

(19) HU

# SZABADALMI LEÍRÁS

(11) (13)

## 198 119 B

MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL

(21) (45/87) (22) A bejelentés napja: 87. 01. 07.

A bejelentés elsőbbsége:

(33) CH

(32) 86. 01. 09.

(31) (37/86-4)

Nemzetközi  
osztályjelzet:

(51) Int. Cl.<sub>4</sub>:

A 01 N 43/88;

C 07 D 273/04

(41) (42) Közzététel napja: 87. 09. 28.

(45) A leírás megjelent: 90. 10. 31.



Feltaláló(k): (72)

dr. FAROOQ Saleem, Arisdorf, dr. KÜHNE Manfred, Pfeffingen, CH

Szabadalmas: (73)

Ciba-Geigy AG., Bazel, CH

### (54) HATÓANYAGKÉNT 1,3,5-OXADIAZIN-2-ON-SZÁRMAZÉKOKAT TARTALMAZÓ INSZEKTICID ÉS AKARICID KÉSZÍTMÉNY ÉS ELJÁRÁS HATÓANYAG ELŐÁLLÍTÁSÁRA

#### (57) KIVONAT

A találmány tárgya inszekticid és akaricid készítmény, amely hatóanyagként valamely (I) általános képletű 1,3,5-oxadiazin-2-on-származékot tartalmaz, továbbá eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására, ahol

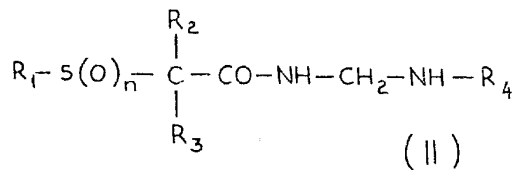
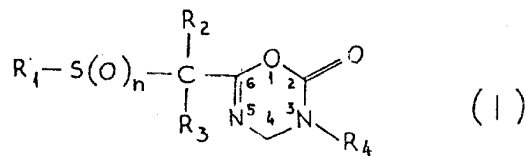
R<sub>1</sub> és R<sub>4</sub> jelentése egymástól függetlenül 1-8 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, 3-6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport, 3-4 szénatomot tartalmazó alkenilcsoport,

R<sub>2</sub> és R<sub>3</sub> jelentése egymástól függetlenül 1-4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, vagy

R<sub>2</sub> és R<sub>3</sub> együttes jelentése a hozzájuk kapcsolódó szénatommal együtt 3-6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport; és

n jelentése 0, 1 vagy 1.

Az (I) általános képletű vegyületeket a találmány értelmében úgy állítják elő, hogy valamely (II) általános képletű vegyületet foszgénnel gyűrűbe zárnak, vagy valamely (I) általános képletű vegyületet, ahol h jelentése 0 vagy 1, oxidálnak.



A találmány tárgya inszekticid és akaricid készítmény, amely hatóanyagként valamely (I) általános képletű, helyettesített 6-szulfenil-metil-, 6-szulfil-metil- vagy 6-szulfonil-metil-1,3,5-oxadiazin-2-on-származékot tartalmaz. A találmány tárgya továbbá eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására, ahol az (I) általános képletben

$R_1$  és  $R_4$  jelentése egymástól függetlenül 1–8 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, 3–6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport, vagy 3–4 szénatomot tartalmazó alkenilcsoport;  
 $R_2$  és  $R_3$  jelentése egymástól függetlenül 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, vagy pedig  
 $R_2$  és  $R_3$  együttes jelentése a hozzájuk kapcsolódó szénatommal együtt, 3–6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0, 1 vagy 2.

A jelen leírásban alkilcsoporton egyenes vagy elágazó szénláncú alkilcsoportokat értünk, ilyenek például a különböző szénatomszámú alábbi csoportok: metil-, etil-, propil-, butil-, pentil-, hexilcsoport és más, hasonló, valamint ezek izomerjei, mint például az izopropil-, izobutil-, tercier-butil-, izopentilcsoport és más, hasonló.

A kártevők ellen előnyösen használhatók az olyan készítmények, amelyek hatóanyagként valamely (I) általános képletű, ahol

$R_1$ – $R_4$  jelentése 1–3 szénatomot tartalmazó alkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0, 1 vagy 2, vegyületet tartalmaznak.

Biológiai hatásuk révén különösen értékesek továbbá azon készítmények, amelyek valamely (I) általános képletű, ahol

$R_1$  jelentése metilcsoport vagy etilcsoport;  
 $R_2$  és  $R_3$  jelentése metilcsoport;  
 $R_4$  jelentése 1–3 szénatomot tartalmazó alkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0 vagy 1, vegyületet tartalmaznak.

Az (I) általános képletű vegyületeket úgy állítjuk elő, hogy valamely megfelelően helyettesített, (II) általános képletű, ahol

$R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  és  $n$  jelentése a fenti.  
 N-amino-metil-acetamidot foszfénnel reagáltatva gyűrűbe zárunk.

Ez az eljárás oly módon is megvalósítható, hogy a (II) általános képletű vegyületet közvetlenül a reakcióelegyben, valamely (III) általános képletű, az 1,3,5-helyzetben megfelelően helyettesített hexahidro-triazinból és egy (IV) általános képletű acetamidból kiindulva állítjuk elő, majd ezután az így kapott (II) általános képletű vegyületet közvetlenül reagáltatják foszfénnel. A (III) és (IV) általános képletű vegyületekben  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  és  $n$  jelentése a fenti.

A fent említett gyűrűzárási reakciót úgy véghezvük, hogy a (II) általános képletű amino-metil-acetamidot  $-50^\circ\text{C}$  és  $+30^\circ\text{C}$  közötti hőmérsékleten, előnyösen egy bázis jelenlétében, és a reakcióban részt vevő reagensekkel szemben semleges oldószer és/vagy hígítószer jelenlétében foszfénnel reagáltatjuk, majd  $-15^\circ\text{C}$  és  $+120^\circ\text{C}$  közötti hőmérsékleten,

kívánt esetben nyomás alatt, előnyösen egy bázis jelenlétében elvégezzük a gyűrűzárási reakciót.

Hígítószerként vagy oldószerként használhatunk alifás vagy aromás szénhidrogéneket, például benzolt, toluolt, xilolokat vagy hexánt; halogénezett szénhidrogéneket, mint például kloroformot vagy diklórometánt; ketonokat, mint például acetont vagy metil-etil-ketont; nitrileket, mint például acetonitrilt; továbbá dimetil-formamidot vagy dimetil-szulfont; különösen alkalmas oldószeres és hígítószeres azonban a dietil-éter és az éterszerű vegyületek, mint például a dialkil-éterek, dioxán, tetrahidro-furán, 1,2-dimetoxi-etán, valamint a kétfázisú keverékek, például a benzol és víz kétfázisú keveréke. Bázisként különösen tercier aminokat, például trialkil-aminokat, piridint vagy piridin bázisokat használunk, de alkalmazhatunk nátrium-hidridet is, vagy pedig víz-tartalmú közeg esetén alkáli-fémek vagy alkáli-föld-fémek hidroxidjait vagy karbonátjait is.

Mint a fentiekben említettük, az (I) általános képletű vegyületek előnyösebben előállíthatók közvetlenül a (IV) általános képletű acetamidokból kiindulva, egy és ugyanazon edényben is. Ez az eljárás úgy hajtható végre, hogy a (IV) általános képletű acetamidot egy vízmentes sav, előnyösen egy halogén-hidrogénsav, például sósav jelenlétében, valamely semleges szerves oldószerben egy (III) általános képletű helyettesített triazinnal reagáltatják, majd ezután – a (II) általános képletű köztitermék elkülönítése nélkül – foszfénnel, előnyösen egy bázis jelenlétében, elvégzik a gyűrűzárási reakciót.

