésekor megadott különösen előnyös csoportokkal, és R⁴ jelentése hidrogénatom, metil-, etil- vagy izopropilcsoport, R⁵ jelentése hidrogénatom, metil-, etil-, izopropil-, metoxi-, etoxi-, izopropoxi-, metil-karbonil-, etil-karbonil- vagy egyenes vagy elágazó szénláncú 2-4 szénatomos alkenilcsoport, vagy R¹ és R⁴ a szén-szén kötéssel együtt egy adott esetben metil- vagy etilcsoporttal szubsztituált, telített 5 vagy 6 tagú gyűrűt képeznek, amely heteroatomként oxigén- vagy nitrogénatomot és adott esetben karbonilcsoportot tartalmazhat, vagy R⁴ és R⁵ a határos szénatommal együttesen piranil- vagy ciklohexilcsoportot képeznek.

A (II) általános képletű N-alkilidén-anilin-származékok ismertek vagy ismert eljárásokkal egyszerűen előállíthatók (lásd: 16 70 859. és 30 11 084. számú német szövetségi köztársaságbeli közrebozsítási iratokat). Így a (II) általános képletű N-alkilidén-anilin-származékok előállíthatók, ha (V) általános képletű anilin-származékot, a képletben X¹, X² és X³ jelentése a fenti, (VI) általános képletű aldehiddel vagy ketonnal reagáltatunk, a képletben R¹, R⁴ és R⁵ jelentése a fenti, amelynek során a (VI) általános képletű vegyületek adott esetben acetál, illetve ketál formájában is alkalmazhatók, adott esetben inert szerves oldószer, például metilén-klorid vagy toluol jelenlétében és adott esetben bázikus vagy savas katalizátor, például dimetil-benzil-amin vagy p-toluol-szulfonsav jelenlétében - 10 °C és + 120 °C közötti hőmérsékleten (lásd az előállítási példákat is).

A találmány szerinti eljárás során alkalmazott másik kiindulási anyagot a (III) általános képlet ábrázolja. A (III) általános képletnek megfelelő klór-acetil-halogenidek általános ismert vegyületek.

A találmány szerinti eljárás során inert szerves oldószereket használunk hígítószerként. Mint ilyenek szóba jöhetnek előnyösen a ketonok, így az acetone vagy a metil-etil-keton; nitrilek, így acetónitril; éterek, így tetrahydrofurán vagy dioxán; észterek, így ecetszter; halogénezett szénhidrogének, így metilén-klorid; valamint aromás szénhidrogének, így benzol vagy toluol.

A találmány szerinti eljárás első lépésének fogantatása során a reakcióhőmérséklet széles határok között változhat. Általában - 20 °C és

+ 150 °C közötti, előnyösen - 20 °C és + 100 °C közötti hőmérsékleten dolgozunk.

A találmány szerinti eljárás második lépésében a halogén-hidrogénsav eliminálása során úgy járunk el, hogy a reakcióelegyet a (IV) általános képletű vegyületek izolálása nélkül hevítjük és az elért hőmérsékleten bázist adunk hozzá. Bázisként felhasználhatjuk az ilyen típusú reakciókhoz alkalmas bármelyik savakceptort. Előnyösen alkalmazhatók az alkáli-karbonátok, így a nátrium- vagy kálium-karbonát vagy nátrium-hidrogén-karbonát, valamint rövid szénláncú alkil-aminok, aralkil-aminok, aromás aminok vagy cikloalkil-aminok, így például trietil-amin, dimetil-benzil-amin, piridin, 1,5-diazabicyklo-(4.3.0)-non-5-én (DBN) vagy 1,8-diazabicyklo-(5.4.0)-undec-7-én (DBU). Bázisként felhasználható azonban a (II) általános képletű azin megfelelő feleslege is. A halogén-hidrogénsav eliminálásakor a reakcióhőmérséklet ugyanolyan határok között változtatható, mint a találmány szerinti eljárás első lépésében.

A találmány szerinti eljárás során a (II) és (III) általános képletű kiindulási anyagokat ekvimorális mennyiségben reagáltatjuk. A végterméket a szokásos módon izoláljuk.

A találmány szerinti készítmények befolyásolják a növények növekedését, ezért felhasználhatók lombtalanítóként, szárítószereként, gyomirtóként, csirázásgátlóként. Gyomok alatt it a legtagabb értelemben minden olyan növényt érteni kell, amely olyan helyen nő, ahol ez nem volna kívánatos. Az, hogy a találmány szerinti készítmények totális vagy szelektív herbicidként működnek, lényegében a felhasznált mennyiségtől függ.

A találmány szerinti készítményeket felhasználhatjuk például a következő növényekre:

Kétszikű gyomok:

Sinapis, Lepidum, Galium, Stellaria, Matricaria, Anthemis, Galinzoza, Chenopodium, Utrica, Senecio, Amaranthus, Portulaca, Xanthium, Convolvulus, Ipomoea, Polygonum, Sesbania, Ambrosia, Cirsium, Carduus, Sonchus, Solanum, Rorippa, Rotala, Lindernia, Lamium, Veronica, Abutilon, Emex, Datura, Viola, Galeopsis, Papaver, Centaurea.

Kétszikű kultúrák:

Gossypium, Glycine, Beta, Daucus, Phaseolus, Pisum, Solanum, Linum, Piomoea, Vicia, Nicotiana, Lycopersicon, Arachis, Brasio, Lactuca, Cucumis, Cucurbita.

Egyszikű gyomok:

Echinochloa, Setaria, Panicum, Digitaria, Phleum, Poa, Restuca, Eleusine, Brachiaria, Lolium, Bromus, Avena, Cyperus, Sorghum, Agropyron, Cynodon, Monochoria, Fimbristylis, Sagittaria, Eleocharis, Scirpus, Paspalum, Ischaemum, Sphenoclea, Dactyloctenium, Agrostis, Alopecurus, Apera.

Egyszikű kultúrák:

Oryzae, Zea, Triticum, Hordeum, Avena, Secale, Sorghum, Panicum, Saccharum, Ananas, Asparagus, Allium.

A találmány szerinti készítmények felhasználhatósága azonban nem korlátozódik az itt felsorolt növényekre, hanem ugyanilyen módon kiterjed más növényekre is.

A találmány szerinti készítményeket a koncentrációtól függően felhasználhatjuk totális gyomirtásra, például ipari létesítmények vagy vasúti vágányok környezetében, valamint fával beültetett vagy fátlan utak és terek környezetében. Ugyanígy felhasználhatók tartós kultúrák, így erdők, dísz- és gyümölcsfák, szőlők, citrom-, dió-, banán-, kávé-, tea-, gumi-, olajpálma-, kakaó-, eper- és komlóültvények gyomtalanítására és egyényári kultúrák szelektív gyomtalanítására.

A találmány szerinti készítményeket nagyon jó általános herbicid hatásuk mellett a kultúrnövények jól viselik el. Így lehetővé válik fontos gyomfűvek szelektív leküzdése olyan fontos kultúrnövények mellett, mint például a gyapot, rizs, szója vagy répafélék.

A találmány szerinti hatóanyagok befolyásolják a növény metabolizmusát és ezért növénynövekedésszabályozóként is használhatók.

A növénynövekedésszabályozók hatásmódjával kapcsolatban az eddigi tapasztalat, hogy valamely hatóanyag egy vagy több különböző hatást gyakorolhat a növényre. Az anyagok hatása lényegében függ az alkalmazás időpontjától – a vetőmag vagy a növény fejlődési stádiumára vonatkoztatva, valamint a növényre vagy annak környezetére felvitt hatóanyagmennyiségtől és az alkalmazás módjától. A növénynövekedésszabályozóknak minden esetben a kívánt módon kell befolyásolniuk a kultúrnövényeket.

