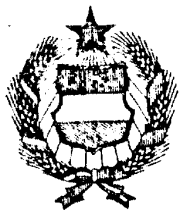


# SZABADALMI LEÍRÁS

(19) HU

MAGYAR  
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL

(11)

**196029**

**B**  
Nemzetközi  
osztályjelzet:  
(51) NSZO,

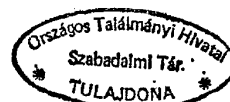
A 01 N 43/48  
A 01 N 43/40  
C 07 D 401/06

A bejelentés napja: (22) 85.04.12. (21) 1372/85.

A bejelentés elsőbbsége: (33) JP:  
(32) 84.04.13., 84.06.29.  
(31) (Sho-59-72966), (Sho-59-132943)

A közzététel napja: (41)(42) 86.02.28.

Megjelent: (45) 1989. 06. 12.



Feltaláló(k): (72)

Shiokawa Kozo, Kanagawa-ken, Tsuboi Shinichi, Kagabu  
Shinzo, Moriya Koichi, Tokió, JP

Szabadalmas: (71)

Nihon Tokushu Noyaku Seizo K.K., Tokió, JP

(54)

Hatóanyagként nitro-metilén-származékokat tartalmazó  
inszekticid szerek és eljárás nitro-metilén-származékok előállítására

(57)KIVONAT

A találmány szerinti készítmények hatóanyagainak  
(I) általános képletében

R jelentése hidrogénatom,

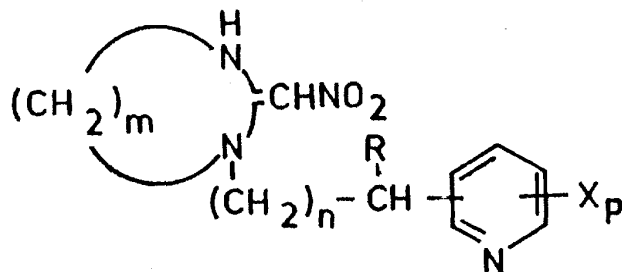
X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-  
csoport, 1-4 szénatomos alkoxycsoport, 1-4 szénato-  
mos alkil-tio-csoport vagy fenoxycsoport,

n értéke 0 vagy 1,

m értéke 2 vagy 3,

p értéke 1.

A találmány szerinti eljárással további (I) általános  
képletű vegyületek is előállíthatók.



A találmány tárgya hatóanyagként nitro-metilén-származékokat tartalmazó inszekticid szerek és eljárások nitro-metilén-származékok előállítására.

A találmány tárgya közelebbről inszekticid szerek, melyek hatóanyagként olyan nitro-metilén-származékokat tartalmaznak, amelyek (I) általános képletében

R jelentése hidrogénatom,

X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-csoport, 1-4 szénatomos alkoxics csoport, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoport vagy fenoxics csoport,

n értéke 0 vagy 1,

m értéke 2 vagy 3,

p értéke 1.

A találmány tárgya továbbá eljárás olyan nitro-metilén-származékok előállítására, melyek (I) általános képletében

R jelentése hidrogénatom,

X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-csoport, 1-4 szénatomos alkoxics csoport, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoport, fenilcsoport vagy fenoxics csoport,

n értéke 0 vagy 1,

m értéke 2 vagy 3,

p értéke 1 vagy halogénatom esetében 1 vagy 2.

A fenti nitro-metilén-származékok előállítása során úgy járunk el, hogy valamely (II) általános képletű vegyületet, a képletben R, X, p, m és n jelentése a fenti, (III) általános képletű vegyülettel reagáltatunk, a képletben R' jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, benzilcsoport vagy két R' együtt etilencsoportot képez.

Az (I) általános képletű nitro-metilén-származékok előállítása során alkalmazott (II) általános képletű vegyületek szintén újak.

A (II) általános képletű vegyületek az alábbi eljárással állíthatók elő:

Valamely (IV) általános képletű vegyületet, a képletben R, X, p és n jelentése a fenti, Y jelentése halogénatom, (V) általános képletű vegyülettel reagáltatunk, amelyben m jelentése a fenti.

A (IV) általános képletű vegyületek ismertek vagy ismert eljárásokkal előállíthatók.