A találmány szerinti (I) általános képletű vegyületek előállítására szolgáló ezen különleges eljárás azzal az előnnyel jár, hogy ilyen körülmények között savakra érzékeny (II) általános képletű vegyületek is különösebb nehézség nélkül gyűrűbe zárhatók.

A (II), (III) és (IV) általános képletű kiindulási vegyületek ismertek, vagy a szokásos módon, önmagában ismert módszerekkel előállíthatók (lásd a 2 459 413 és 2 624 341 számú NSZK-beli nyilvánosságirahozatali iratokat; továbbá J. Agr. Food Chem., 18 (3), 454–458., 1970).

Ha a fent leírt eljárással 6-szulfenil-metil- vagy 6-szulfil-metil-származékokat, vagyis olyan (I) általános képletű vegyületeket állítunk elő, ahol

$n$  jelentése 0 vagy 1, akkor az így kapott vegyületeket önmagában ismert módszerekkel a megfelelő 6-szulfonil-metil-származékokká, vagyis olyan (I) általános képletű vegyületekké oxidálhatjuk, ahol  
 $n$  jelentése 2.

E célra oxidálószerként előnyösen peroxi-vegyületeket, például hidrogén-peroxidot vagy persavakat, mint például p-klór-perbenzoesavat vagy p-ecetsavat használhatunk. Analóg módon, az olyan (I) általános képletű vegyületeket, ahol

$n$  jelentése 0, olyan (I) általános képletű vegyületekké oxidálhatjuk, ahol  
 $n$  jelentése 1.

A 2 459 413 számú NSZK-beli nyilvánosságirahozatali iratból ismeretes, hogy a 3-as helyzetben, adott esetben alkilcsoporttal, alkoxi-alkil-csoporttal,

alkenilcsoporttal vagy cikloalkilcsoporttal helyettesített 6-fenil-1,3,5-oxadiazin-2-on-származékokat herbicid készítmények hatóanyagaként vagy kokkuszelenes szerekként lehet használni. Hasonló vegyületeket javasol állati takarmányok adalékanyagaiként a 630 245 számú svájci szabadalmi leírás. Továbbá, a 2 624 341 számú NSZK-beli nyilvánossághozatali irat ismerteti, hogy a 6-os helyzetben egy heterociklusos csoporttal helyettesített 1,3,5-oxadiazin-2-on-származékokat kokkuszek által kiváltott betegségek leküzdésére lehet használni.

A fentiekkel szemben, a jelen találmány szerinti (I) általános képletű vegyületek újak, a 3-as és 6-os helyzetben kétszeresen helyettesített 1,3,5-oxadiazin-2-on-származékok, amelyek jellemző szerkezeti eleme a 6-os helyzetű szulfenil-metil-, szulfinil-metil- vagy szulfonil-metil-csoport. Meglehető módon azt találtuk, hogy a jelen találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények – amellelt, hogy a növények jól tűrik ezeket, és a készítmények melegvérűekre kifejtett toxicitása igen csekély – kifejezetten hatásos inszekticid és akaricid szerek, és különösen rovarellenes szerek.

Az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények különösen alkalmasak a Lepidoptera-, Coleoptera-, Homoptera-, Heteroptera-, Diptera-, Thysanoptera-, Orthoptera-, Anoplura-, Siphonaptera-, Mallophaga-, Thysanura-, Isoptera-, Psocoptera- és Hymenoptera-rendhez tartozó rovarokkal, valamint az Akarina-rend képviselőivel szemben.

A jelen találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények jó inszekticid- és -akaricid hatása azt jelenti, hogy e készítmények az említett inszekticidek és akaricidek legalább 50–60%-át elpusztítják.

Amellett, hogy az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények nagyon előnyös hatást mutatnak legyekkel, mint például a *Musca domestica*-val, valamint szúnyogokkal szemben, e készítményeket elsősorban a haszonnövényeket és dísnövényeket károsító, a növények nedvét szívó vagy a növény részeit megrágó rovarok ellen használhatjuk. Az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények hatásosak a rovarok lárvá- és báb-állapotával szemben, különösen a növények bizonyos részeit megrágó, káros rovarok esetében. Különösen ki kell emelnünk az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítményeknek – például a gyümölcsféléket, rizst és zöldségféléket károsító kártevőkkel szemben megmutatózó – erős szisztémás (a szervezetbe bekerülve kifejtt) és kontakt (felületi érintkezés útján kifejtt) – hatását. Ha felnőtt rovarok szervezetébe a táplálékkal együtt (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények jutnak, akkor sok esetben, különösen Coleoptera-fajok, mint például *Anthonomus grandis* esetében a kártevő kevesebb petét rak le, és/vagy a bábokból kevesebb kifejlett rovar bújik ki. Ebben az összefüggésben ki kell emelnünk, hogy az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények igen kifejezett szisztémás és kontakt hatást fejtenek ki a növények nedvét szívó rovarokkal, és elsősorban az Aphididae-családdhoz tartozó rovarokkal (mint például *Aphis*

*fabae*, *Aphis craccivora* és *Myzus persicae*) szemben, amely rovarokat az ismert szerekkkel csak nehezen lehet elpusztítani. Ugyancsak sikerrel alkalmazhatjuk az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítményeket a növényeket károsító kabócákkal (mint például *Nilaparvata lugens*, *Laodelphax striatellus* és *Nephotettix*) szemben, különösen rizsföldeken.

Az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények hatásosak továbbá ektoparazitákkal (például *Lucilia sericata*), valamint a háziállatokon és haszonállatokon élősködő kullancsokkal szemben, így e készítményekkel kezelhetjük az állatokat, az istállókat vagy a mezőket.

Az (I) általános képletű vegyületeket változatlan formában, vagy előnyösen a készítmények előállításánál szokásosan alkalmazott segédanyagokkal együtt használjuk fel, és e célra e hatóanyagokat önmagában ismert módszerekkel, például emulgeálható koncentrátumokká, közvetlenül kipermetezhető vagy hígítható oldatokká, hígítható emulziókká, permetezhető porokká, oldható porokká, porozószerekké, granulátumokká vagy például polimer anyagok segítségével kialakított, kapszulázott készítménnyé alakítjuk. Az alkalmazási eljárást, például permetezést, porozást, porlasztást, kiszórást vagy szénontést, valamint az alkalmazott szer formáját a kívánt célnak, és az adott körülményeknek megfelelően választjuk meg.

A készítményeket, vagyis az (I) általános képletű hatóanyagokat, és valamely szilárd vagy cseppfolyós halmazállapotú adalékanyagot tartalmazó szerket, készítményeket vagy keverékeket önmagában ismert módszerekkel állíthatjuk elő, például oly módon, hogy a hatóanyagot töltőanyagokkal, például oldószerekkel, szilárd vivőanyagokkal és adott esetben felületaktív anyagokkal (tenzidekkel) alaposan összekeverjük és/vagy együtt megőröljük.

