



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 0556/83

(51) Int.Cl.⁵

C 07 C 233/65

(22) Indleveringsdag: 09 feb 1983

A 01 N 37/22

(41) Alm. tilgængelig: 11 aug 1983

(44) Fremlagt: 09 sep 1991

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 10 feb 1982 JP 20321/82

(71) Ansøger: *SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED; 15, Kitahama 5-chome; Higashi-ku, Osaka, JP

(72) Opfinder: Tadashi *Ohsumi; JP, Satoru *Inoue; JP, Kiyoto *Maeda; JP, Kazunori *Tsushima; JP, Noritada *Matsuo; JP, Akiko *Kakimizu; JP

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

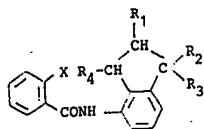
(54) Fungicid indanylbenzamidderivat, fremgangsmåde til fremstilling heraf samt fungicid middel indeholdende det

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

556-83

Fungicide indanylbenzamidderivater med formlen



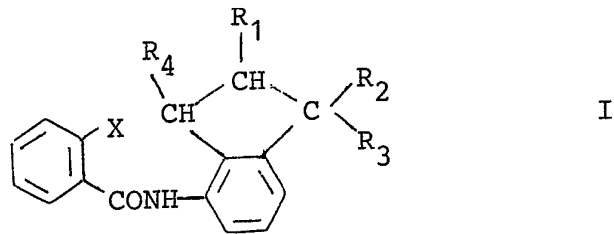
I

hvor X er lavere alkyl, en nitro- eller en trifluormethylgruppe eller et halogenatom, og R₁, R₂, R₃ og R₄, der er ens eller forskellige, hver er et hydrogenatom eller en lavere alkylgruppe, fremstilles ved forskellige fremgangsmåder.

Forbindelserne med formlen I har fungicide egenskaber og kan anvendes til bekæmpelse af svampefremkaldte plantesygdomme.

Den foreliggende opfindelse angår et fungicidt indanylbenzamidderivat, som er ejendommeligt ved, at det har formlen

5



10

hvor X er en C₁-C₃-alkyl-, nitro- eller trifluormethylgruppe eller et halogenatom, og

R₁, R₂, R₃ og R₄, der er ens eller forskellige, hver er et hydrogenatom eller en C₁-C₃-alkylgruppe,

15

en fremgangsmåde til fremstilling heraf samt et fungicid indeholdende det og dets fungicide anvendelse.

Det er kendt, at beslægtede forbindelser har fungicid virkning, jfr. JP offentliggørelsesskrifter nr. 50-14832 og 53-9739 samt DE offentliggørelsesskrift nr. 1.907.436. Virkningen af disse kendte forbindelser er dog ikke helt tilfredsstillende, således at der er behov for forbindelser med højere, fungicid virkning.

20

Som resultat af en undersøgelse har det vist sig, at indanylbenzamidderivaterne med formlen I har bedre fungicide egenskaber end de kendte forbindelser.

25

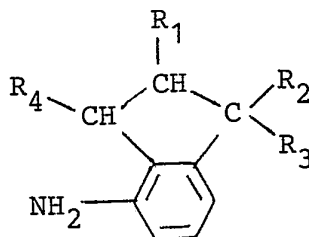
Indanylbenzamidderivaterne ifølge opfindelsen kan fremstilles ved en gængs amideringsmetode. Især kan de fremstilles ved at omsætte et benzoesyrederivat med formlen

30



35

hvor X har den ovenfor anførte betydning, eller dets reaktionsdygtige derivater med et aminoindanderivat med formlen



III

0 hvor R_1 , R_2 , R_3 og R_4 har den ovenfor anførte betydning.

5 Som reaktionsdygtige derivater af benzoesyren med formelen II anvendes ved denne fremgangsmåde sådanne deriva-
 10 ter som syreanhydrider (herunder blandede syreanhydrider), syrechlorider, syrebromider eller estere. Disse reaktionsdygtige derivater eller benzoesyren med formelen II omsættes med indanilaminoderivaterne med formelen II i et molforhold på ca. 1:1.

15 Der kan ved fremgangsmåden anvendes et passende inaktivt opløsningsmiddel. Eksempler på sådanne opløsningsmidler er aromatiske carbonhydrider såsom benzen, toluen eller xylen, halogenerede carbonhydrider såsom chlorbenzen, chloroform, dichlormethan eller carbontetrachlorid, ethere
 20 såsom diisopropylether, tetrahydrofuran eller dioxan, ketoner såsom methylethylketon eller acetone, estere såsom ethylacetat, nitrilet såsom acetonitril, tertiære aminer såsom triethylamin eller pyridin, dimethylsulfoxid eller dimethylformamid eller en blanding heraf.

25 Når der anvendes benzoesyrederivater med formelen II i form af frisyre, udføres fremgangsmåde under dehydratiseringsbetingelser. Den kan ske ved at opvarme reagenserne til en forholdsvis høj temperatur, fortrinsvis fra 150 til 250°C. Den kan også ske ved at omsætte benzoesyren med formelen II
 30 med en forbindelse med formelen III i nærvær af et dehydratiseringsmiddel (f.eks. dicyclohexylcarbodiimid, phosphortetrachlorid). I så tilfælde kan reaktionen finde sted ved en forholdsvis lav temperatur i intervallet fra 0°C til det anvendte opløsningsmiddels kogepunkt, fortrinsvis fra stuetemperatur
 35 til 80°C. Den foretrukne mængde dehydratiseringsmiddel kan være 1-2 mol pr. mol benzoesyre.