Növénynövekedésszabályozó készítményeket alkalmazhatunk például a vegetatív növénynövekedés gátlására. Gazdasági szempontból fontos az ilyen növénynövekedésszabályozók többek között a fűvek esetében, mert a fűnövekedés lassulása esetén ritkábban kell fűvet vágni a díszkertekben, sportpályákon vagy az utak szélén. Ugyancsak fontos a növekedésgátlás gazos és fás növények esetében, amelyek az utak szélén, távvezeték mentén vagy általában olyan helyeken, ahol nemkívánatos a gyors növekedés.

Olyan esetben is fontos a növekedésszabályozók alkalmazása, ha a gabona hosszirányú növekedését akarjuk gátolni, ugyanis a szárhossz-csökkenés következtében csökken vagy teljesen megszűnik annak a veszélye, hogy a gabona az aratáskor lehajlik a földre. A növekedésszabályozók megerősítik a gabona szárát, és így ugyancsak csökken a földrehajlási veszély. A növekedésszabályozókkal megerősített és megerősített szár lehetővé teszi, hogy nagyobb mennyiségű trágyát használjunk a gabona elfekvésének veszélye nélkül.

Számos kultúrnövénynél sűrűbb ültetést tesz lehetővé a vegetatív növekedés gátlása, aminek következtében megnő a talajterület egységére eső termés. Az így kapott kisebb növények előnye, hogy azok könnyebben megmunkálhatók és érlelhetők.

Ugyancsak a vegetatív növekedés csökkenésének tudható be, hogy a növekedésgátlók hatására megnő a termelési eredmény, oly módon, hogy a tápanyagok hatására a virágok és a gyümölcsök erősebben fejlődnek, mint a vegetatív növényrészek.

A növekedésszabályozók segítségével gyakran elő is segíthető a vegetatív növekedés. Ez akkor hasznos, ha az aratás célja a vegetatív növényrészek

aratása. A vegetatív növekedés elősegítése azonban gyakran egyúttal emeli a generatív növekedést is, úgyhogy például több vagy nagyobb gyümölcsök képződnek.

Néhány esetben úgy is elérhetünk termésmnövekedést, hogy befolyásoljuk a növényi anyagcserét anélkül, hogy a vegetatív növekedés észrevehetően megváltozna.

Növekedésszabályozók ezen kívül megváltoztatják a növény összetételét, és ily módon jobb minőségű aratási termékek keletkeznek. Ily módon növelhetjük például a cukorrépa, cukornád, ananász és a citrus-gyümölcsök cukortartalmát, vagy a szója vagy a gabona proteintartalmát. Lehetséges például a kívánt anyag, például cukornádban vagy cukorrépában a cukor, lebomlásának késleltetése is az aratás előtt vagy után. Ezenkívül pozitív irányban befolyásolható szekunder növényi anyagok termelése. Példa lehet gumifák latex termelésének stimulálása.

A növekedésszabályozók hatására mag nélküli gyümölcsök is képződhetnek. Ezen kívül befolyásolhatják a virág nemét, azaz hogy porzós vagy termős virág keletkezzék. Elérhető a pollen sterilizáció is, aminek hibridvetőmagvak termelésekor van jelentősége.

A növény növekedése közben alkalmazva a növekedésszabályozókat, azt is elérhetjük, hogy apikáldominancia kémiai megszüntetésével megnöveljük az oldalelágazást. Ez olyankor áll érdekünkben, ha meg akarjuk növelni valamely növény dugványainak a számát. De elérhetjük az oldalág növekedésének gátlását is, például a dohány-növényeknél vagy paradicsomnál.

A növekedésszabályozók hatása alatt úgy irányítható a növény levélállaga, hogy valamely növény levélhullása egy kívánt időpontban következék be. Ilyen lombtalanítás akkor válik fontossá, amikor meg akarjuk könnyíteni például a szőlő vagy a gyapot gépi aratását, vagy hogy megadott időpontban, a növény átültetésekor csökkenjen a párologtatás.

A növekedésszabályozók alkalmazásával megakadályozhatjuk a túl korai termés- vagy gyümölcshullást. Azt is megtehetjük azonban, hogy a gyümölcs- vagy terméshullást – például gyümölcsök esetében – a szár kémiai vékonyításával bizonyos mértékben elősegítjük. Ily módon elkerülhető a termés mennyiségének egyes növényfajtáknál tapasztalt erős évenkénti ingadozása is. A növekedésszabályozókat arra is alkalmazhatjuk, hogy a betakarítás időpontjában kultúrnövények esetében csökkentsük a gyümölcsök leszakításához szükséges erőt, ily módon lehetővé téve a gépi aratást, illetve megkönnyítve a kézzel végzett aratást.

A növekedésszabályozók segítségével gyorsíthatjuk vagy lassíthatjuk a termés érését, akár a betakarítás előtt, akár utána. Ez azért is igen előnyös, mert ily módon optimálisan alkalmazkodhatunk a piac szükségleteihez.

Néhány esetben a növekedésszabályozók segítségével befolyásolható a termés vagy gyümölcs színe, és ezen kívül megváltoztatható az érés ideje, így megteremtve annak az előfeltételét, hogy például a dohány, paradicsom vagy kávé teljes gépi vagy kézi

betakarítását egyetlen munkamenetben lehessen végrehajtani.

A növekedésszabályozók alkalmazásával befo-
lyásolhatjuk még a növénymag vagy rügy pihente-
tését, azaz az endogén évi ritmust, és így a növé-
nyek, például az ananász vagy a kertészetekben a
disznővények olyan időpontban csíráznak, rügyez-
nek, vagy virágoznak, amikor rendes körülmények
között ezt nem tennék.

A növekedésszabályozókkal azt is elérhetjük,
hogy lassítsuk a rügyek kifakadását, a magvak
csírázását, és így a fagyveszélyes vidékeken elkerül-
jük a késői fagyok okozta károsodást.

A növekedésszabályozók segítségével a növé-
nyekben kifejlészthető a faggyal, sóval és száraz-
sággal szembeni ellenállóképeség. Így a növény
olyan területeken is termesztendő, ahol egyébként
nem.

A találmány szerint előállítható hatóanyagokat
a szokásos készítményekké, így oldatokká, emulzi-
ókká, szuszpenziókká, porokká, habokká, pasz-
tákká, granulátumokká, aeroszolokká alakíthat-
juk. Felhasználhatók még polimer anyagokba töl-
tött finomkapszulák és vetőmag-fedőmasszák, vala-
mint ULV-hideg- és meleg-ködképző készítmé-
nyek formájában is.