A 25.14.402. számú NSZK-beli közrebocsátási iratból ismert, hogy az (A) általános képletű 2-(nitro-metilén)-imidazolin-származékok és 2-(nitro-metilén)-hexahidropiridin-származékok inszekticid hatással rendelkeznek. Az (A) általános képletben n értéke 2, R<sub>1</sub> jelentése alkilrészben 1 vagy 2 szénatomos fenil-alkil-csoport, R<sub>2</sub> és R<sub>3</sub> jelentése hidrogénatom.

A 25.14.402. számú NSZK-beli közrebocsátási irat külön kiemeli az (A-1) képletű vegyületet.

A 27.32.660. számú NSZK-beli közrebocsátási iratból ismert, hogy a (B) általános képletű 1-(szubsztituált benzil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-származékok inszekticid hatással rendelkeznek. A 27.32.660. számú NSZK-beli közrebocsátási irat külön kiemeli a (B-1) képletű vegyületet.

Azt tapasztaltuk, hogy az (I) általános képletű vegyületek alacsony felhasználási mennyiségek esetén is lényegesen jobb hatást mutatnak, mint az idézett iratokban ismertetett (A-1) és (B-1) ismert vegyületek, amelyek szerkezetileg és hatástaniilag hasonló vegyületek. Azt tapasztaltuk továbbá, hogy az (I) általános képletű vegyületek jó eredménnyel felhasználhatók olyan káros rovarok irtására, amelyek szer-

ves foszfáttípusú és karbamát-típusú inszekticidok hosszantartó alkalmazása következtében rezisztenssé váltak, ebben a vonatkozásban ki kell emelni a szivórovarokat, elsősorban a Hemiptera rendbe tartozó rovarokat, így az afidákat, világító kabócákat és egyéb kabócákat.

Az új hatóanyagok előnye, hogy jelentős rovarirtó hatásuk ellenére sem fitotoxikusak a kultúrnövényekkel szemben. A hatóanyagok további előnye, hogy a kártevők széles köre ellen felhasználhatók, így a szivórovarok, harapórovarok és más növényparaziták, valamint a tárolt termékek kártevői és az egészséget veszélyeztető kártevők irtására. Példaként említhetők a következő kártevők:

Coleoptera rendbe tartozó rovarok:

Callosobruchus chinensis, Sitophilus zeamais, Tribolium castaneum, Epilachna vigintioctomaculata, Agriotes fuscicollis, Anomala rufocuprea, Leptinotarsa decemlineata, Diabrotica spp., Monochamus alternatus, Lissorhoptus oryziphilus és Lyctus brunneus.

Lepidoptera rendbe tartozó rovarok:

Lymantria dispar, Malacosoma neustria, Pieris rapae, Spodoptera litura, Mamestra brassicae, Chilo suppressalis, Pyrausta nubilalis, Ephestia cautella, Adoxophyes orana, Carpocapsa pomonella, Agrotis fucosa, Galleria mellonella, Plutella maculipennis és Phyllocnistis citrella.

Hemiptera rendbe tartozó rovarok:

Nephotettix cincticeps, Nilaparvata lugens, Pseudococcus comstocki, Unaspis yanonensis, Myzus persicae, Aphis pomi, Aphis gossypii, Rhopalosiphum pseudobrassicae, Stephanitis nashi, Nazara spp., Cimex lectularius, Trialeurodes vaporariorum és Psylla spp.

Orthoptera rendbe tartozó rovarok:

Blatella germanica, Periplaneta americana, Grylotalpa africana és Locusta migratoria migratoriolodes.

Isoptera rendbe tartozó rovarok:

Deucotermes speratus és Coptotermes formosanus.

Diptera rendbe tartozó rovarok:

Musca domestica, Aedes aegypti, Hylemia platura, Culex pipiens, Anopheles sinensis és Culex tritaeniorhynchus.

Az új hatóanyagok az állatgyógyászat területén is felhasználhatók káros állati paraziták (endo- és ektoparaziták), így rovarok és férgek irtására. Példaként említhetők a következő állati paraziták: Gastrophilus spp., Stomoxys spp., Trichodectes spp., Rhodnius spp. és Ctenocephalides canis.