0

Når der anvendes syreanhydrider, syrechlorid eller syrebromid af benzoesyren med formlen II, foretrækkes det at udføre reaktionen i nærvær af en syreacceptor. Eksempler på egnede syreacceptorer er organiske eller uorganiske baser såsom natriumhydroxid, kaliumhydroxid, pyridin, N-methylmorpholin, triethylamin og lignende. Disse syreacceptorer anvendes ikke nødvendigvis i overskud, men det foretrækkes at tilsætte 1 eller flere mol, fortrinsvis 1-1,5 mol pr. mol anvendt forbindelse med formlen II. Selv om det ikke er nødvendigt at anvende opløsningsmiddel, kan der fås et godt resultat, når reaktionen udføres i et opløsningsmiddel valgt blandt de ovennævnte inaktive opløsningsmidler eller vand eller en blanding heraf. Reaktionstemperaturen er ikke særlig afgørende, men reaktionen udføres i reglen ved en temperatur i intervallet fra 0°C til det anvendte opløsningsmiddels kogepunkt, fortrinsvis fra 0 til 80°C.

Når esteren af benzoesyren med formlen II (f.eks. lavere alkylestere) anvendes, kan reaktionen udføres ved ganske enkelt at opvarme reaktionsblandingen til en forholdsvis høj temperatur, fortrinsvis fra 100 til 250°C. Reaktionen kan også udføres i nærvær af en katalysator såsom natriumethoxid. Katalysatormængden kan være 0,1-1,5 mol pr. mol anvendt ester. I så tilfælde kan reaktionstemperaturen ligge omkring kogepunktet for det anvendte opløsningsmiddel, fortrinsvis 80-150°C.

Efter at reaktionen er afsluttet, isoleres produktet fra reaktionsblandingen på gængs måde. F.eks. kan katalysatoren eller andre anvendte midler fjernes ved vaske med vand eller filtrering, blandingen ekstraheres med et opløsningsmiddel, og ekstrakten vaskes med vand og inddampes, hvilket giver det rå produkt, der yderligere kan renses ved omkrystallisation ud fra benzen, toluen, methanol, ethanol, diisopropylether, hexan, chloroform og lignende.

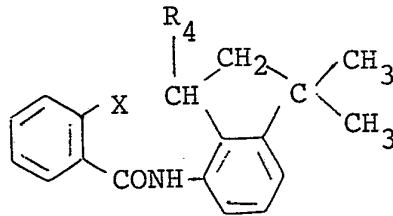
Forbindelsen med formlen II kan let fremstilles ved en kendt metode [Hans Hoyer, Journal für praktische Chemie 139, 242 (1934), samme, 139, 94 (1934), M.G.J. Beets m.fl., Rec. Trav. Chim. Pays-Bas 77, 860 (1958) og E. Giovannini m.fl., Helvetica Chimica Acta 49, 561 (1966)].

35

0

Alternativt kan forbindelsen med formelen

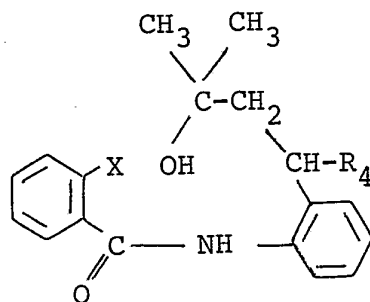
5



IV

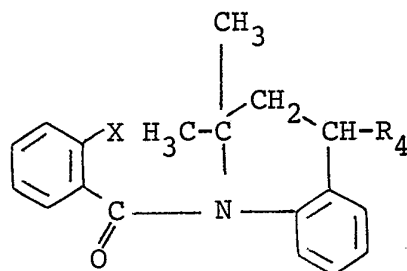
hvor R_4 har den ovenfor beskrevne betydning, fremstilles ved at omsætte en forbindelse med formelen V-A, V-B eller V-C

10



V-A

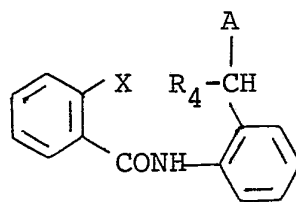
15



V-B

20

25

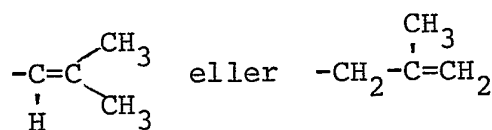


V-C

30

hvor X og R_4 har den ovenfor anførte betydning, og A er en gruppe med formelen

35

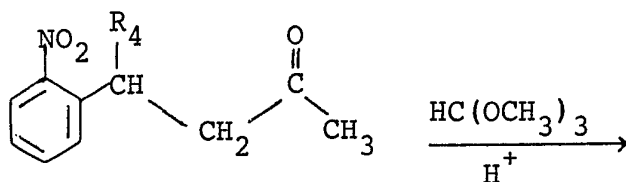


0

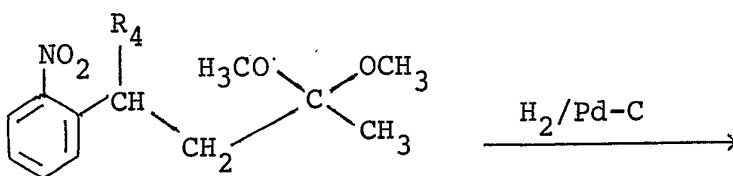
i nærvær af en syrekatalysator. Som syrekatalysator kan be-
 nyttes Lewis-syreer, der almindeligvis anvendes i Friedel-
 -Crafts-reaktion. Da en syre i sig selv kan fungere som op-
 løsningsmiddel, vil det være en fordel at anvende sådanne
 5 syrer som svovlsyre, phosphorsyre, polyphosphorsyre og lig-
 nende. Ved denne fremgangsmåde kan der anvendes et inaktivt
 opløsningsmiddel, men reaktionen kan ske uden anvendelse af
 opløsningsmiddel. Reaktionstemperaturen varierer afhængigt af
 reaktionsbetingelserne, og reaktionen sker i reglen ved en
 10 temperatur i intervallet fra 0 til 135°C, fortrinsvis fra
 stuetemperatur til 135°C.