Oldószerként szóba jöhetnek például az aromás szénhidrogének, előnyösen a 8–12 szénatomot tartalmazó szénhidrogének, mint például a xilolok keverékei, a helyettesített naftalin-származékok, ftálsav-észterek, mint például a dibutil-ftalát vagy dioktil-ftalát, az alifás szénhidrogének, mint például a ciklohexán, paraffinok, alkoholok és glikolok, valamint ezek éterei és észterei, mint például az etanol, etilén-glikol, etilén-glikol-monometil- vagy -etil-éter, a ketonok, mint például a ciklohexanon, az erősen poláros oldószerek, mint például az N-metil-2-pirrolidon, dimetil-szulfoxid vagy dimetil-formamid, valamint az adott esetben epoxidált növényi olajok, mint például az epoxidált kókuszdió-olaj vagy szója-olaj, vagy pedig a víz.

Szilárd vivőanyagokként – például a porozószerek és a diszpergálható porok előállításához – általában természetes közetek őrleményeit használjuk, ilyenek például a kalcit, talkum, kaolin, montmorillonit és az attapulgit. A készítmény fizikai tulajdonságainak javítása céljából a keverékekhez hozzáadhatunk nagy diszperzításfokú kovasavakat vagy nagy diszperzításfokú, a nedvességet megkötő polimerizátumokat. A granulátumok készítéséhez használt, szemcsés, adszorptív vivőanyagok lehetnek

porózus típusú ilyen anyagok, mint például a kovakő, téglatörmelék, szepiolit és a bentonit, továbbá a nem adszorptív vívíányagok, például a kalcit és a homok. Ezenkívül használhatunk nagyszámú granulált szer-  
5 vetlen vagy szerves anyagot, például dolomitot vagy aprított növényi maradékokat is.

Felületaktív anyagokként a készítménnyé alakítani kívánt (I) általános képletű hatóanyag jellegétől füg-  
10 gően jó emulgeáló, diszpergáló és nedvesítő tulajdon-  
ságokkal rendelkező, nem-ionos, kationaktív és/vagy anionaktív tenzideket használhatunk. Tenzideken a jelen leírásban a tenzidek keverékeit is értjük.

Az alkalmas anionos tenzidek lehetnek akár az úgynevezett vízoldható szappanok, akár a vízoldható,  
15 szintetikus, felületaktív vegyületek is.

Szappanokként használhatjuk a magasabb szén-  
atomszámú (10–22 szénatomot tartalmazó) zsírsavak alkálifém-, alkáli-földfém- vagy adott esetben helyet-  
20 tesített ammónium-sóit, ilyenek például az olajsav és a sztearinsav nátrium-sója és kálium-sója, továbbá a – például a kókuszdió-olajból vagy állati zsíradék-  
ból nyerhető – természetes zsírsav-keverékek ilyen sói. A tenzidek sorában megemlítjük még a zsírsav-  
metil-aurin-sókat, valamint a módosított és nem módosított foszfolipideket.

Gyakrabban alkalmazzuk azonban az úgynevezett szintetikus tenzideket, különösen a zsírsav-szulfonátokat, a zsírsav-szulfátokat, a szulfonált benzimidazol-  
származékokat és az alkil-aril-szulfonátokat.

A zsírsav-szulfonátok és zsírsav-szulfátok általában alkálifém-, alkáli-földfém- vagy adott esetben helyet-  
25 tesített ammónium-sóik formájában vannak jelen, és általában tartalmaznak egy 8–22 szénatomot tartal-  
mazó alkilcsoportot, ahol ez az alkilcsoport az acil-  
csoport alkilrészében is lehet, ilyenek például a lignin-  
szulfonsav, a dodecil-kénsav-észterek vagy valamely természetes zsírsavból előállított zsíralkohol-szulfát-  
keverék nátrium- vagy kalcium-sója. Idetartoznak a zsíralkohol etilénoxid-adduktok kénsav-észterei, és az  
30 ezekből le származtatható szulfonsavak is. A szulfonált benzimidazol származékok előnyösen két szulfon-  
savcsoportot és egy – körülbelül 8–22 szénatomot tartalmazó – zsírsavrészt tartalmaznak. Az alkil-aril-  
szulfonátok például a dodecil-benzol-szulfonsav, a dibutil-naftalin-szulfonsav vagy a naftalin-szulfonsav és a formaldehid kondenzációs termékeinek nátrium-,  
45 kalcium- vagy trietanol-amin-sói. Szóbjöhetnek továbbá a megfelelő foszfátok is, például egy p-nonil-  
fenol-(4–14)-etilén-oxid-addukt foszforsav-észterének sói.

Nem-ionos tenzidekként elsősorban az alifás vagy cikloalifás alkoholok, telítetlen vagy telített zsí-  
savak és az alkil-fenolok poliglikol-éter-származékait használjuk, amelyek 3–30 glikol-éter-csoportot, az  
55 (alifás) szénhidrogéncsoportban 8–20 szénatomot, és az alkil-fenolok alkilrészében 6–18 szénatomot tartalmaznak. További alkalmas nem-ionos tenzidek a polipropilén-glikol polietilén-oxid adduktjai, ame-  
lyek vízben oldhatók, és 20–250 etilén-glikol-éter-  
csoportot és 10–100 propilén-glikol-éter-csoportot tartalmaznak; az etilén-diamin-polipropilén-glikol és az alkil-láncban 1–10 szénatomot tartalmazó alkil-  
60 propilén-glikolok. Az említett vegyületek propilén-

4

glikol-egységként általában 1–5 etilén-glikol-egység-  
get tartalmaznak. Nem-ionos tenzidekként szóba-  
jöhetnek például a nonil-fenol-polietoxi-etanolok, ricinusolaj-poliglikol-éterek, polipropilén-polietilén-  
oxid adduktok, tributil-fenoxi-polietoxi-etanol-szár-  
mazékok, polietilén-glikol és az oktil-fenoxi-poli-  
etoxi-etanol. További ilyen nem-ionos tenzidek a polioxi-etilén-szorbitán zsírsav-észterei, mint például  
5 a polioxi-etilén-szorbitán-triolát.

A kationos tenzidek elsősorban kvaterner ammó-  
nium-sók lehetnek, amelyek a nitrogénatom helyet-  
tesítőjeként legalább egy 8–22 szénatomot tartal-  
mazó alkilcsoportot tartalmaznak, és további helyet-  
tesítőként rövidszénláncú, adott esetben halogénezett  
10 alkilcsoportok, benzilcsoportok vagy rövidszénláncú, hidroxilcsoporttal helyettesített alkilcsoportok van-  
nak bennük jelen. A sók általában halogénidek, metil-  
szulfátok vagy etil-szulfátok, ilyenek például a sztearil-  
trimetil-ammónium-klorid és a benzil-di-(2-klór-etil)-  
20 etil-ammónium-klorid.

A készítmények előállításához használt, szokásos tenzideket többek között az alábbi művek írják le:

„Mc Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual” (Mc Cutcheon: Detergensek és emul-  
geálószeres évkönyve), kiadó: MC Publishing  
Corp., Ridgewood, New Jersey, 1979;

Dr. Helmut Stache: „Tensid Taschenbuch”  
30 (Tenzidek zsebkönyve), kiadó: Carl Hanser Verlag, München/Wien, 1981.

Az inszekticidok és akaricid készítmények általá-  
ban 0,001 és 95 t.% közötti mennyiségű (I) általános képletű hatóanyagot, 1 t.% és 95,0 t.% közötti meny-  
35 nyiségű szilárd vagy cseppfolyós halmazállapotú adalékanyagot és 0% és 25 t.% közötti, és különösen  
0,1 t.% és 20 t.% közötti mennyiségű tenzidet tartal-  
maz. Míg a kereskedelemben inkább töményebb szereket árulnak, a felhasználó általában hígított ké-  
szítményeket alkalmaz. ez utóbbiakban a hatóanyag koncentrációja lényegesen kisebb.