Ezeket önmagában ismert módon állítjuk elő,
például oly módon, hogy a hatóanyagot vivőanya-
gokkal, tehát folyékony oldószerekkel, nyomás
alatt cseppfolyósított gázokkal és/vagy szilárd hal-
mazállapotú hordozóanyagokkal összekeverjük.
Adott esetben fűletaktív anyagokat, tehát emul-
geátorokat és/vagy diszpergálószereket és/vagy
habképzőanyagokat is felhasználunk. Amennyiben
vivőanyagként vizet használunk, az elegyhez segéd-
oldószerként szerves oldószereket is adhatunk. Fo-
lyékony oldószerként lényegében az alábbiak ke-
rülhetnek szóba:

aromás vegyületek, így xilol, toluol vagy alkilnafta-
linok; klórozott aromás vagy klórozott alifás szén-
hidrogének, így klór-benzol, klór-etilén vagy metil-
lén-klorid; alifás szénhidrogének, így ciklohexán
vagy paraffinok, például ásványolajfrakciók; alko-
holok, így butanol vagy glikol, valamint azok étere
vagy észterei, ketonok, így acetone, metil-etil-keton,
metil-izobutil-keton, vagy ciklohexanon; erősen
poláros oldószerek, így dimetilformamid és dime-
tilszulfoxid, valamint víz. Cseppfolyósított gáz hor-
dozóanyagokon itt olyan folyadékok értendők,
amelyek légköri nyomáson és szobahőmérsékleten
gázalmazállapotúak, például aeroszolhajtógázok,
így halogénezett szénhidrogének, valamint bután,
propán, nitrogén és széndioxid. Szilárd hordozó-
ként természetes köliszteket, így kaolint, agyagföld-
det, talkumot, krétát, kvarcot, attapulgitot, mont-
morillonitot vagy diatomaföldet, vagy szintetikus
köliszteket, például nagy diszperzitású kovasavat,
alumíniumoxidot és szilikátokat alkalmazhatunk.
A granulátumhoz szilárd hordozóanyagként példá-
ul tört és frakcionált természetes közeteket, így
például meszet, márványt, horzsaövet, szepiolitot,
dolomitot, valamint szerves és szerves lisztekből
készített szintetikus granulátumokat és szerves
anyagokból, így fűrészporból, kókuszdióhéjból,
kukoricacsőből és dohányzáróból készített granulá-

tumokat használhatunk fel. Emulgeátorként és/
vagy habképző anyagként nemionos és anionos
emulgeátorokat, így poli(oxi-etilén)-zsírsav-észte-
reket, poli(oxi-etilén)-zsíralkohol-étereket, például
alkil-aril-poliglikolétert, alkil-szulfonátokat, alkil-
szulfátokat, aril-szulfonátokat, valamint tojásfe-
hérje-hidrolizátumot; diszpergálószerként pedig
lignin-szulfít-szennylúgot és metil-cellulózt hasz-
nálhatunk fel.

A készítményekben ragasztószereket is, így kar-
boxi-cellulózt, természetes és szintetikus por alakú,
szemcsés és latex formájú polimereket, így gumi-
arabikumot, poli(vinil-alkohol)-t, poli(vinil-acet-
tát)-ot felhasználhatunk.

Felhasználhatunk szerves pigmenteket, így
például vas-oxidot, titán-oxidot, ferrociankéket és
szerves színező anyagokat, így alizarin-, azol-, fém-
ftáló-cianin-színezőanyagokat, valamint biológiai
nyomelemek sói, így a vas, mangán, bór, réz, kob-
alt, molibdén és cink sóit is.

A készítmények általában 0,1-95 tömeg%, elő-
nyösen 0,5-90 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A találmány szerinti készítményekhez keverhe-
tők egyéb, ismert hatóanyagok, így fungicid, akari-
cid, nematocid vagy herbicid hatású anyagok, a
madarakat elriasztó vegyületek, a növényi növeke-
dést szabályozó anyagok, tápanyagok és a talaj-
szerkezetet javító anyagok is.

A hatóanyagokat a kereskedelmi forgalomba ke-
rülő készítmények alakjában vagy az azokból előál-
lított felhasználási formák, így alkalmazásra kész
oldatok, emulziók, szuszpenziók, porok, paszták és
granulátumok alakjában alkalmazhatjuk. Az alkal-
mazás a szokásos módon történik, azaz például
öntözéssel, permetezéssel, porlasztással, porozással
vagy szórással.

Ha a találmány szerinti készítményeket herbicid-
ként alkalmazzuk, úgy kihordhatjuk azokat akár a
növény kikelése előtt, akár utána. Előnyösen azon-
ban a növény kikelése előtt, azaz pre-emergens
eljárással alkalmazzuk a találmány szerinti készit-
ményeket. Bedolgozhatók azonban vetés előtt a
talajba is.

Az alkalmazás során a felhasznált hatóanyag
mennyisége széles határok között változhat. A ha-
tóanyag mennyisége lényegében az elérni kívánt
hatástól függ. Herbicidként történő felhasználás
esetén a szükséges hatóanyag-mennyiség általában
0,05-10 kg hatóanyag/hektár, előnyösen 0,1-5 kg
hatóanyag/hektár és növekedésszabályozóként tör-
ténő felhasználás esetén 0,01-50 kg hatóanyag/
hektár, előnyösen 0,01-10 kg hatóanyag/hektár.

Ha a találmány szerinti készítményeket növeke-
désszabályozóként kívánjuk felhasználni, megfele-
lő időpontban kell őket alkalmazni, a klimatikus és
vegetatív adottságoktól függően.

Megfelelő mennyiségek felhasználása esetén a
találmány szerinti készítmények fungicid hatást is
mutatnak, különösen Oomycetes ellen, például ga-
bonavetéseken használhatók fel jó eredménnyel.
Ennek során protektív és szisztémás hatást is mu-
tatnak. Így például sikeresen védhetők a növények
gombafertőzés ellen úgy, hogy a hatóanyagot a
talajon és a gyökereken keresztül vagy a vetőmago-

kon keresztül juttatjuk a növény föld feletti részeibe.

A (I) általános képletű vegyületek és a találmány szerinti készítmények előállítását, valamint felhasználását a következő példák mutatják.

Előállítási példák

1. példa

az (1) képletű vegyület előállítása, *N*-vinil-*N*-(2,6-dietil-fenil)-klór-acetamid

113 g (1 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 150 ml toluolban és ehhez az oldathoz -10°C és 0°C közötti hőmérsékleten 175 g (1 mól) *N*-etilidén-2,6-dietil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 3 órán keresztül 0°C hőmérsékleten kevertetjük, majd 101 g trietil-amin 500 ml toluolos oldatát csepegtetjük hozzá, miközben a hőmérsékletet hűtéssel -10°C és 0°C között tartjuk. A reakcióelegyet 2 órán keresztül kevertetjük, majd a kivált trietil-amin-hidrokloridot leszűrjük, 100 ml toluollal mossuk és a szerves fázist vákuumban beszükitjük. A kapott olajos maradékot desztillációval vagy petroléterben végzett frakcionált átkristályosítással tisztítjuk. Ily módon 190 g (az elméleti 76%-a) *N*-vinil-*N*-(2,6-dietil-fenil)-klór-acetamidot kapunk világossárga olaj formájában, amelynek forráspontja $97-100^{\circ}\text{C}/0,1\text{ mbar}$ és amely lassan átkristályosodik (olvadáspontja: $45-47^{\circ}\text{C}$).

2. példa

a (2) képletű vegyület előállítása, *N*-(1,3-butadienil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamid

11,3 g (0,1 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 10 ml toluolban és ehhez az oldathoz 20°C hőmérsékleten 17,3 g (0,1 mól) *N*-but-2-enilidén-2,6-dimetil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 3 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd 10,1 g (0,1 mól) trietil-amint csepegtetünk hozzá. További 1 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd a kivált csapadékot leszűrjük. A szűrletet hígított, vizes bikarbonátoldattal, majd vízzel mossuk, végül vákuumban bepároljuk. A maradékot *n*-hexánban átkristályosítjuk. Ily módon 12,4 g (az elméleti 49,7%-a) *N*-(1,3-butadienil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamidot kapunk színtelen kristályok formájában, amelynek olvadáspontja 89°C .