Udgangsmaterialerne med formlen V-A, V-B og V-C
 fremstilles let, f.eks. på følgende måde:

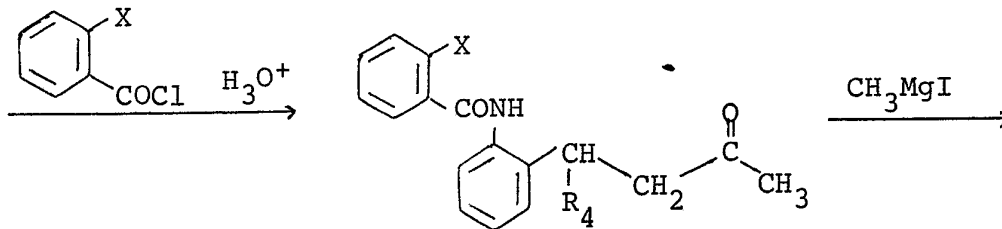
15



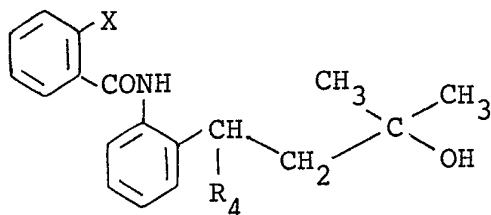
20



25



30

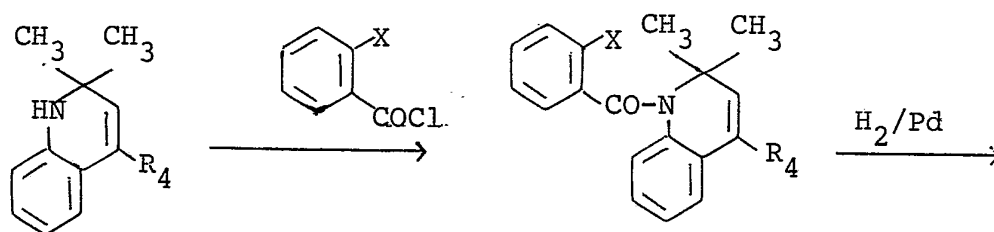


35

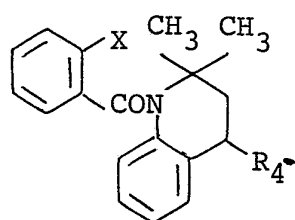
(V-A)

... i)

0



5

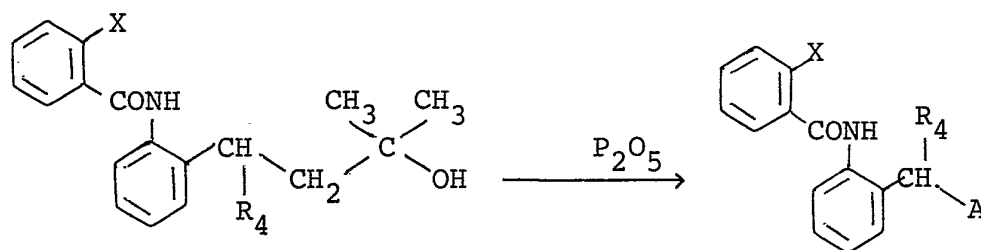


10

(V-B)

... ii)

15



20

(V-C)

hvor X og A har de tidligere anførte betydninger.

Opfindelsen vil i det følgende blive belyst ved nedenstående synteseeksempler.

25

Synteseeksempel 1

En opløsning af 0,81 g o-methylbenzoylchlorid (5,25 mmol) i 3 ml tetrahydrofuran tildryppes til en opløsning af 0,81 g (5,00 mmol) 1,1-dimethyl-4-aminoindan og 0,61 g (6,00 mmol) triethylamin i 10 ml tetrahydrofuran, idet reaktionsblandingen holdes på 0°C ved iskøling. Derefter omrøres reaktionsblandingen natten over ved stuetemperatur, og der tilsættes vand og ethylacetat til blandingen. Det organiske lag vaskes med 5%'s saltsyre og vand og tørres over vandfrit natriumsulfat. Efter at opløsningsmidlet er fjernet ved destillation, tørres remanensen, hvilket giver 1,31 g N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-methylbenzamid (udbytte 93,9%).

35

0

Synteseeksempel 2

En blanding af 2,0 g ethyl-o-methylbenzoat (12,2 mmol), 1,62 g (12,2 mmol) 4-aminoindan, 0,72 g CH₃ONa og 30 ml benzen omrøres i 10 timer ved tilbagesvaling. Efter isafkøling tilsættes blandingen til fortyndet saltsyre og ekstraheres med ethylacetat. Det organiske lag vaskes med vand og inddampes. De fremkomne krystaller vaskes med n-hexan, hvilket giver 2,0 g N-4-indanyl-o-methylbenzamid (udbytte 65,4%).

5

10

Synteseeksempel 3

En opløsning af 2,06 g (10,0 mmol) dicyclohexylcarbodiimid i 5 ml toluen tilsættes til en blanding af 1,90 g o-trifluormethylbenzoesyre og 20 ml toluen under isafkøling og omrøring. Efter omrøring i endnu en time tilsættes en opløsning af 1,47 g (10,0 mmol) 1-methyl-4-aminoindan i 5 ml toluen til blandingen. Blandingens temperatur hæves gradvis til stuetemperatur, og blandingen reagerer i 10 timer under tilbagesvaling. Det dannede dicyclohexylurinstof fjernes ved filtrering fra blandingen, og denne inddampes og renses ved søjlechromatografi på silicagel, hvilket giver 2,10 g N-(1-methyl-4-indanyl)-o-trifluormethylbenzamid (udbytte 65,8%).