A készítmények tartalmazhatnak további adalék-  
anyagokat is, például stabilizálószereket, habzágatólók-  
45 kat, a viszkozitást szabályozó anyagokat, kötőanyagokat, a tapadást elősegítő szereket, valamint műtrá-  
gyákat és más hatóanyagokat, amelyekkel különleges hatásokat érhetünk el.

A jelen találmány szerinti, az (I) általános képletű vegyületek előállítására szolgáló eljárást a továbbiak-  
50 ban – a találmány oltalmi körének szűkítése nélkül – példákkal szemléltetjük.

### 1. példa

6-(1-Metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-  
3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on

[(Ia) képletű vegyület]

60 300 ml dimetoxi-etánba –30 °C hőmérsékleten bevezetünk 5 g gázalakú sósavat, majd az oldathoz hozzáadunk 6,4 g 1,3,5-triizopropil-hexahidro-tri-  
azint. Utána a reakcióelegyet – 20 °C hőmérsékleten  
65 tartva hozzáadunk 12 g α-metil-merkaptó-izovajsav-

amidot. Az elegyet 2,5 órán át szobahőmérsékleten keverjük, majd újra  $-20^{\circ}\text{C}$  hőmérsékletre hűtjük, és ezen a hőmérsékleten hozzácepegtetünk először 50 ml 20%-os toluolos foszgén-oldatot, majd 15 ml piridin és 30 ml dimetoxi-etán elegyét. Utána az elegyet 1 órán át szobahőmérsékleten keverjük, majd hozzácepegtetünk további 30 ml piridint, és végül az elegyet 4 órán át  $60^{\circ}\text{C}$  hőmérsékleten keverjük. Ezután a reakcióelegyet lehűtjük, az oldatlan részeket kiszűrjük, és a szűrletről az oldószert ledesztilláljuk. A kapott maradékot feloldjuk etil-acetátban, az oldatot kétszer vízzel, majd kétszer telített nátrium-klorid-oldattal kirázzuk, nátrium-szulfáton megszáritjuk, és az oldószert ledesztilláljuk. A maradékot feloldjuk hexánban, hozzáadunk kevés szilikagélt, a szilárd részeket kiszűrjük, és a szűrletről az oldószert ledesztilláljuk. Ily módon az (Ia) képletű cím szerinti vegyülethez (1. számú vegyület) jutunk, törésmutatója:  $n_D^{20} = 1,5028$ .

## 2. példa

6-(1-Metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on

[(Ib) képletű vegyület]

11,5 g, az 1. példában leírt módon előállított 6-(1-metil-1-metil-merkaptó-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-ont feloldunk 100 ml kloroformban, és az oldatot  $-10^{\circ}\text{C}$  hőmérsékletre hűtjük. Utána hozzácepegtetjük 9,5 g m-klór-perbenzoesav 120 ml kloroformmal készült oldatát, és az elegyet 1 órán át szobahőmérsékleten keverjük. Ezután az

5

oldószert ledesztilláljuk, és a maradékként kapott nyersteget etil-acetát és hexán 1:1 arányú elegyből átkristályosítjuk. Ily módon az (Ib) képletű cím szerinti vegyülethez (2. számú vegyület) jutunk, op.  $120-121^{\circ}\text{C}$ .

## 3. példa

10 6-(1-Metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on

[(Ic) képletű vegyület]

15 20,2 g 6-(1-metil-1-metil-merkaptó-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-ont feloldunk 100 ml kloroformban, és az oldatot  $0^{\circ}\text{C}$  hőmérsékletre hűtjük. A lehűtött oldathoz körülbelül 15 perc alatt hozzácepegtetünk 16 ml 40%-os perecetsav-oldatot, és hagyjuk, hogy eközben az elegy hőmérséklete körülbelül  $40^{\circ}\text{C}$ -ra emelkedjen. Ezután hozzáadunk további 16 ml 40%-os perecetsav-oldatot, és az elegyet további 10 órán át szobahőmérsékleten keverjük. Ezt követően a reakcióelegyet jeges vízre öntjük, a kloroformos részt leválasztjuk, vízzel készler mossuk, nátrium-szulfáton megszáritjuk, a szárítószert kiszűrjük, és a szűrletről az oldószert ledesztilláljuk. A maradékként kapott nyersteget kevés vízzel mossuk, és kálium-hidroxid fölött,  $40^{\circ}\text{C}$  hőmérsékleten megszáritjuk. Ily módon a kívánt (Ic) képletű, cím szerinti vegyületet (3. számú vegyület) kapjuk, op.:  $134-136^{\circ}\text{C}$ .

35

A fent leírt módon állítjuk elő az alábbi táblázatban megadott (I) általános képletű vegyületeket:

Vegyület száma	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	n	Fizikai állandók
4.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $86-87^{\circ}\text{C}$
5.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	1	op.: $84-89^{\circ}\text{C}$
6.	n-C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $33-34^{\circ}\text{C}$
7.	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $49-50^{\circ}\text{C}$
8.	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	1	op.: $66-68^{\circ}\text{C}$
9.	n-C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	1	tiszta olaj
10.	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $84-87^{\circ}\text{C}$
11.	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	1	op.: $76-78^{\circ}\text{C}$
12.	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	világosszínű olaj
13.	ciklohexil	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $68-70^{\circ}\text{C}$
14.	-CH <sub>2</sub> =CH-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $38-40^{\circ}\text{C}$
15.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,5051$
16.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	0	op.: $38-40^{\circ}\text{C}$
17.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,5522$
18.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	szekunter-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4929$
19.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	izo-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4989$
20.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	tercier-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4994$
21.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	n-C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4872$
22.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	ciklopropil	0	op.: $72-73^{\circ}\text{C}$
23.	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4982$
24.	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	0	$n_D^{20} = 1,4942$
25.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	2	
26.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	izo-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	1	
27.	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	0	op.: $61-63^{\circ}\text{C}$

5

A táblázat folytatása

Vegyület száma	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	n	Fizikai állandók
28.	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	
29.	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	2	
30.	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5151
31.	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	op.: 117-119 °C
32.	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	2	
33.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> --	0	
34.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> --	1	
35.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> --	2	
36.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	
37.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	
38.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	2	
39.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5189
40.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	op.: 96-98 °C
41.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	op.: 97-99 °C
42.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	
43.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	
44.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	
45.	CH <sub>3</sub> --	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	op.: 105-107 °C
46.	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,4919
47.	szekunder-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,4943
48.	izo-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	
49.	tercier-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	op.: 79-81 °C
50.	n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,4931
51.	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,4941
52.	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5065
53.	szekunder-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5071
54.	tercier-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	op.: 80-82 °C
55.	n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5039
56.	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5068
57.	szekunder-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5011
58.	izo-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5002
59.	tercier-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	op.: 78-82 °C
60.	n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,4994
61.	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	0	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5049
62.	szekunder-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5152
63.	izo-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5102
64.	tercier-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	op.: 101-103 °C
65.	n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5059
66.	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	1	op.: 60-62 °C
67.	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5100
68.	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	CH <sub>3</sub> --	CH <sub>3</sub> --	izo-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> --	1	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5068

## 4. példa (Formázás)

Az 1-3. példa szerinti, cseppfolyós halmazállapotú (I) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó készítmények (a %-érték tömeg%-ot jelent)

## 1. EMUGEÁLHATÓ KONCENTRÁTUMOK

	a)	b)	c)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)- 2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5- oxadiazin-2-on,			
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)- 3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5- oxadiazin-2-on vagy			

	a)	b)	c)
50 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)- 3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5- oxadiazin-2-on mint hatóanyag	25%	40%	50%
55 kalcium-dodecil-benzol- szulfonát	5%	8%	6%
ricinusolaj-polietilén-glikol-éter (36 mól-etilén-oxid)	5%	—	—
tributil-fenol-polietilén-glikol-éter (30 mól etilén-oxid)	—	12%	4%
60 ciklohexán	—	15%	20%
xilol-keverék	65%	25%	20%

E koncentrátumokból vízzel való hígítás útján előállíthatunk bármely, tetszés szerinti koncentrációjú emulziót.