A felsorolt kártevők ellen peszticid hatással rendelkező vegyületeket a találmány területén belül inszekticidoknak nevezzük.

Az (I) általános képletű nitro-metilén-származékok egyszerű módon, például az alábbi eljárás segítségével előállíthatók.

Az eljárás az A reakcióvázlattal szemléltethető. A megadott képletekben

R, X, p, m, n és R' jelentése a fenti.

Az általános képletekben

R jelentése hidrogénatom,

X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-csoport, 1-4 szénatomos alkoxics csoport, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoport, fenilcsoport vagy fenoxics csoport,

port.

A halogénatom lehet fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom,

n értéke 1 vagy halogénatom esetében 1 vagy 2,

m értéke előnyösen 2 vagy 3,

n értéke 0 vagy 1,

R' jelentése előnyösen 1–4 szénatomos alkilcsoport.

Az (I) általános képletű vegyületek előállítására során kiindulási anyagként használt (II) általános képletű vegyületekre példaként említhetők a következő vegyületek:

N-(5-metil-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-metil-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(6-metil-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(6-metil-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(4-metil-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(4-metil-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(5-etil-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-butil-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(3-klór-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-klór-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-klór-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(3,5-diklór-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-fluor-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(6-bróm-2-piridil-metil)-etilén-diamin, N-2-(5-etil-2-piridil)-etil-trimetilén-diamin, N-(5-metil-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-metil-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-metil-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-fenil-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-fenil-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-klór-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-klór-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(5-klór-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-klór-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(5-bróm-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(5-bróm-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-bróm-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-bróm-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(5-fluor-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-fluor-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-2-(2-fluor-5-piridil)-etil-etilén-diamin, N-(2,4-diklór-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2,6-diklór-3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2,4-dibrom-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2,4-difluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-metoxi-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-metoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-metoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-izopropoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-izopropoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-fenoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-fenoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-/metil-tio/3-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-/metil-tio/5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-/metil-tio/5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-/etil-tio/5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(4-klór-2-fluor-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2,3-diklór-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-klór-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-klór-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-fluor-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-fluor-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2,6-diklór-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2,6-difluor-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-metil-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-metil-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(2-bróm-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2,6-dibrom-4-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2,6-diklór-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-(3-klór-2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(3-bróm-2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-klór-3-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin, N-(2-klór-5-piridil-me-

til)-etilén-diamin, N-2-(2-klór-5-piridil)-etil-etilén-diamin, N-(2-klór-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin, N-2-(2-klór-5-piridil)-etil-trimetilén-diamin, N-(2-klór-5-piridil-metil)-tetrametilén-diamin.

A további kiindulási anyagként használt (III) általános képletű vegyületekre példaként adhatók meg az 1-nitro-2,2-bisz(metil-tio)-etilén, az 1-nitro-2,2-bisz(etil-tio)-etilén.

A fenti eljárás tipikus példáját ábrázolja az A.1. reakcióvázlat.

A találmány szerinti eljárás során előnyösen oldószer vagy hígítószer jelenlétében dolgozunk. Erre a célra felhasználható bármely inert oldószer vagy hígítószer. Példaként említhetők a következők: víz, alifás, aliciklusos és aromás szénhidrogének (amelyek adott esetben klórozva lehetnek), például hexán, ciklohexán, petroléter, ligroin, benzol, toluol, xilol, metilén-klorid, kloroform, szén-tetraklorid, etilén-klorid, triklór-etilén, klór-benzol, továbbá éterek, így dietil-éter, metil-etil-éter, diizopropil-éter, dibutil-éter, propilén-oxid, dioxán és tetrahidrofuran, ketonok, így acetone, metil-etil-keton, metil-izopropil-keton és metil-izobutil-keton, nitrilek, így acetónitril, propionitril és akril-nitril, alkoholok, így metanol, etanol, izopropanol, butanol és etilenglikol, észterek, így etil-acetát és amil-acetát, savamidok, így dimetil-formamid és dimetil-acetamid, szulfonok és szulfoxidok, így dimetil-szulfoxid, valamint szulfolán, továbbá bázisok, így piridin.