3. példa

a (3) képletű vegyület előállítása, *N*-(3-ciklohexenilidén-metil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamid

22,6 g (0,2 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 50 ml toluolban és ehhez az oldathoz 20°C hőmérsékleten kevertetés közben 42,6 g (0,2 mól) *N*-(3-ciklohexenil-metilidén)-2,6-dimetil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 15 órán keresztül kevertetjük, majd 20°C hőmérsékleten 20,2 g (0,2 mól) trietil-amint csepegtetünk hozzá. További 15 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd a

csapadékot leszűrjük. A szerves fázist először hígított, vizes bikarbonátoldattal, majd vízzel mossuk, végül vákuumban bepároljuk. A maradékot petroléterben többször extraháljuk. Az egyesített extraktumokat vákuumban beszükitjük. Ily módon 30,3 g (az elméleti 52,3%-a) *N*-(3-ciklohexenilidén-metil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamidot kapunk enyhén sárga olaj formájában. $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 6,21\text{ ppm}$ ($-\text{N}-\text{CH}=\text{}$)

4. példa

a (4) képletű vegyület előállítása, *N*-(2,3-dihidro- α -pirán-5-ilidén-metil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamid

22,4 g (0,2 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 30 ml toluolban és ehhez az oldathoz 20°C hőmérsékleten kevertetés közben 43 g (0,2 mól) *N*-(2,3-dihidro- α -pirán-5-il-metilidén)-2,6-dimetil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 2 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd 20°C hőmérsékleten 20,2 g (0,1 mól) trietil-amint csepegtetünk hozzá. További 1 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd a kivált trietil-amin-hidrokloridot leszűrjük, a szűrletet először hígított, vizes bikarbonátoldattal, majd vízzel mossuk és vákuumban beszükitjük. A maradékot petroléterben átkristályosítjuk. Ily módon 38,2 g (az elméleti 65,4%-a) *N*-(2,3-dihidro- α -pirán-5-ilidén-metil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór acetamidot kapunk színtelen kristályok formájában, amelynek olvadáspontja 80°C .

5. példa

az (5) képletű vegyület előállítása, *N*-(1-ciklopentenil)-*N*-(2-etil-6-metil-fenil)-klór-acetamid

11,3 g (0,1 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 10 ml toluolban és ehhez az oldathoz 20°C hőmérsékleten kevertetés közben 20,1 g (0,1 mól) *N*-(ciklopentilidén)-2-etil-6-metil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 2 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd 15,2 g (0,1 mól) diaza-biciklo-undekánt csepegtetünk hozzá. További 1 órán keresztül 20°C hőmérsékleten kevertetjük, majd a reakcióelegyet 200 ml hígított, vizes bikarbonátoldatra öntjük. A szerves fázist elválasztjuk, vízzel többször mossuk és vákuumban bepároljuk. Az anilinmaradékok eltávolítása érdekében magas vákuumban átdestilláljuk. Ily módon 15,7 g (az elméleti 56,7%-a) *N*-(1-ciklopentenil)-*N*-(2-etil-6-metil-fenil)-klór-acetamidot kapunk sárga olaj formájában. $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 4,85\text{ ppm}$ (ciklopentenil-H).

6. példa

a (6) képletű vegyület előállítása, *N*-(1-metilvinil)-*N*-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamid

113 g (1 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 100 ml toluolban és ehhez az oldathoz 322,5 g (2 mól) *N*-izopropilén-2,6-dimetil-anilint csepegtetünk, mi-

közben a hőmérsékletet 0 °C értéken tartjuk. A reakcióelegyet 3 órán keresztül szobahőmérsékleten kevertetjük. A csapadékként kivált N-izopropilidén-2,6-dietil-fenil-amin-hidrokloridot leszűrjük, a szűrletet többször hígított, vizes bikarbonátoldattal, majd vízzel mossuk. A szerves fázist nátrium-szulfáton szárítjuk és vákuumban bepároljuk. A maradékot vákuumban frakcionáltan desztilláljuk. Ily módon 180,6 g (az elméleti 76%-a) N-(1-metil-vinil)-N-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamidot kapunk színtelen olaj formájában, amelynek forráspontja 98–106 °C/0,15 mbar.

7. példa

a (7) képletű vegyület előállítása, N-(1-ciklohexenil)-N-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamid

113 g (1 mól) klór-acetil-kloridot feloldunk 200 ml toluolban és ehhez az oldathoz 0–10 °C közötti hőmérsékleten kevertetés közben 209 g (1 mól) N-ciklohexilidén-2,6-dimetil-anilint csepegtetünk. A reakcióelegyet 3 órán keresztül szobahőmérsékleten kevertetjük, majd addig forraljuk visszafolyatás közben, amíg a hidrogén-klorid-képződés befejeződik. Ezután a reakcióelegyet vákuumban beszükitjük. A kapott 21,9 g szilárd maradékot ligroinban frakcionáltan átkristályosítjuk. Ily módon 18 g (az elméleti 65%-a) N-(1-ciklohexenil)-N-(2,6-dimetil-fenil)-klór-acetamidot kapunk sárga kristályok formájában, amelynek olvadáspontja 78 °C.

Analóg módon állíthatók elő a következő (I) általános képletű vegyületek:

Példa ill. képlet sorsz.	X ¹	X ²	X ³	—CR ¹ =CR ² R ³	Fizikai állandó
8	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—CH=CH ₂	Op.: 85 °C
9	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	—CH=CH ₂	Fp.: 90 °C/mbar
10	2-C ₂ H ₅	—CH ₃	H	—C(CH ₃)=CH ₂	Fp.: 93–97 °C/0,1 mbar
11	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—C(CH ₃)=CH—C(CH ₃)—CH ₃	olaj
12	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(b)	Op.: 92 °C
13	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(c)	Fp.: 127 °C/0,2 mbar
14	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—CH=CH—CO—CH ₃	Op.: 147 °C
15	2-Cl	6-CH ₃	H	(c)	olaj
16	H	H	H	—CH=C(CH ₃) ₂	Op.: 85 °C
17	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—C(CH ₃)=CH—OCH ₃	Op.: 110 °C
18	2-CH ₃	6-Cl	H	—C(CH ₃)=CH—C(CH ₃)=CH ₂	olaj
19	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—CH=CH—C ₆ H ₅	Op.: 57 °C
20	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—CH=C(CH ₃) ₂	olaj
21	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—C(C ₂ H ₅ , i)=CH ₂	olaj
22	2-CH ₃	6-CH ₃	H	—C(C ₄ H ₉ , i)=CH ₂	olaj
23	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(d)	Op.: 176 °C

A (II) általános képletű kiindulási anyagok előállítása:

II-1. példa

a (II-1) képletű vegyület előállítása

121 g (1 mól) 2,6-dimetil-anilint 200 ml metilén-kloridban 480 g (3 mól) nátrium-szulfáttal és 3 ml dimetil-benzil-aminnal elegyítünk. A reakcióelegyhez 0 °C hőmérsékleten 88 g (2 mól) acetaldehidet adunk. A reakcióelegyet 4 órán keresztül 0 °C hőmérsékleten kevertetjük, szűrjük és a szűrletet vákuumban maximálisan 20 °C fürdőhőmérséklet mellett beszükitjük. Ily módon 140 g (az elméleti 95,2%-a) N-etilidén-2,6-dimetil-anilint kapunk vöröses olaj formájában.

II-2. példa

a (II-2) képletű vegyület előállítása

92 g (1 mól) anilint feloldunk 250 ml metilén-kloridban, hozzáadunk 2 ml dimetil-benzil-amint és 150 g vízmentes magnézium-szulfátot és ehhez az oldathoz 0 °C hőmérsékleten kevertetés közben

1 óra alatt 144 g (2 mól) izobutiraldehidet csepegtetünk. A reakcióelegyet 5 órán keresztül 0–10 °C közötti hőmérsékleten kevertetjük, szűrjük és a maradékot 200 ml metilén-kloriddal mossuk. A szerves fázist vákuumban 30–40 °C közötti hőmérsékleten megszabadítjuk az oldószertől. Ily módon 155 nyers N-izobutilidén-anilint kapunk, amely közvetlenül feldolgozható.