## 2. OLDATOK

	a)	b)	c)	d)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	80 %	10 %	5 %	95 %
etilén-glikol-monometil-éter	20 %	—	—	—
polietilén-glikol MT 400	—	70 %	—	—
N-metil-2-pirrolidon	—	20 %	—	—
epoxidált kókuszdió-olaj	—	—	1 %	5 %
benzin (forrpont: 160–190 °C)	—	—	94 %	—

Ezeket az oldatokat igen kicsi cseppek formájában alkalmazhatjuk.

## 3. GRANULÁTUMOK

	a)	b)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on, 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	5 %	10 %
kaolin	94 %	—
nagy diszperzitásfokú kovasav	1 %	—
attapulgit	—	90 %

A hatóanyagot vagy a hatóanyag-kombinációt feloldjuk diklór-metánban, az oldatot rápermetezzük a hordozóra, majd az oldószert csökkentett nyomáson elpárologtatjuk.

## 4. POROZÓSZEREK

	a)	b)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on, 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	2 %	5 %
nagy diszperzitásfokú kovasav	1 %	5 %
talkum	97 %	—
kaolin	—	90 %

A vívőanyagokat alaposan összekeverjük a hatóanyaggal, így módon felhasználásra kész porozószert kapunk.

Az 1–3. példák szerinti, szilárd halmazállapotú (I) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó készítmények (a %-érték tömeg %-ot jelent).

## 5 1. PERMETEZHETŐ POROK

	a)	b)	c)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on, 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	25 %	50 %	75 %
nátrium-lignin-szulfonát	5 %	5 %	—
nátrium-lauril-szulfát	3 %	—	5 %
nátrium-diizobutil-naftalin-szulfonát	—	6 %	10 %
oktil-fenol-polietilén-glikol-éter (7–8 mól etilén-oxid)	—	2 %	—
nagy diszperzitásfokú kovasav	5 %	10 %	10 %
kaolin	62 %	27 %	—

A hatóanyagot alaposan összekeverjük az adalékanyagokkal, és a keveréket egy alkalmas berendezésben megőröljük. Így módon permetezhető porokat kapunk, amelyekből vízzel bármely, kívánt koncentrációjú szuszpenziót előállíthatunk.

## 2. EMULGEÁLHATÓ KONCENTRÁTUM

6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on, 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	10 %
oktil-fenol-polietilén-glikol-éter (4–5 mól etilén-oxid)	3 %
kalcium-dodecil-benzol-szulfonát	3 %
ricinusolaj-poliglikol-éter (36 mól etilén-oxid)	4 %
ciklohexanon	30 %
xilol-keverék	50 %

E koncentrátumból vízzel való hígítás útján előállíthatunk bármely, kívánt koncentrációjú emulziót.

## 3. POROZÓSZEREK

	a)	b)
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on, 6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy 6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on mint hatóanyag	5 %	8 %
talkum	95 %	—
kaolin	—	92 %

A felhasználásra kész porozószereket úgy állítjuk elő, hogy a hatóanyagot összekeverjük a hordozóval, és egy alkalmas berendezésben a keveréket megőröljük.

## 4. EXTRUDÁLT GRANULÁTUM

6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on,	
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy	5
6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on	
mint hatóanyag	10%
nátrium-lignin-szulfonát	2%
karboxi-metil-cellulóz	1%
kaolin	87%

A hatóanyagot összekeverjük az adalékanyagokkal, a keveréket megőröljük, és vízzel megnedvesítjük. Ezt a keveréket extrudáljuk, granuláljuk, majd levegő-áramban megszáritjuk.

## 5. A HATÓANYAGOT A SZEMCSÉK FELÜLETÉN TARTALMAZÓ GRANULÁTUM

6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on,	
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy	25
6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on	
mint hatóanyag	3%
polietilén-glikol (MT 200)	3%
kaolin	94%

A finomra őrölt hatóanyagot egy keverő berendezésben egyenletesen felvisszük a polietilén-glikollal megnedvesített kaolin felületére. Ily módon pormentes hatóanyagot a szemcsék felületén tartalmazó granulátumot kapunk.

## 6. SZUSZPENDÁLHATÓ KONCENTRÁTUM

6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-2-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on,	
6-(1-metil-1-metil-szulfenil-etil)-3-izopropil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on vagy	40
6-(1-metil-1-metil-szulfonil-etil)-3-metil-3,4-dihidro-2H-1,3,5-oxadiazin-2-on	
mint hatóanyag	40%
etilén-glikol	10%
nonil-fenol-polietilén-glikol-éter (15 mól etilén-oxid)	6%
nátrium-lignin-szulfonát	10%
karboxi-metil-cellulóz	1%
37%-os, vizes formaldehid-oldat	0,2%
szilikonolaj (75 %-os, vizes emulzió)	0,8%
víz	32%

A finomra őrölt hatóanyagot alaposan összekeverjük az adalékanyagokkal. Ily módon szuszpendálható koncentrátumot kapunk, amelyből vízzel való hígítás útján előállíthatunk bármely, kívánt koncentrációjú szuszpenziót.

## 5. példa

A hatás vizsgálata *Musca domestica*-val szemben

Frissen készített, lárvák tenyésztésére alkalmas CSMA-tápkeverékből 50–50 g-ot főzőpoharakba

8

mérünk. A főzőpoharakban levő tápkeverékhez pipettával hozzáadjuk a vizsgált hatóanyag 1 tömeg%-os acetonos oldatának olyan mennyiségét, hogy a hatóanyag-koncentráció 800 ppm legyen. A 0,08%-os szubsztrátumot összekeverjük, majd hagyjuk legalább 20 órán át állni, hogy ezalatt az aceton elpárologjon.

Ezután minden pohárba beleteszünk 25–25 db 1 napos *Musca domestica*-lárvát. A lárvák bebábozódása után a tápkeveréket vízzel kimoszuk, így a bábokat elkülönítjük, és szitaszóvettel lefedett edényekben tároljuk.

Ezután megszámloljuk a vízzel kimosott bábokat (így határozzuk meg a hatóanyagnak a lárvák fejlődésére gyakorolt toxikus hatását). 10 nap múlva megszámloljuk a bábokból kikelt, kifejtett legyeket.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek a fenti vizsgálatban 70–80%-os mortalitást mutatnak.

## 6. példa

A hatás vizsgálata *Lucilia sericata*-val szemben

9 ml tenyésztőközegben 50 °C hőmérsékleten hozzáadjuk 1 ml vizes, 0,5 t.% hatóanyagot tartalmazó készítményt. Utána a tenyésztőközeghez hozzáteszünk körülbelül 30, frissen kikelt *Lucilia sericata*-lárvát. 48 és 96 órával később meghatározzuk a rovarellenes hatást, oly módon, hogy megállapítjuk a lárvák elpusztulásának arányát.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek e vizsgálatban 70–80%-os hatást (mortalitást) mutatnak a *Lucilia sericata*-val szemben.