15

20

25

Synteseeksempel 4

En blanding af 100 mg N-(o-trifluormethylbenzoyl)-o-(3-hydroxy-3-methylbutyl)anilin (0,28 mmol) og 14,5 g 85%'s svovlsyre omrøres i en time ved stuetemperatur. Efter til-sætning af isvand ekstraheres blandingen med ethylacetat, og det organiske lag inddampes, hvilket giver 93 mg rå N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethylbenzamid (råt udbytte 98%).

30

Synteseeksempel 5

Ved hjælp af samme metode som i synteseeksempel 4 fås 92 mg rå N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethylbenzamid ud fra 100 mg af en blanding af N-(o-trifluormethylbenzoyl)-o-(3-methyl-2-butenyl)anilin og N-(o-trifluormethylbenzoyl)-o-(3-methyl-3-butenyl)-anilin (blandingsforhold 1:1) (0,30 mmol) (råt udbytte 92%).

35

0

Synteseeksempel 6

En blanding af 300 mg (0,90 mmol) N-(o-trifluormethylbenzoyl)-2,2-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydroquinolin og 5 ml 85%'s phosphorsyre omrøres ved 130-135°C i en time. Efter afkøling tilsættes vand til blandingen, og de fremkomne krystaller opsamles, hvilket giver 240 mg rått N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethylbenzamid (rått udbytte 80%).

5

Synteseeksempel 7

En blanding af 300 mg (0,86 mmol) N-(o-trifluormethylbenzoyl)-2,2,4-trimethyl-1,2,3,4-tetrahydroquinolin og 5 ml 85%'s svovlsyre omrøres ved stuetemperatur i 3 dage. Der tilsættes vand til reaktionsblandingen, og de fremkomne krystaller opsamles, hvilket giver 200 mg rått N-(1,1,3-trimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethylbenzamid (rått udbytte 66,7%).

15

Nedenfor findes eksempler på indanylbenzamid-derivater ifølge den foreliggende opfindelse.

20

25

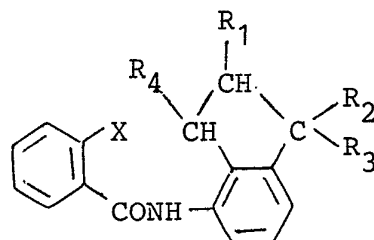
30

35

0

Tabel I

5



10

| Forb. nr.* | X | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Fysisk konstant |
|------------|-----------------|-----------------|------------------------------------|---------------------------------|-----------------|---------------------------------------|
| (1) | CH ₃ | H | CH ₃ | CH ₃ | H | smp 126,0°C |
| (2) | I | H | CH ₃ | CH ₃ | H | smp 155,1°C |
| (3) | Cl | H | CH ₃ | CH ₃ | H | smp 140,4°C |
| (4) | NO ₂ | H | CH ₃ | CH ₃ | H | smp 212,5°C |
| (5) | CF ₃ | H | CH ₃ | CH ₃ | H | smp 148,7°C |
| (6) | CH ₃ | CH ₃ | H | H | H | smp 144,9°C |
| (7) | I | CH ₃ | H | H | H | smp 201,1°C |
| (8) | Cl | CH ₃ | H | H | H | smp 137,0°C |
| (9) | CF ₃ | CH ₃ | H | H | H | smp 178,4°C |
| (10) | CH ₃ | H | CH ₃ | H | H | smp 140,9°C |
| (11) | I | H | CH ₃ | H | H | smp 180,8°C |
| (12) | CF ₃ | H | CH ₃ | H | H | smp 152,6°C |
| (13) | CH ₃ | H | -CH(CH ₃) ₂ | H | H | smp 110,1°C |
| (14) | Cl | H | -CH(CH ₃) ₂ | H | H | smp 95,7°C |
| (15) | CH ₃ | H | H | H | H | smp 158,6°C |
| (16) | CH ₃ | H | CH ₃ | CH ₂ CH ₃ | H | n _D ^{25,0} 1,5577 |
| (17) | CF ₃ | H | CH ₃ | CH ₃ | CH ₃ | smp 157,7°C |

35

* Der anvendes samme forbindelsesnumre i hele beskrivelsen

0

Indanylbenzamiddervaterne ifølge den foreliggende opfindelse er fungicidt effektive over for forskellige plantepatogene svampe, især sådanne, der tilhører slægterne *Rhizoctonia*, *Corticium*, *Ustilago*, *Tilletia*, *Urocystis*, *Gymnosporangium*, *Uromyces*, *Puccinia*, *Helicobasidium*, *Typhula*, *Armillaria*, etc.

Til bekæmpelse af plantesygdomme forårsaget af sådanne svampe, kan forbindelserne ifølge den foreliggende opfindelse påføres som et fungicid i sådanne mængder som 100-10.000 g pr. ha, fortrinsvis 500-5000 g pr. ha i koncentrationer på ca. 0,005-0,5% til marker, herunder rismarker, frugtplantager, skove og lignende. Imidlertid kan mængder og koncentrationer af forbindelserne variere afhængigt af f.eks. arten og sværhedsgraden af plantesygdommen, præparatets art, sted, tid, påføringsmetode og lignende.

Nedenstående prøveeksempler illustrerer de her omhandlede forbindelsers evne til bekæmpelse af plantesygdomme. Forbindelserne, der er anført i nedenstående tabel II, afprøves også ved sammenligning. Medmindre andet er anført, udføres eksperimentet tre gange for hvert prøveeksempel.