II-3. példa

a (II-3) képletű vegyület előállítása

447 g (3 mól) 2,6-dietil-anilint és 327 g (3 mól) 3-ciklohexén-1-karboxaldehidet 1000 ml toluolban 9 órán keresztül vízleválasztó alatt visszafolyatás közben forralunk a vízleválás befejeződéséig. Ezután a reakcióelegyet az oldószert vákuumban történő ledesztillálásával beszükitjük és a maradékot vákuumban desztilláljuk. Ily módon 615 g (az elméleti 85%-a) N-(3-ciklohexenil-metilidén)-2,6-dietil-anilint kapunk, amelynek forráspontja 110–112 °C/0,1 mbar.

II-4. példa

a (II-4) képletű vegyület előállítása

Egy 121 g dimetil-anilinból és 156 g (1,5 mól) 2,2-dimetoxi-propánból álló elegyet 0,1 g p-toluol-szulfonsavval elegyítünk és 30 percen keresztül visszafolytatás közben forraljuk. Ezután a keletkezett metanolt ledesztilláljuk. A reakció teljessé tétele érdekében még egyszer 52 g (0,5 mól) 2,2-dimetoxi-propánt és 0,05 g p-toluol-szulfonsavat adunk hozzá és a reakcióelegyet a 2,2-dimetoxi-propán forráspontjának (83 °C) eléréseig desztilláljuk. A visszamaradó oldatot vákuumban bepároljuk. Ily módon 157 g (az elméleti 97%-a) N-izopropilidén-2,6-dimetil-anilint kapunk szintelen olaj formájában.

II-5. példa

a (II-5) képletű vegyület előállítása

99,15 g (1 mól) N-metil-pirrolidont feloldunk 375 ml toluolban és ehhez az oldathoz 20-25 °C hőmérsékleten 76,7 g (0,5 mól) foszfor-oxi-kloridot csepegtetünk. A reakcióelegyet 2 órán keresztül kevertetjük, majd 60,6 g (0,5 mól) 2,6-dimetil-anilin 125 ml toluolos oldatát csepegtetjük hozzá 20-30 °C közötti hőmérsékleten. A reakcióelegyet ezután 4 órán keresztül 70 °C hőmérsékleten melegítjük. Lehűlés után a toluolos fázist elválasztjuk, a visszamaradó olajos terméket vízben felvesszük, vizes nátrium-hidroxid oldattal pH = 13-ra állítjuk és kloroformmal többször extraháljuk. Az egyesített extraktokat nátrium-szulfáton szárítjuk és beszükitjük. A kapott maradékot vákuumban desztilláljuk. Ily módon 98,7 g (az elméleti 40%-a) N-(N'-metil-2-pirrolidenil)-2,6-dimetil-anilint kapunk, amelynek forráspontja 87-89 °C/0,3 mbar.

Analóg módon állíthatók elő a következő (II) általános képletű vegyületek:

Példa, ill. képlet sorsz.	X ¹	X ²	X ³	R ¹	R ⁴	R ⁵	Fizikai állandó
II-6	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	H	H	H	olaj
II-7	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	H	H	H	olaj
II-8	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	-CH ₃	H	H	olaj
II-9	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	-CH ₃	-CH ₃	Fp.: 108-110 °C/20 mbar
II-10	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	H	-CH ₃	-CH ₃	Fp.: 112-115 °C/20 mbar
II-11	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	H	-CH ₃	-CH ₃	Fp.: 123-125 °C/20 mbar
II-12	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	=CH-CH ₃		Fp.: 66 °C/0,4 mbar
II-13	2-CH ₃	6-CH ₃	H	-CH ₃	=C(CH ₃) ₂		Fp.: 71-81 °C/0,3 mbar
II-14	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	H	=CH-CH ₃		Fp.: 125-128 °C/7 mbar
II-15	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	(e)		Fp.: 86 °C/0,2 mbar
II-16	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	H	(e)		Fp.: 110-112 °C/0,15 mbar
II-17	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	H	(e)		Fp.: 107-110 °C/0,5 mbar
II-18	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	(f)		Fp.: 111 °C/0,3 mbar
II-19	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(g)		H	Fp.: 133-140 °C/20 mbar
II-20	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	(g)		H	Fp.: 125-135 °C/20 mbar
II-21	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(h)		H	Fp.: 150-152 °C/11 mbar
II-22	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(i)		H	Fp.: 95 °C/0,3 mbar
II-23	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	H	-CO-CH ₃	Fp.: 94 °C/0,15 mbar
II-24	2-CH ₃	6-CH ₃	H	-CH ₃	-OCH ₃	-OCH ₃	Fp.: 93 °C/0,6 mbar
II-25	2-CH ₃	6-CH ₃	H	-CH ₃	H	-OCH ₃	Fp.: 70 °C/0,2 mbar
II-26	2-Cl	6-CH ₃	H	(g)	H	H	Fp.: 142 °C/16 mbar
II-27	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	H	-COOC ₂ H ₅	Fp.: 90-92 °C/20 mbar
II-28	2-CH ₃	6-Cl	H	-CH ₃	=C(CH ₃) ₂		Fp.: 80 °C/0,1 mbar
II-29	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(j)		H	olaj
II-30	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	(k)		Op.: 69 °C
II-31	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	H	-C ₂ H ₅	Fp.: 65 °C/0,5 mbar
II-32	2-CH ₃	6-CH ₃	H	H	=CH-CH=CH-CH ₃		Fp.: 85 °C/0,4 mbar
II-33	2-CH ₃	6-CH ₃	H	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	Fp.: 64 °C/0,2 mbar
II-34	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(f)		-COCH ₃	Op.: 55 °C
II-35	2-CH ₃	6-CH ₃	H	(l)		H	Op.: 199 °C
II-36	2-CH ₃	4-CH ₃	6-CH ₃	-CH ₃	H	H	olaj
II-37	3-Cl	5-Cl	H	(m)		H	olaj
II-38	2-CH ₃	6-CH ₃	H	-C(CH ₃) ₃	H	H	Fp.: 58 °C/0,1 mbar

Felhasználási példák

A következő példákban az (A) képletű 2,6-dietil-N-metoxi-metil-klór-acetanilidet használtuk összehasonlítóanyagként (lásd: a 3 442 945 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírást).

55

A példa

Pre-emergens vizsgálat

Oldószer: 5 súlyrész acetone

Emulgeátor: 1 súlyrész alkil-aril-poliglikoléter

60

A célnak megfelelő hatóanyag-készítmény előállításához 1 tömegrész hatóanyagot összekeverünk a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral, majd a kapott koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációra hígítjuk.

65

A vizsgált növény magjait közönséges talajba

ültetjük és 24 óra elteltével megöntözzük a hatóanyag-készítménnyel. Az öntözés során a talaj felületegységére jutó hatóanyag-készítmény mennyiségét állandó értéken tartjuk. A készítmény hatóanyag-koncentrációja nem játszik szerepet, a döntő a felületegységre jutó hatóanyag mennyisége. Három hét elteltével bonitáljuk a növények károsodá-

sát és az eredményeket százalékban adjuk meg a kezeletlen kontroll fejlődéséhez viszonyítva. Itt 0% a kezeletlen kontrollal azonos hatást jelent, 100% megsemmisítést jelent.

A vizsgált hatóanyagokat, azok mennyiségét és a kapott eredményeket az A táblázat tartalmazza.