## 7. példa

A hatás vizsgálata *Aödes aegypti*-vel szemben

Egy edénybe bemérünk 150 ml vizet, és felületére pipettával ráviszunk a hatóanyag 0,1 t.%-os acetonos oldatának olyan mennyiségét, hogy a hatóanyag koncentrációja 800 ppm legyen. Az acetont elpárologtatása után az edénybe 30–40 db 2 napos *Aödes aegypti*-lárvát teszünk. A lárvák pusztulási arányát 2 és 7 nap múlva határozzuk meg.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek e vizsgálatban 20–90%-os hatást (mortalitást) mutatnak.

## 8. példa

Az *Anthonomus grandis* szaporodásának gátlása

25–25 kifejtett, de a kikelés után 24 óránál nem idősebb *Anthonomus grandis*-példányt rácsosfalú ketrecekbe helyezünk. A bogarakat tartalmazó ketreceket 5–10 másodpercre belemártjuk egy, 800 ppm vizsgálandó hatóanyagot tartalmazó acetonos oldatba. Száradás után a bogarakat a pázás és peterakás idejére lefedett, és táplálékot tartalmazó csészékbe he-

lyezzük. A lerakott petéket hetenként 2–3-szor folyóvízzel kinössük, megszámloljuk, 2–3 órára egy vizes fertőtlenítőszer-oldatba helyezve fertőtleníttük, majd a lárvák tenyésztésére alkalmas tápanyagot tartalmazó csészékben elteszük őket. Hét nap múlva meghatározzuk a peték %-os pusztulási arányát, vagyis azt, hogy hány lárvát kelt ki a félretett petékből.

A vizsgált hatóanyag szaporodásra gyakorolt hatásának időtartamát úgy határozzuk meg, hogy a bogarak petelerakását a továbbiakban is, vagyis körülbelül további 4 héten át figyelemmel kísérjük. Az eredményeket úgy értékeljük ki, hogy meghatározzuk a lerakott peték számának és az ezekből kikelt lárvák számának a csökkenését a kezeletlen kontroll-csoportokhoz képest.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek e vizsgálatban 70–80%-os hatást (mortalitást) mutatnak.

#### 9. példa

##### *A kontakt hatás vizsgálata Aphis craccivora-val szemben*

Cserépben nevelt, 4–5 napos borsó-csíránövényekre (*Vicia faba*) a kísérlet megkezdése előtt növényenként körülbelül 200 *Aphis craccivora*-példányt helyezünk. Az így kezelt növényeket 24 óra múlva 12,5 ppm vizsgálandó vegyületet tartalmazó vizes készítménnyel permetezzük be, mégpedig olyan mértékben, hogy a növényeken közvetlenül 0,00125% töménységben megjelenjenek a permetező készítmény cseppjei. Minden vegyületet két növényen vizsgálunk. A pusztulási arányt további 24 és 72 óra múlva értékeljük ki. A kísérletet 21–22 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma körülbelül 55%.

Az 1. és 2. példa szerinti, 1. illetve 2. számú vegyület e vizsgálatban 90–100%-os pusztulási arányt eredményez.

#### 10. példa

##### *Szisztémás hatást vizsgálata Aphis craccivora-val szemben (vízben)*

1–2 cm méretű borsó-csíránövényeket, amelyekre 24 órával a kísérlet megkezdése előtt levéltetveket telepítünk, beleállítjuk 20 ml olyan vizes készítménybe, amely a vizsgálandó vegyületet tartalmazza. A vizes készítményt a megfelelő hatóanyagot tartalmazó emulgeálható koncentrátumból vagy nedvesíthető porkészítményből állítjuk elő, és egy kilyuggatott, műanyag tetővel lefedett edénybe tesszük. A fertőzött borsónövények gyökereit a műanyag tető nyílásain keresztül belelógatjuk a készítménybe. A nyílásokat ezután vattával tömítjük, így rögzítjük a növényeket, és kizárjuk annak a lehetőségét, hogy a készítményből a gázfázisba kerülő hatóanyag kifejtsen hatását a levéltetvekre.

A kísérletet 20 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma 60%. Két nap múlva meghatározzuk azon kártevők számát, amelyek már nem képesek a növény nedvét szívni, és összehasonlítjuk a kezeletlen kontroll-csoporttal. Ezáltal meghatározzuk,

hogy a gyökerek által felvett hatóanyag megöli-e a növény felső részein levő levéltetveket.

Az 1. és 2. példa szerinti, 1. illetve 2. számú vegyület e kísérletben 12,5 ppm, illetve 0,75 ppm koncentrációban 90–100%-os pusztító hatást mutat az *Aphis craccivora*-val szemben.

#### 11. példa

##### *Kontakt hatás vizsgálata Myzus persicae-val szemben*

Körülbelül 4–5 napos, vízben nevelt borsó-csíránövényekre (*Vicia faba*) a kísérlet megkezdése előtt körülbelül 200–200 *Myzus persicae*-példányt telepítünk. Az így kezelt növényeket 24 órával később 50, illetve 100 ppm vizsgálandó vegyületet tartalmazó vizes szuszpenzióval közvetlenül permetezzük be, mégpedig olyan mértékben, hogy a permetezőcseppjei megjelenjenek a növényen. Minden vegyületet két növényen vizsgálunk. A pusztulási arányt a készítmény alkalmazása után 24 és 72 óra múlva határozzuk meg. A kísérletet 21–22 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma körülbelül 60%.

Az 1. és 2. példa szerinti, 1. illetve 2. számú vegyület e vizsgálatban 90–100%-os pusztulási arányt eredményez.

#### 12. példa

##### *Szisztémás hatás vizsgálata Myzus persicae-val szemben (talajban)*

4–5-leveles, gyökerező káposztanövényeket 60 cm<sup>3</sup> talajt tartalmazó cserépekbe ültetünk. Ezután a vizsgálandó vegyületeket 800 ppm koncentrációban tartalmazó vizes készítmény (amelyet 25% hatóanyagot tartalmazó, permetezhető porkészítményből állítunk elő) 50 ml térfogatú részletet öntjük közvetlenül a talajra, anélkül, hogy magát a növényt benedvesítsenék.

24 óra múlva a kezelt növényeknek a talaj fölötti részére a *Myzus persicae* fajhoz tartozó levéltetveket telepítünk, és a növényeket műanyag hengerekkel lefedjük, hogy a levéltetveket a vizsgálandó anyag közvetlen kontakt hatásától vagy gázhatásától megvédjük.

A pusztulási arányt a kísérlet kezdetétől számított 48 óra után határozzuk meg. Minden vegyületet két, külön cserépbe ültetett növényen vizsgálunk. Ezt a vizsgálatot körülbelül 25 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma 60%.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek a fenti kísérletben 80–90%-os hatást (mortalitást) mutatnak.

#### 13. példa

##### *A növények levelén átjutó hatóanyag hatásának vizsgálata Aphis craccivora-val szemben*

Egy körülbelül 8 cm magas műanyag pohárba (átmérő: körülbelül 6 cm) beleteszünk egy beleillő, kis *Vicia faba*-ágot, amelyet az *Aphis craccivora*-fajhoz

tartozó levéltetvekkel erősen megfertőzünk. A poharat lefedjük egy olyan műanyag tetővel, amelynek a közepére egy körülbelül 2 cm átmérőjű nyílást vágunk. Erre, a tetőbe vágott nyílásra illesztjük a Vicia faba-növény egyik levelét, anélkül azonban, hogy a levelet a pohárba tett növényről leválasztanánk. Ezután a levelet egy második, ugyancsak kivágott tetővel lefedjük, oly módon, hogy a két tető nyílása egymás fölé kerüljön. Így a pohárban levő levéltetvek a növénynek a nyílásba helyezett leveléhez alulról, az első fedő nyílásán át hozzáférnek. Ezután a levél felső oldalára ecsettel felvisszük a vizsgálandó hatóanyagot 800 ppm koncentrációban tartalmazó vizes készítményt. E vizsgálattal azt mutathatjuk ki, hogy a növény levelének felső oldalára felvitt hatóanyag kellő mértékben átdiffundál-e a levélen, hogy a levél alsó felszínére jutva megölje a növény nedvét szívó levéltetveket.