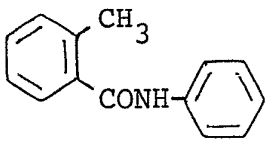
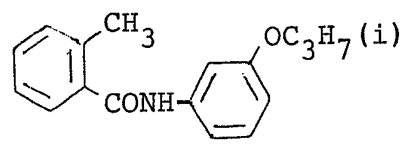
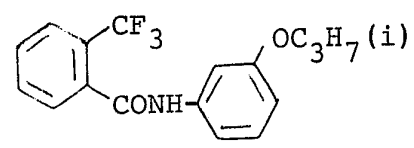
25

30

35

0

Tabel II

| Forb. nr. | Formel | Bemærkninger |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 5 |  | DE offentliggørelsesskrift nr. 1.907.436 |
| 10 |  | Japansk off. patentansøgning (Kokai) nr. 50-14832 |
| 15 |  | Japansk off. patentansøgning (Kokai) nr. 53-9739 |
| 20 | D Validamycin A E 5-methyl-isoxazol-3-ol (Hymexazol) F Pentachlornitrobenzen G "Triforin" | I handelen værende fungicid |

Prøveeksempel 1: Bekæmpelsesvirkning på risskedesyge påføring på løv

Risplanter (Kinki nr. 33, stadium med 6 blade) dyrkes i potter med diameter 9 cm. En emulgerbar koncentration af prøveforbindelse, fremstillet som beskrevet i præparateksem-
 pel 3, fortyndes med vand og påføres på planterne med en sprøjte-
 pistol, så at en tilstrækkelig mængde af prøveforbindelses-
 opløsningen bliver hængende på planterne.

7 dage efter påføring inokuleres skedesygefungus (Pellicularia sasakii) på skederne ved at anbringe en mycelie-
 plade, der er 5 mm i diameter, på dem. De inokulerede planter
 anbringes i et luftkonditioneret rum, der holdes ved 28°C under
 ved relativ luftfugtighed på mere end 95% (nedenfor kaldt inkuba-
 tionsrummet). 3 dage efter inokulering måles det inficerede
 område.

Sygdomsangrebet og den sygdomsbekæmpende virkning

0

beregnes efter følgende ligning.

| | <u>Læsionsindeks</u> | <u>Inficeret område</u> |
|---|----------------------|---------------------------|
| | 0 | Intet |
| | 1 | lille (små) plet(ter) |
| 5 | 2 | under 3 cm i længden |
| | 3 | 3 cm eller mere i længden |

$$\text{Angreb (\%)} = \frac{\sum (\text{læsionsindeks}) \times (\text{antal skeder})}{(\text{antal undersøgte skeder}) \times 4} \times 100$$

10

Derefter fås bekæmpelsesværdien ved hjælp af følgende ligning:

$$\text{Bekæmpelsesværdi (\%)} = 100 - \frac{\text{angreb på beh. område}}{\text{angreb i kontr.område}} \times 100$$

15

Resultaterne er anført i nedenstående tabel III.

Tabel III

| | <u>Prøve-</u> <u>forb.</u> | <u>Koncentration af</u> <u>aktivt stof (ppm)</u> | <u>Bekæmpelses-</u> <u>værdi (%)</u> |
|----|-------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 20 | 1 | 500 | 100 |
| | 2 | 500 | 100 |
| | 3 | 500 | 100 |
| | 4 | 500 | 100 |
| 25 | 5 | 500 | 100 |
| | 6 | 500 | 100 |
| | 7 | 500 | 100 |
| | 8 | 500 | 100 |
| | 9 | 500 | 100 |
| 30 | 10 | 500 | 100 |
| | 11 | 500 | 100 |
| | 12 | 500 | 100 |
| | 13 | 500 | 100 |
| | 14 | 500 | 100 |
| 35 | 15 | 500 | 100 |
| | 16 | 500 | 100 |
| | 17 | 500 | 100 |
| | A | 500 | 75 |
| | Ingen behandling | - | 0 |

0

Prøveeksempel 2

Forbindelserne afprøves ved hjælp af samme metode som i prøveeksempel 1 med undtagelse af, at forbindelserne påføres i en koncentration på 50 ppm i stedet for 500 ppm. 5 Forbindelsen D påføres ved 30 ppm. Resultaterne er anført i nedenstående tabel.

Tabel IV

| 10 | <u>Prøve-</u> <u>forb.</u> | <u>Koncentration (ppm)</u> | <u>Bekæmpelses-</u> <u>værdi (%)</u> |
|----|-------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|
| | (1) | 50 | 95 |
| | (2) | 50 | 93 |
| | (4) | 50 | 90 |
| 15 | (5) | 50 | 100 |
| | (6) | 50 | 90 |
| | (9) | 50 | 90 |
| | (10) | 50 | 93 |
| | (12) | 50 | 100 |
| 20 | (16) | 50 | 91 |
| | (A) | 50 | 0 |
| | (B) | 50 | 29 |
| | (C) | 50 | 85 |
| 25 | (D) | 30 | 51 |
| | | - | 0 |
| | Ingen behandling | | |

Prøveeksempel 3: Bekæmpelsesvirkning på risskedesyge
30 påføring ved neddykning

Risplanter (Kinki nr. 33) dyrkes indtil et stadium med 7. blad under oversvømmede betingelser i Wagner-potter. Et emulgerbart koncentrat af prøveforbindelsen fortyndes med vand og påføres på potternes vandoverflade. 14 dage efter påføring inokuleres skedesygefungus, *Pellicularia sasakii*, 35 på vandoverfalden og inkuberes i et inkubationsrum. Efter 7 dages inkubation måles de inficerede områder på planterne.

0 Prøveforbindelsens sygdomsbekæmpende beregnes ved hjælp af samme metode som i prøveeksempel 1. Resultaterne er vist i nedenstående tabel.