A táblázat

A hatóanyag-példa sorszáma	Felhasználási mennyiség (kg/ha)	Kukorica	Szójabab	Répa	Gyapot	Avena fatua	Sorghum	Digitaria	Setaria	Echinochloa	Poa annua
(A) képletű vegyület (ismert)	2	20	20	20	20	90	90	90	100	95	90
8	2	0	0	0	0	20	90	100	100	100	100
6.	2	0	0	0	0	20	20	95	100	80	100
9.	2	0	30	60	0	50	90	100	100	95	100
10.	2	0	0	0	0	10	50	100	95	100	80
1.	2	0	30	0	0	70	90	100	100	95	100

B példa

Fű (*Festuca pratensis*) növekedésének gátlása

Oldószer: 30 súlyrész dimetilformamid

Emulgeátor: 1 súlyrész poli(oxi-etilén)-szorbitán-monolaurát

A célnak megfelelő hatóanyag-készítmény előállításához 1 tömegrész hatóanyagot összekeverünk a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral és a kapott koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációra hígítjuk.

Füvet (*Festuca pratensis*) nevelünk üvegházban 5 cm magasságig. Ekkor a növényeket csuromvízesre permetezzük a hatóanyag-készítménnyel. Három hét elteltével mérjük a növekedést és a növekedésgátlást százalékban fejezzük ki a kezeletlen kontrollhoz viszonyítva. Itt 100% a növekedés megállását, 0% a kezeletlen kontrollal azonos mértékű növekedést jelent.

A vizsgált hatóanyagokat, azok mennyiségét és a kapott eredményeket a B táblázat tartalmazza.

B táblázat

A hatóanyagpélda sorszáma	Koncentráció (%)	Gátlás (%)
Kontroll	—	0
8.	0,05	95 ^{x/}

x/ = sötétzöld levelek

Készítményelőállítási példák

1. Porozószer

A hatóanyag-készítmény előállításához 5 tömegrész 4. példa szerinti hatóanyagot 95 tömegrész természetes köliszttel elkeverünk és porfinomságú-

ra örözlünk. A kapott készítményt a kívánt mennyiségben a növényekre vagy azok életterébe szórjuk.

2. Permetpor (diszpergálható por)

a) Készítmény folyékony hatóanyagból

A hatóanyag-készítmény előállításához 25 tömegrész 1. példa szerinti hatóanyagot 1 tömegrész dibutil-naftalin-szulfonáttal, 4 tömegrész lignin-szulfonáttal, 8 tömegrész magas diszperzitású kovással és 62 tömegrész természetes köliszttel elkeverünk, és porrá örözljük. Felhasználás előtt a nedvesíthető port annyi vízzel keverjük, hogy a keletkező keverék a hatóanyagot a kívánt koncentrációban tartalmazza.

b) Készítmény szilárd hatóanyagból

A hatóanyag-készítmény előállításához 50 tömegrész 8. példa szerinti hatóanyagot 1 tömegrész dibutil-naftalin-szulfonáttal, 4 tömegrész lignin-szulfonáttal, 8 tömegrész magas diszperzitású kovással és 37 tömegrész természetes köliszttel elkeverünk, és porrá örözlünk. Felhasználás előtt a nedvesíthető port annyi vízzel keverjük, hogy a keletkező keverék a hatóanyagot a kívánt koncentrációban tartalmazza.

3. Emulgeálható koncentrátum

A hatóanyag-készítmény előállításához 25 tömegrész 6. példa szerinti hatóanyagot 55 tömegrész xilol és 10 tömegrész ciklohexán keverékében feloldunk. Emulgeátorként 10 tömegrész dodecylbenzol-szulfonsavas kalcium és nonil-fenol-poliglikoléter keverékét adunk hozzá. Felhasználás előtt az emulgeálható koncentrátumot annyi vízzel hígítjuk, hogy a keletkező keverék a hatóanyagot a kívánt koncentrációban tartalmazza.

4. Granulátum

a) Készítmény folyékony hatóanyagból

A hatóanyag-készítmény előállításához 1 tömegrész 9 példa szerinti hatóanyagot 9 tömegrész granulált, szívóképes agyagra porlasztunk. A keletke-

ző granulátumot a kívánt mennyiségben a növényekre vagy azok életterébe szórjuk.

b) *Készítmény szilárd hatóanyagból*

A hatóanyag-készítmény előállításához 91 tömegrész 0,5–1,0 mm szemcseméretű homokhoz 2 tömegrész orsóolajat és 7 tömegrész porított, 75 tömegrész 12. példa szerinti hatóanyagból és 25 tömegrész természetes kőlisztből készült hatóanyagkeveréket adunk. A keveréket megfelelő keverőberendezésben addig kezeljük, amíg egyenletes, szabadon folyó és pormentes granulátum nem keletkezik. A granulátumot a kívánt mennyiségben a növényekre vagy azok életterébe szórjuk.

Szabadalmi igénypontok

1. Herbicid és növekedésszabályozó készítmények, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként (I) általános képletű N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékot tartalmaznak, a képletben R¹ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom, R³ jelentése hidrogénatom, X¹ jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, X² jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, X³ jelentése hidrogénatom, 0,1–95 tömeg% mennyiségben szilárd hordozóanyagok, célszerűen természetes vagy mesterséges kőlisztek és/vagy folyékony hígítóanyagok, célszerűen poláros vagy apoláros szerves oldószerek és adott esetben felületaktív szerek, célszerűen anionos vagy nemionos emulgeáló és/vagy diszpergáló anyagok mellett.

2. Eljárás a (I) általános képletű N-(1-alkenil)-klór-ecetsav-anilid-származékok előállítására, a képletben R¹ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R² jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, R³ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil-, 2–4 szénatomos alkenil-, 1–4 szénatomos alkoxi- vagy alkilrészében

1–4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, R¹ és R² a két, kettős kötéssel egymáshoz kapcsolódó szénatommal együttesen egy adott esetben 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, 5–6 tagú egyszerűen telítetlen gyűrűt képez, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karbonilcsoportot is tartalmazhat, vagy R² és R³ azzal a szénatommal, amelyhez kapcsolódnak dihidropiránil- vagy ciklohexenilcsoportot képez, X¹ jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, X² jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, X³ jelentése hidrogénatom, *azzal jellemezve*, hogy (II) általános képletű azint, a képletben R¹, X¹, X² és X³ jelentése a tárgyi körben megadott, R⁴ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

R⁵ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil-, 2–4 szénatomos alkenil-, 1–4 szénatomos alkoxi- vagy alkilrészében 1–4 szénatomos alkil-karbonilcsoport, vagy

R¹ és R⁴ két, egyes kötéssel egymáshoz kapcsolódó szénatommal együttesen egy adott esetben 1–4 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált, 5–6 tagú telített gyűrűt képeznek, amely heteroatomként nitrogén- vagy oxigénatomot és adott esetben karboxilcsoportot is tartalmazhat, vagy R⁴ és R⁵ a határos szénatommal együttesen piránil- vagy ciklohexilcsoportot képez,

(III) általános képletű klór-acet-halogeniddel reagáltatunk – a képletben Hal jelentése klór- vagy brómatom – adott esetben hígítószer jelenlétében és a kapott (IV) általános képletű klór-acet-anilid-származékból – a képletben R¹, R⁴, R⁵, X¹, X², X³ és Hal jelentése a fenti – izolálás nélkül eliminálunk egy mol halogén-hidrogénsavat, miközben a reakcióelegyet – adott esetben bázis hozzáadása után – melegítjük.