A vizsgálatot körülbelül 20 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma 60%. A pusztulási arányt a hatóanyag felvitele után 48 órával értékeljük ki.

Az 1–3. példák szerinti (I) általános képletű vegyületek e vizsgálatban 70–80%-os hatást (mortalitást) mutatnak.

#### 14. példa

##### *A hatás vizsgálata Diabrotica balteata-val szemben (talajban)*

350 ml talajt (amely 95 térfogat% homokból, és 5 térfogat% tőzegeből áll) összekeverünk 150 ml vizes emulziós készítménnyel, amely a vizsgálandó hatóanyagot 12,5 ppm koncentrációban tartalmazza. Ezután az így kezelt talajjal körülbelül 10 cm felső átmérőjű műanyag poharakat részben megtöltünk. Poharanként a talajba helyezünk 10–10, a harmadik lárvállapotban levő Diabrotica balteata-példányt, majd 3 kukorica-csíránövényt ültetünk a talajba, és utána a poharakat a talajjal feltöltjük. Az így megtöltött poharakat műanyag fóliával letakarjuk, és körülbelül 22 °C hőmérsékleten tartjuk. 10 nap múlva a poharakban levő talajt átszitáljuk, és megvizsgáljuk a visszamaradt lárvák pusztulási arányát.

Az 1. példa szerinti, 1. számú vegyület e vizsgálatban 80–100%-os hatást (pusztulási arányt) mutat.

#### 15. példa

##### *A hatás vizsgálata Diabrotica balteata-val szemben (vízben)*

5 db, 1–3 cm méretű kukorica-csíránövényt, valamint egy szűrőpapír-korongot belemártunk egy olyan vizes oldatba, amelyben a vizsgálandó hatóanyag koncentrációja 12,5 ppm, továbbá, amely körülbelül 4 térfogat% acetont is tartalmaz. A bemártott szűrőpapír-korongot behelyezzük egy 200 ml térfogatú műanyag pohár aljára, majd ráteszünk egy száraz

5

szűrőpapír-korongot, valamint a kukorica-csíránövényeket és a 10 db, a második vagy harmadik lárvállapotban levő Diabrotica balteata-lárvát. A kísérletet körülbelül 24 °C hőmérsékleten, természetes fényben végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma 40–60%. Az eredményeket 6 nap múlva értékeljük ki, kezeletlen kontroll-csoportokkal szemben.

10

Az 1. példa szerinti 1. számú vegyület e vizsgálatban 80–100%-os hatást (pusztulási arányt) mutat.

#### 16. példa

15

##### *A hatás vizsgálata Laudelphax striatellus és a Nilaparvata lugens lárváival szemben*

A vizsgálatot növekedő növényekkel végezzük. E célból 4–4 db, 8 mm vastag szárú és körülbelül 20 cm magas rizsnövényt 8 cm átmérőjű cserepekbe ültetünk.

20

A növényeket egy forgótálcán 100 ml, 400 ppm vizsgálandó hatóanyagot tartalmazó acetonos oldattal bepermetezzük. A permet megszáradása után minden növényre 20–20 db, harmadik állapotban levő lárvát telepítünk. Abból a célból, hogy a kártevők a növényen maradjanak, a növényeket egy üveghengerrel vesszük körül, amelynek felső nyílását fityolszövetrel lefedjük. A lárvákat a következő fejlődési állapot eléréséig, 10 napon át a kezelt növényeken tartjuk. A %-os pusztulási arányt 1, 4 és 8 nappal a kezelés után határozzuk meg.

25

Az 1. és 2. példa szerinti, 1. illetve 2. számú vegyület e vizsgálatban 400 ppm, illetve 200 ppm koncentrációban a Nilaparvata-lárvákkal szemben 80–100%-os hatást (pusztulási arányt) mutat.

30

A találmány szerinti, (I) általános képletű vegyületek e vizsgálatban a Laudelphax striatellus-lárvákkal szemben is jó hatást mutatnak.

35

40

#### 17. példa

45

##### *Szisztémás hatást vizsgálata a Nilaparvata lugens lárváival szemben*

A vizsgálatot növekedő, 10–14 napos rizsnövényeken végezzük; a növényeket 5,5 cm átmérőjű edényekben levő talajba ültetjük.

50

Az edényekben levő talajra 5 ml vizes emulziós készítményt öntünk, amely 12,5 ppm koncentrációban tartalmazza a vizsgálandó vegyületet. Egy hét múlva az így kezelt növényekre 20–20, az N3-állapotban levő Nilaparvata lugens-lárvát telepítünk. 6 nappal a lárvák telepítése után meghatározzuk a kártevők %-os pusztulási arányát, a kezeletlen kontroll-csoport-hoz képest.

55

A kísérletet körülbelül 23 °C hőmérsékleten végezzük, a levegő relatív nedvességtartalma 60%, és a napi megvilágítás időtartama 14 óra.

60

Az 1. és 2. példa szerinti, 1. illetve 2. számú vegyület e vizsgálatban 12,5 ppm koncentrációban 80–100%-os hatást (pusztulási arányt) mutat.

65

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás az (I) általános képletű, ahol  
 $R_1$  és  $R_4$  jelentése egymástól függetlenül 1–8 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, 3–6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport vagy 3–4 szénatomot tartalmazó alkenilcsoport;  
 $R_2$  és  $R_3$  jelentése egymástól függetlenül 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport, vagy  
 $R_2$  és  $R_3$  együttes jelentése, a hozzájuk kapcsolódó szénatommal együtt, 3–6 szénatomot tartalmazó cikloalkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0, 1 vagy 2,  
 vegyületek előállítására, *azzal jellemezve*, hogy valamely (II) általános képletű, ahol  
 $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $n$  jelentése a fenti,  
 vegyületet foszgénnel reagáltatunk,  
 és kívánt esetben,  
 egy olyan (I) általános képletű vegyület előállítására, amelyben  $n$  értéke 1 vagy 2, egy (I) általános képletű vegyületet, amelyben  $n$  értéke 0, oxidálunk,  
 vagy  
 egy olyan (I) általános képletű vegyület előállítására, amelyben  $n$  értéke 2, egy (I) általános képletű vegyületet, amelyben  $n$  értéke 1, oxidálunk.
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, ahol  
 $R_1$  jelentése 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport;  
 $R_2$  és  $R_3$  jelentése metilcsoport;  
 $R_4$  jelentése 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0, 1 vagy 2,  
*azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.
3. A 2. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, ahol  
 $R_1$  jelentése metilcsoport vagy etilcsoport;  
 $R_2$  és  $R_3$  jelentése metilcsoport;  
 $R_4$  jelentése 1–3 szénatomot tartalmazó alkilcsoport; és  
 $n$  jelentése 0 vagy 1,  
*azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

4. A 3. igénypont szerinti eljárás az (Ia) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

5. A 3. igénypont szerinti eljárás az (Ib) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

6. A 2. igénypont szerinti eljárás az (Ic) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

7. A 3. igénypont szerinti eljárás az (Id) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

8. A 3. igénypont szerinti eljárás az (Ie) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

9. A 3. igénypont szerinti eljárás az (If) képletű vegyület előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a megfelelően helyettesített (II) általános képletű kiindulási anyagot alkalmazzuk.