5 Tabel V

| | <u>Forb.</u> | <u>Dosis (g/4. ha)</u> | <u>Bekæmpelsesværdi (%)</u> |
|----|------------------|------------------------|-----------------------------|
| | (2) | 250 | 100 |
| | (3) | 250 | 100 |
| | (5) | 250 | 100 |
| 10 | (8) | 250 | 98 |
| | (9) | 250 | 100 |
| | (11) | 250 | 100 |
| | (12) | 250 | 100 |
| | (14) | 250 | 100 |
| 15 | (16) | 250 | 100 |
| | (A) | 250 | 0 |
| | (B) | 250 | 18 |
| | (C) | 250 | 80 |
| | Ingen behandling | - | 0 |

20

Prøveeksempel 4: bekæmpelsesvirkning på agurker angrebet af *Rhizoctonia solani*

Plastpotter med en diameter på 8 cm fyldes med sandblandet jord, hvorpå der ensartet anbringes jord, der er inficeret med *Rhizoctonia solani*. Et emulgerbart koncentrat af prøveforbindelsen fortyndes med vand og hældes i potterne.

2 timer efter påføringen sås 10 agurkefrø (CV. Kagafushinari) i hver potte. 10 dage efter udsåning bedømmes planterne for at bestemme antallet af inficerede planter. Resultaterne er vist i nedenstående tabel.

$$\text{Procentdel sun-} \\ \text{de planter} = \frac{\text{Antal sunde planter i in-} \\ \text{ficeret og behandlet jord}}{\text{Antal planter i ikke-infi-} \\ \text{ceret og ubehandlet jord}} \times 100$$

35

0

Tabel VI

| | <u>Forb.</u> | <u>Dosis (g/4 ha)</u> | <u>Sunde planter (%)</u> |
|----|---------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| 5 | (2) | 750 | 100 |
| | (3) | 750 | 100 |
| | (5) | 750 | 100 |
| | (8) | 750 | 100 |
| | (9) | 750 | 100 |
| 10 | (11) | 750 | 100 |
| | (12) | 750 | 100 |
| | (14) | 750 | 100 |
| | (E) | 750 | 73,3 |
| 15 | Ej inficeret og ej behandlet | - | 100 |
| | inficeret og ej behandlet | - | 6,7 |

Prøveeksempel 5: Bekæmpelsesvirkning på krybbønne angrebet af Corticium rolfsii

20

Plastpotter med en diameter på 8 cm fyldes med sandblandet jord. 10 ml jord inficeret med Corticium rolfsii anbringes på jordoverfladen i hver potte. Et emulgerbart koncentrat af prøveforbindelsen fortyndes med vand og hældes i hver potte. 2 timer efter påføring såes 10 krybbønnefrø (CV. Honkintoki) i hver potte og dyrkes i 14 dage. Planterne observeres til bestemmelse af antallet af inficerede planter. Resultaterne er vist i nedenstående tabel. Procentmængden af sunde planter beregnes ved hjælp af samme metode som i prøveeksempel 4.

30

35

0

Tabel VII

| | Forb. | Dosis (kg/4 ha) | Sunde Planter (%) |
|----|---------------------------------|-----------------|----------------------|
| | (2) | 1,5 | 100 |
| 5 | (3) | 1,5 | 100 |
| | (5) | 1,5 | 100 |
| | (8) | 1,5 | 100 |
| | (9) | 1,5 | 100 |
| | (11) | 1,5 | 100 |
| 10 | (12) | 1,5 | 100 |
| | (14) | 1,5 | 100 |
| | (F) | 1,5 | 76,7 |
| | Ej inficeret og ej behandlet | - | 100 |
| 15 | Inficeret og ej behandlet | - | 6,7 |

Prøveeksempel 6: Bekæmpelse af angreb med Puccinia recondita på hvede.

Plastpotter fyldt med sandblandet lerslikmuld til-
 20 sås med hvedekorn (var. Norin nr. 61) i en mængde på 10-15 korn
 pr. potte og dyrkes i 7 dage i et luftkonditioneret drivhus ved
 18-23°C, så at de unge hvedeplanter når et udviklingsstadium
 med 1 blad. Frøplanter inokuleres på dette stadium med Pucci-
 25 nia recondita og henstår i en fugtkammer ved 23°C i 16 timer
 for at blive inficeret med svampen. Derefter sprøjtes med en
 fortyndet emulsion af prøveforbindelse, så at en tilstrækkelig
 mængde blanding bliver siddende på planterne. Potterne med
 frøplanterne holdes i et kammer med konstant temperatur, 23°C,
 og dyrkes i 10 dage under bestråling fra en fluorescerende lam-
 30 pe, og symptomerne på det første blad bedømmes.

Derefter inspiceres bladene på hver frøplante for
 sygdomssymptomer, og svarhedsgraden beregnes på følgende måde:
 Læsionens udseende på det inspicerede blad klassificeres i 5
 klasser, dvs. 0, 0,5, 1, 2 og 4, og sygdomsangrebet beregnes
 35 ved hjælp af den nedenfor anførte ligning.

| | | |
|----|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 0 | <u>Læsionsindeks</u> | <u>Læsionens udseende</u> |
| | 0 | Der iagttages hverken koloni eller læsion |
| | 0,5 | Der iagttages koloni eller læsion på under 5% af den samlede bladoverflade på bladets overflade |
| 5 | 1 | Der iagttages på bladets overflade koloni eller læsion på mindre end 20% af den samlede bladoverflade |
| 10 | 2 | Der iagttages på bladoverfladen koloni eller læsion på mindre end 50% af den samlede bladoverflade |
| | 4 | Der iagttages på bladoverfladen koloni eller læsion på 50% eller mere af den samlede bladeoverflade |
| 15 | | |

$$\text{Angreb (\%)} = \frac{\sum (\text{læsionsindeks}) \times (\text{antal blade})}{(\text{antal inspicerede blade}) \times 4} \times 100$$

Resultaterne er anført i nedenstående tabel.