10 oldal rajz

Kiadja az Országos Találmányi Hivatal
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető
Szedte a Nyomdaipari Fényszedő Üzem (878189/09)
88-2314 — Dabasi Nyomda, Budapest — Dabas
Felelős vezető: Bálint Csaba igazgató

NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

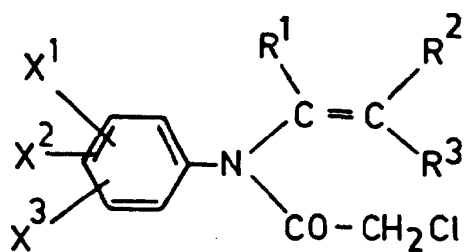
C 07 C 211/72

A 01 N 37/22

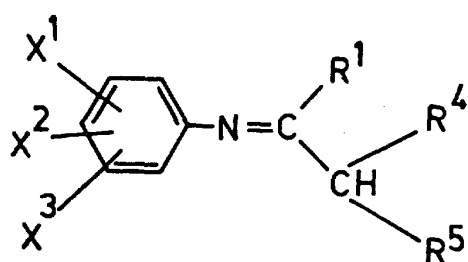
A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

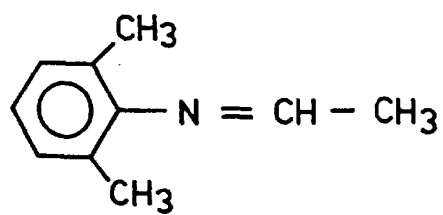
A 01 N 43/36



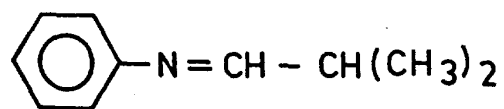
(I)



(II)



(II - 1)



(II - 2)

NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

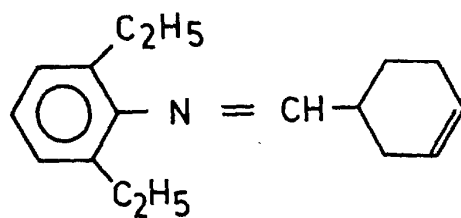
C 07 C 211/72

A 01 N 37/22

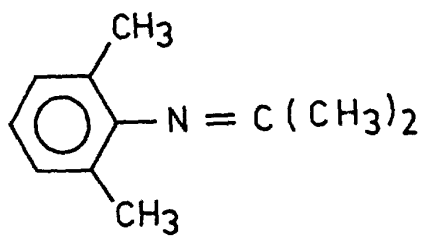
A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

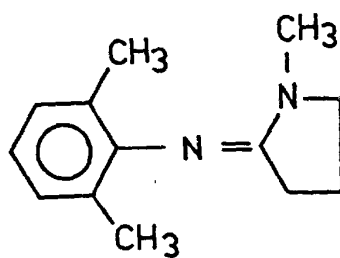
A 01 N 43/36



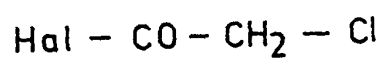
(II-3)



(II-4)

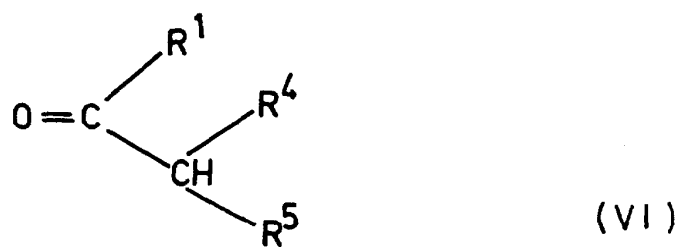
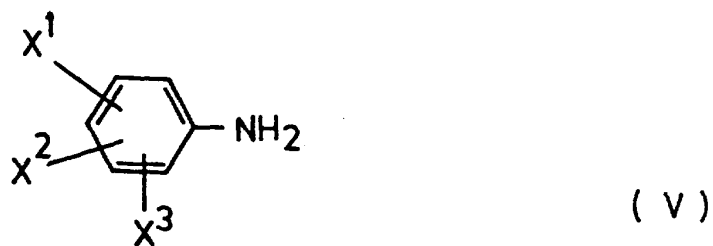
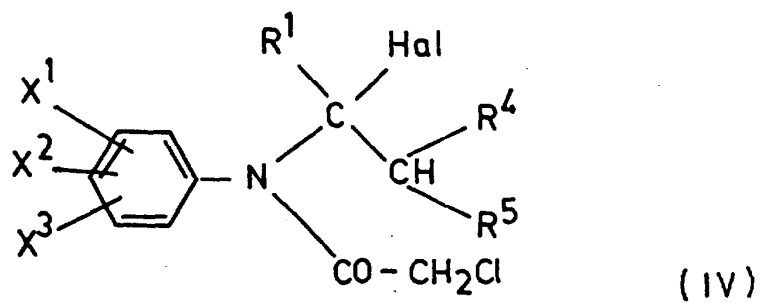


(II-5)



(III)

NSZO₄: C 07 C 103/365
 C 07 C 103/42
 C 07 C 103/38
 C 07 D 309/32
 C 07 C 211/72
 A 01 N 37/22
 A 01 N 43/16
 A 01 N 43/40
 A 01 N 43/36



NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

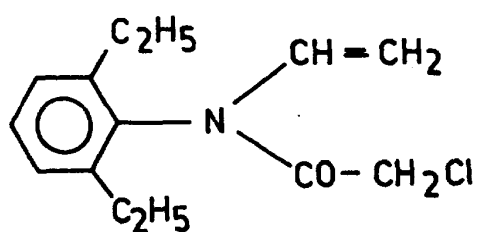
C 07 C 211/72

A 01 N 37/22

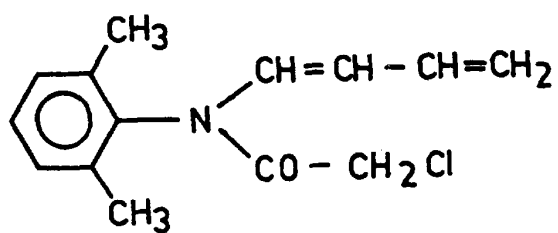
A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

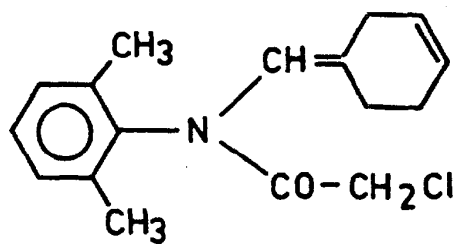
A 01 N 43/36



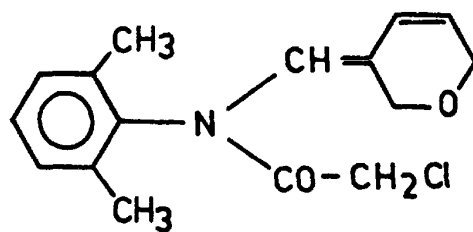
(1)



(2)



(3)



(4)

NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

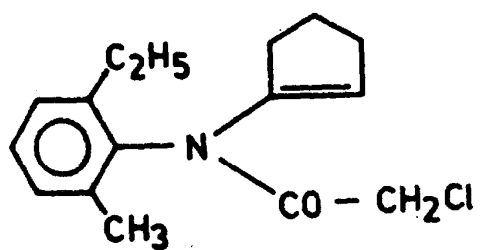
C 07 C 211/72

A 01 N 37/22

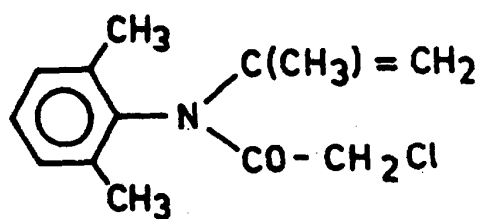
A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

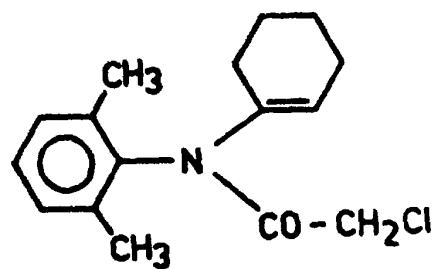
A 01 N 43/36



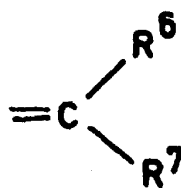
(5)