10. Inszekticid és akaricid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,00125–95 tömeg% mennyiségben (I) általános képletű vegyületet – amelyben  $R_1$ – $R_4$  jelentése 1–3 szénatomos alkilcsoport és  $n$  értéke 0, 1 vagy 2 –,  
 valamint

a) emulzió-koncentrátumok esetében oldószereket, előnyösen xilol-keveréket és emulgeátorokat, előnyösen tributil-fenol-poliglükolétert,

b) oldatok esetében oldószereket, előnyösen etilenglikol-monometilétert,

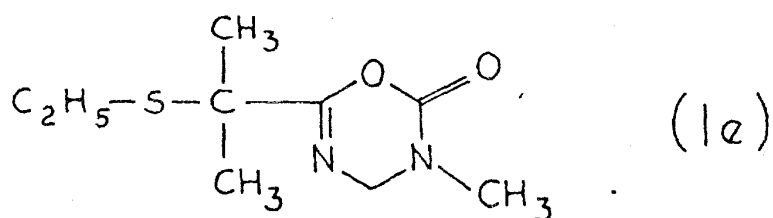
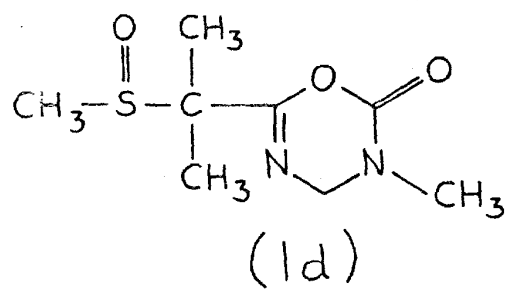
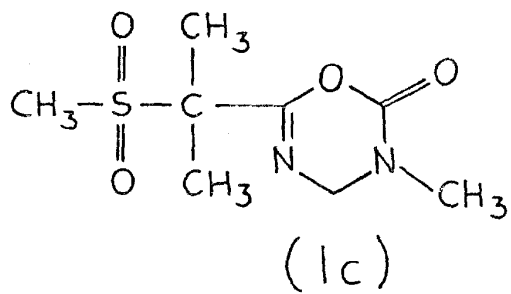
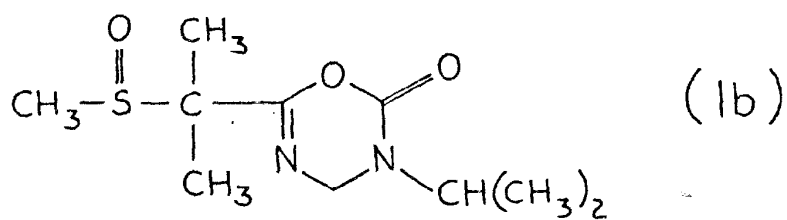
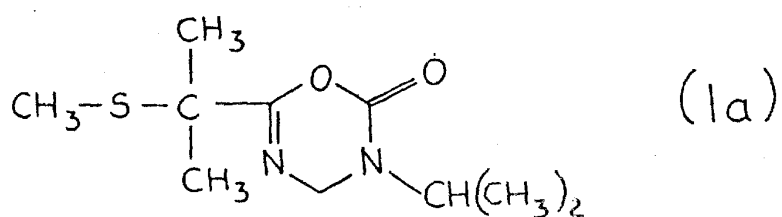
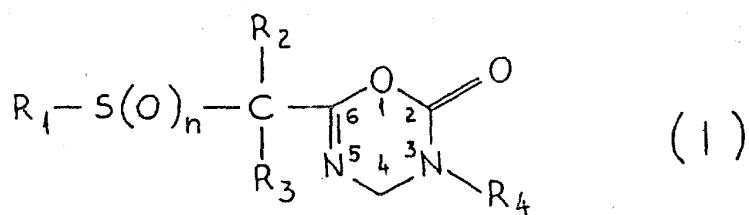
c) granulátumok esetében vivőanyagokat, előnyösen attapulgitot,

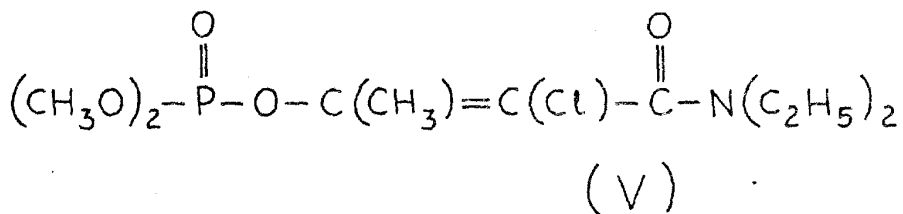
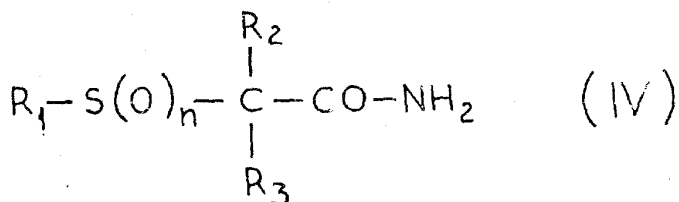
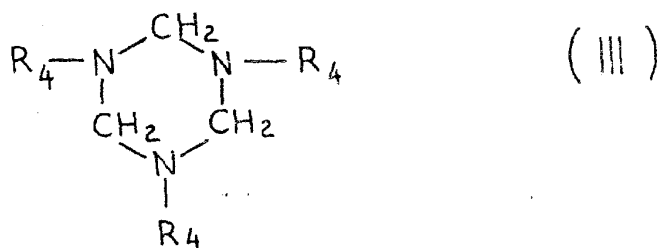
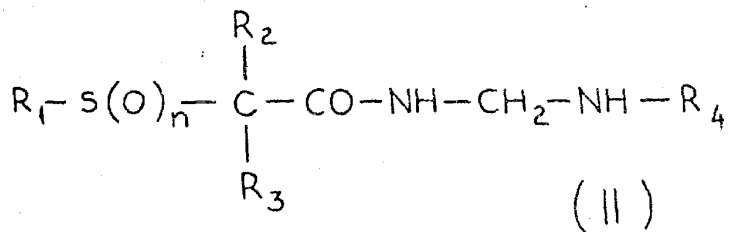
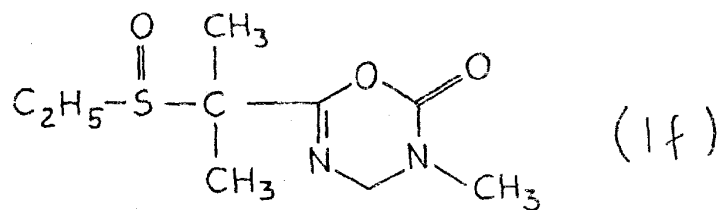
d) porozószerkezetek esetében vivőanyagokat, előnyösen talkumot,

e) permetezhető porok esetében vivőanyagokat, előnyösen kaolint és anionos tenzideket, előnyösen Na-lauril-szulfátot,

f) permetezhető porok esetében anionos tenzideket, előnyösen Na-diizobutil-naftalinszulfonátot, és

g) szuszpenzió-koncentrátumok esetében anionos tenzideket, előnyösen Na-ligninszulfonátot tartalmaz.





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

Antikva Kft.