20

Tabel VIII

| Forbindelse | Koncentration (ppm) | Bekæmpelsesværdi (%) |
|-------------|---------------------|----------------------|
| (2) | 500 | 99 |
| (3) | 500 | 98 |
| 25 | 500 | 98 |
| (5) | 500 | 98 |
| (9) | 500 | 89 |
| (G) | 500 | 89 |
| Ubehandlet | - | 0 |

30

Forbindelserne med formlen I kan påføres som de er eller i form af præparater såsom olieopløsninger, emulgerbare koncentrat, fugtelige pulvere, granulater, puddede, opløsningspræparater og lignende. I praksis anvendes de imidlertid i reglen i form af præparater, der er fremstillet på gængs måde, f.eks. ved at blande en forbindelse med formlen I med et fast eller flydende bærestof eller fortyndingsmiddel. Eventuelt kan der inkorporeres andre additiver såsom binde- og/el-

35

0

ler dispergeringsmidler (f.eks. gelatine, casein, natriumalginat, CMC, stivelse, pulveriseret gummi arabicum, lignosulfonat, bentonit, polyoxypropylenglycolether, polyvinylalkohol, fyrretræsolie, flydende eller fast paraffin), stabilisator (f.eks. isopropylphosphat, tricresylphosphat, talgolie, epoxideret olie, overfladeaktivt middel, fedtsyre, fedtsyre-ester), emulgeringsmiddel (f.eks. alkylsulfonat, polyoxyethylenalkylsulfat, alkylarylsulfonat, polyethylenglycolalkyl-ether, polyoxyethylenalkylarylether), fugtemiddel (f.eks. dodecylbenzensulfonat, laurylsulfat) og lignende.

10

Disse præparater indeholder i reglen forbindelse med formlen I i mængder på 0,1-99,9, fortrinsvis 0,2-80 vægtprocent.

15

Eksempler på faste bærestoffer er vegetabiliske materialer (f.eks. pulveriseret tobaksstilke, pulveriserede majsstilke, melm sojabønnepulver, valnøddeskalpulver, savsmuld og nogle andre plantefibre), formstofmaterialer (f.eks. polyvinylchlorid, polystyren, polyethylen, jordolieharpiks), mineralske materialer (f.eks. attapulgit, kaolin, ler, bentonit, surt ler, sericit, vermiculit, pyrophyllit, talkum, kalkspat, diatomit, zeolit, pimpsten, siliciumoxidsand, aktivt kul, hvidt kul, gips), gødningsstoffer (f.eks. ammoniumsulfat, ammoniumnitrat, urinstof). Eksempler på flydende bærestoffer er aliphatiske carbonhydrider, (f.eks. petroleum, skinolie, terpentin, opløsningsmidlet nafta), aromatiske carbonhydrider (f.eks. xylen, methylnaphthalen, nonylphenol), alkoholer (f.eks. methanol, ethanol, ethylenglycol, polyethylenglycol, polypropylenglycol), ethere (f.eks. dioxan, cellosolve), ketoner (f.eks. methylethylketon, methylisopropylketon, cyclohexanon, isophoron), halogenerede carbonhydrider (f.eks. dichlorethan, trichlorethan, carbontetrachlorid), estere (f.eks. dioctylphthalat, tricresylphosphat), nitril (f.eks. acetonitril), amider såsom dimethylformamid, dimethylsulfoxid, lipider og vand.

25

30

De ovennævnte præparater kan anvendes som de er, eller de kan fortyndes yderligere med vand før påføring. Om ønsket kan andre fungicider, miticider, nematodicider, insecti-

35

0

cider, herbicider, gødningsstoffer eller jordbehandlingsmidler inkorporeres i præparaterne.

Nedenfor er anført nogle udførelsesformer for fungicide midler ifølge opfindelsen til yderligere illustration af opfindelsen. I disse eksempler er dele og procentdele efter vægt.

5

Præparateksempel 1: Pudder

0,2 dele forbindelse (1) og 98,8 dele ler pulveriseres omhyggeligt og blandes sammen, hvorved der fås et pudder, der indeholder 0,2% aktiv forbindelse.

10

Præparateksempel 2: Emulgerbart koncentrat

25 dele forbindelse (2), 55 dele xylen og 20 dele af en blanding af polyoxyethylennonylphenolether, polyoxyethylen-additionssforbindelse af fedtsyre og dodecylbenzensulfonat sammenblandes, hvorved der fås et emulgerbart koncentrat, der indeholder 25% aktiv forbindelse.

15

Præparateksempel 3: Fugteligt pulver

80 dele forbindelse (3), 5 dele dodecylbenzensulfonat og 15 dele hvidt kul pulveriseres omhyggeligt og blandes sammen, hvorved der fås et fugteligt pulver.

20

Præparateksempel 4: Opløsning

25 dele forbindelse (5), der pulveriseres til mindre end 5 μm som gennemsnitsdiameter i en indsprøjtningmølle, 5 dele polyoxyethylennonylphenolether, 5 dele carboxymethylcellulose og 65 dele vand sammenblandes og homogeniseres hvilket giver et opløsningspræparat.

30

Præparateksempel 5: Granulat

10 dele forbindelse 7 sprøjtes på 90 dele bentonit, hvis partikelstørrelse er justeret til 500-1000 μm (16-32 mesh), så at forbindelsen kan gennemvæde bentonitten. Det således fremstillede granulat indeholder 10% af den aktive forbindelse.

35

0

Præparateksempel 6: Granulat til brug ved overrisling

10 dele forbindelse (9) sprøjtes på 85 dele pimpsten, hvis gennemsnitlige partikelstørrelse er 500-1000 μm (16-32 mesh), så at forbindelsen opsuges af pimpstenen. På
5 pimpstenen sprøjtes yderligere 5 dele flydende paraffin, hvilket giver et granulat til overrislingsbrug indeholdende 10% aktiv forbindelse.