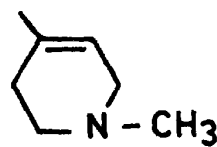
(6)



(7)



(a)

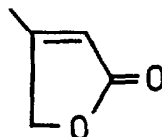


(b)

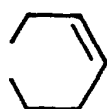
NSZO₄: C 07 C 103/365
C 07 C 103/42
C 07 C 103/38
C 07 D 309/32
C 07 C 211/72
A 01 N 37/22
A 01 N 43/16
A 01 N 43/40
A 01 N 43/36



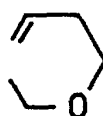
(c)



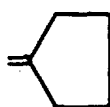
(d)



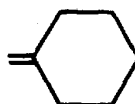
(e)



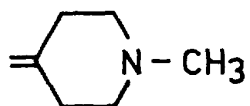
(f)



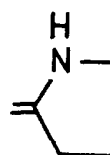
(g)



(h)

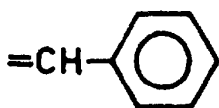


(i)

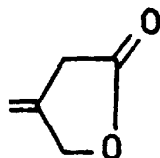


(j)

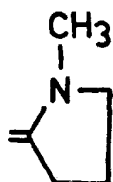
NSZO₄: C 07 C 103/365
 C 07 C 103/42
 C 07 C 103/38
 C 07 D 309/32
 C 07 C 211/72
 A 01 N 37/22
 A 01 N 43/16
 A 01 N 43/40
 A 01 N 43/36



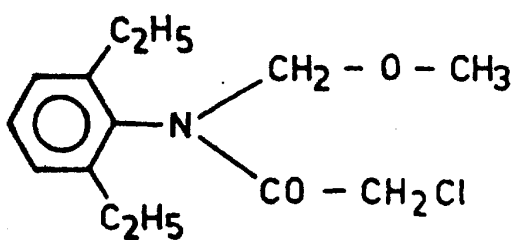
(k)



(l)



(m)



(A)

NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

C 07 C 211/72

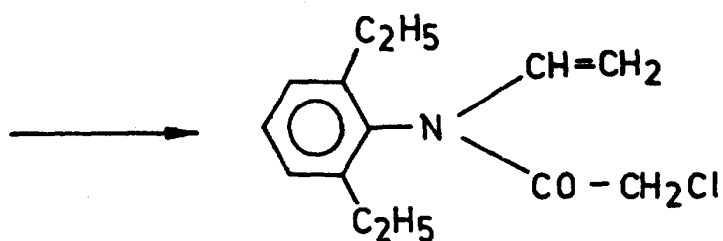
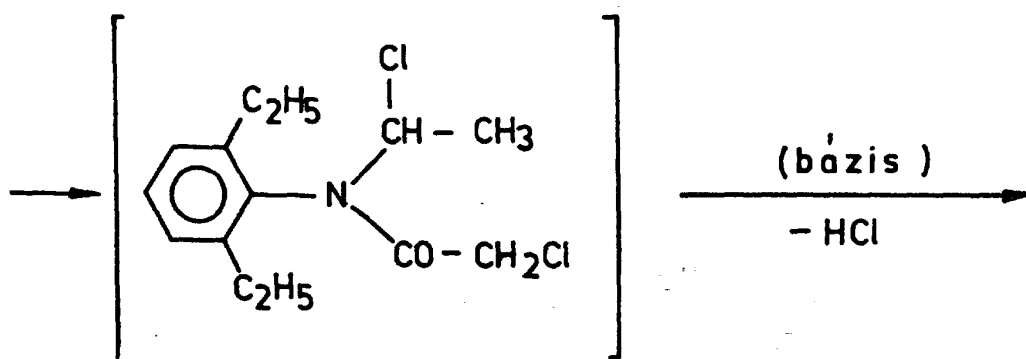
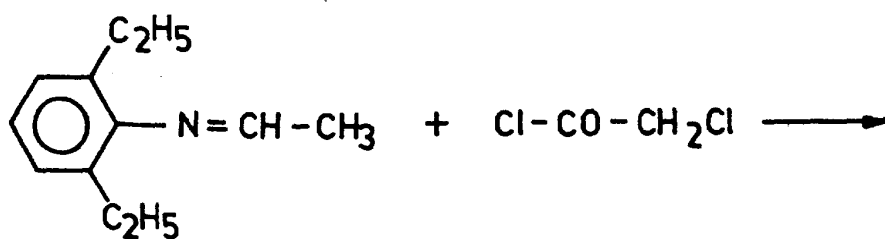
A 01 N 37/22

A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

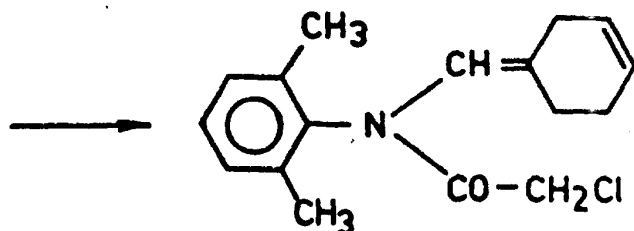
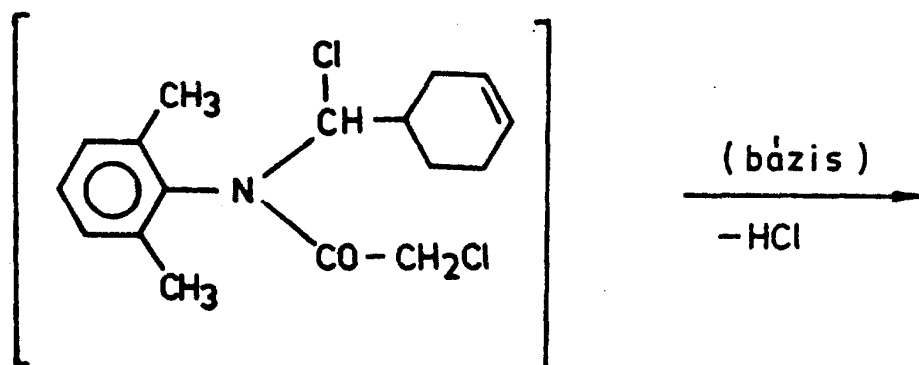
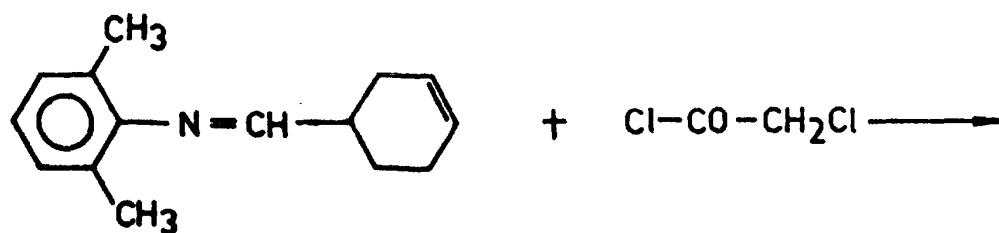
A 01 N 43/36

A reakcióvázlat



NSZO₄: C 07 C 103/365
 C 07 C 103/42
 C 07 C 103/38
 C 07 D 309/32
 C 07 C 211/72
 A 01 N 37/22
 A 01 N 43/16
 A 01 N 43/40
 A 01 N 43/36

B reakcióvázlat



NSZO₄: C 07 C 103/365

C 07 C 103/42

C 07 C 103/38

C 07 D 309/32

C 07 C 211/72

A 01 N 37/22

A 01 N 43/16

A 01 N 43/40

A 01 N 43/36

C reakcióvázlat