Præparateksempel 7: Granulat til overtrækning

10 10 dele forbindelse (11) sprøjtes på 77 dele siliciumoxidsand, hvis partikelstørrelse er 500-1000 μm (16-32 mesh), og derefter påsprøjtes 3 dele af en 10%'s vandig opløsning af polyvinylalkohol. Blandingen sammenblandes med 10 dele hvidt kul, hvorved der opnås et granulat til overtrækning indeholdende 10% aktiv forbindelse.
15

Præparateksempel 8: Granulat

10 dele forbindelse (13), 30 dele bentonit, 1 del calciumlignosulfonat, 0,1 del natriumleurylsulfat og 58,9 dele kaolinler sammenblandes. Blandingen ældes under tilsætning af vand, granuleres gennem en sigte med en maskevidde på 7 mm og tørres. Granulatet indeholder således 10% aktiv forbindelse.
20

Præparateksempel 9: Vandoverfladespredende væske på oliebasis

25 1 del forbindelse (15), 10 dele polyoxypropylenglycolmonoether og 89 dele petroleum sammenblandes, hvorved der fås en vandoverfladespredende væske på oliebasis.
30

30

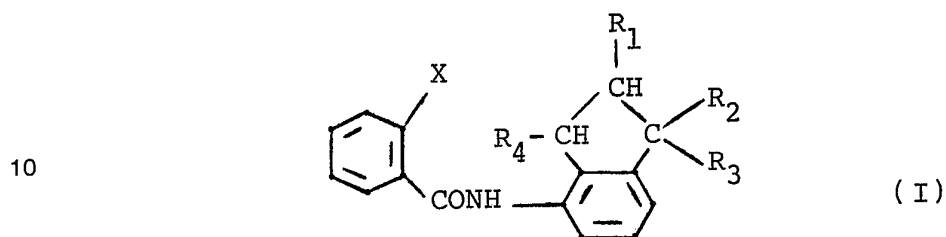
35

0

P a t e n t k r a v

1. Indanylbenzamidderivat, k e n d e t e g n e t ved,
at det har formlen

5



15

hvor X er en C₁-C₃-alkyl-, nitro- eller trifluormethyl
gruppe eller et halogenatom, og

R₁, R₂, R₃ og R₄, der er ens eller forskellige, hver
er et hydrogenatom eller en C₁-C₃-alkylgruppe.

20

2. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den er N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-methylbenzamid.

3. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den er N-4-indanyl-o-methylbenzamid.

4. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den er N-(1-methyl-4-indanyl)-o-trifluormethyl-
benzamid.

25

5. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den er N-(1,1-dimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethyl-
benzamid.

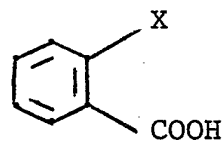
30

6. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den er N-(1,1,3-trimethyl-4-indanyl)-o-trifluormethyl-
benzamid.

7. Fremgangsmåde til fremstilling af en forbindelse
med formelen I ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved,
at et benzoesyrederivat med formelen

35

0

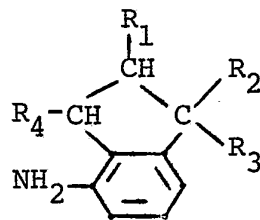


(II)

5

hvor X har den i krav 1 angivne betydning, eller et reaktionsdygtigt derivat deraf omsættes med et aminoindanderivat med formelen

10



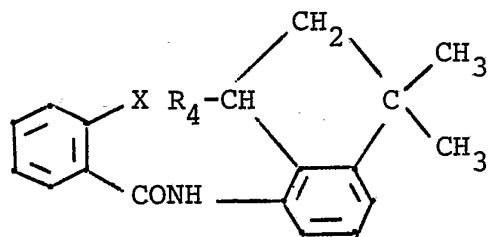
(III)

15

hvor R_1 , R_2 , R_3 og R_4 har den i krav 1 angivne betydning.

8. Fremgangsmåde til fremstilling af en forbindelse med formelen

20



(IV)

25

hvor X er en C_1 - C_3 -alkyl-, nitro- eller trifluormethyl-gruppe eller et halogenatom, og

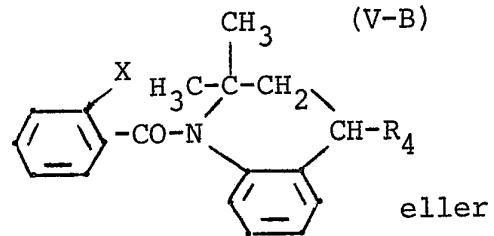
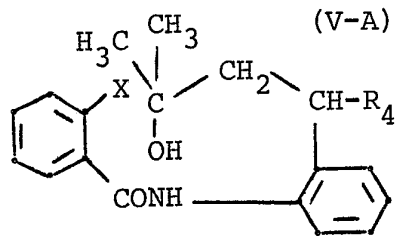
R_4 er et hydrogenatom eller en C_1 - C_3 -alkylgruppe, k e n - d e t e g n e t ved, at en forbindelse med formelen

30

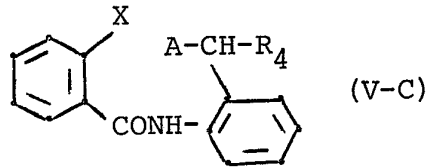
35

0

5



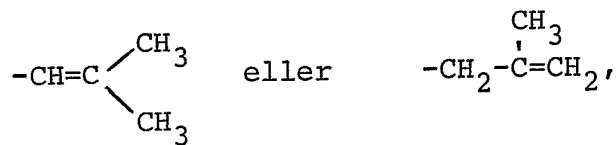
10



15

hvor X og R₄ har den ovenfor anførte betydning, og A er en gruppe med formelen

20



behandles med en syre.

9. Fungicidt middel, kendt ved, at det som aktiv bestanddel indeholder en forbindelse med formelen I ifølge krav 1 sammen med en bærer eller et fortyndingsmiddel derfor.

10. Fremgangsmåde til bekæmpelse af plantepatogene fungi, kendt ved, at der på det sted, hvor de befinder sig, påføres en fungicidt effektiv mængde af en forbindelse ifølge krav 1.

35