A reakcióhőmérséklet széles határok között változtatható. Általában mintegy  $-20^{\circ}\text{C}$  és az oldószer forráspontja közötti, előnyösen mintegy  $0^{\circ}\text{C}$  és  $100^{\circ}\text{C}$  közötti hőmérsékleten dolgozunk. A reakció megvalósítható légköri nyomáson is, de dolgozhatunk annál alacsonyabb vagy magasabb nyomáson is.

Az (I) általános képletű vegyületek előállíthatók az AA reakcióvázlatban ábrázolt eljárásváltozattal is. A megadott képletekben R, X, p, m és n jelentése a fenti, Y jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-oxi- vagy aril-szulfonil-oxi-csoport.

A kiindulási vegyületeként alkalmazott (II) általános képletű vegyületek előállíthatók például a B reakcióvázlattal szemléltetett eljárás segítségével.

A megadott képletekben R, X, p, m, n és Y jelentése a fenti.

Y előnyös jelentése halogénatom, így fluor-, klór- vagy jódatom.

A (II) általános képletű vegyületek előállítására során kiindulási anyagként használt (IV) általános képletű vegyületekre példaként említhetők a következő vegyületek:

5-metil-2-piridil-metil-klorid, 6-metil-2-piridil-metil-klorid, 4-metil-2-piridil-metil-klorid, 5-etil-2-piridil-metil-klorid, 5-butil-2-piridil-metil-klorid, 3-klór-2-piridil-metil-klorid, 5-klór-2-piridil-metil-klorid, 3,5-diklór-2-piridil-metil-klorid, 5-fluor-2-piridil-metil-klorid, 6-bróm-2-piridil-metil-klorid, 2-(5-etil-2-piridil)-etil-klorid, 5-metil-3-piridil-metil-klorid, 2-metil-5-piridil-metil-klorid, 2-fenil-5-piridil-metil-klorid, 2-klór-3-piridil-metil-klorid, 5-bróm-3-piridil-metil-klorid, 2-bróm-5-piridil-metil-klorid, 5-fluor-3-piridil-metil-klorid, 2-fluor-5-piridil-metil-klorid, 2-bróm-4-piridil-metil-klorid, 2,4-diklór-5-piridil-metil-klorid, 2,5-diklór-5-piridil-metil-klorid, 2,4-dibrom-5-piridil-metil-klorid, 2,4-difluor-5-piridil-metil-klorid, 2-metoxi-3-

-piridil metil-klorid, 2-metoxi-5-piridil-metil-klorid, 2-etoxi-5-piridil-metil-klorid, 2-izopropoxi-5-piridil-metil-klorid, 2-fenoxi-5-piridil-metil-klorid, 2-(metil-tio)-3-piridil-metil-klorid, 2-(metil-tio)-5-piridil-metil-klorid, 2-(etil-tio)-5-piridil-metil-klorid, 4-klór-2-fluor-5-piridil-metil-klorid, 2,3-diklór-5-piridil-metil-klorid, 2-klór-4-piridil-metil-klorid, 2-fluor-4-piridil-metil-klorid, 2,6-diklór-4-piridil-metil-klorid, 2,6-difluor-4-piridil-metil-klorid, 2-metil-4-piridil-metil-klorid, 2-bróm-4-piridil-metil-klorid, 2,6-dibróm-4-piridil-metil-klorid, 3-klór-2-fluor-5-piridil-metil-klorid, 3-bróm-2-fluor-5-piridil-metil-klorid, 2-klór-3-fluor-5-piridil-metil-klorid, 2-klór-5-piridil-metil-klorid, 2-(2-klór-5-piridil)-etil-klorid.

A fenti kloridok helyett alkalmazhatók a megfelelő bromidok is.

További kiindulási anyagként alkalmazott (V) általános képletű vegyületekre példaként megnevezhetők az etilén-diamin, trimetilén-diamin.

A fenti eljárás tipikus példáját ábrázolja a B.1. reakcióvázlat.

A fenti eljárás megvalósítható oldószer vagy hígítószert jelenlétében is, amelynek során az (I) általános képletű vegyületek előállítására szolgáló eljárás ismertetése során megadott oldószereket és hígítószereket alkalmazzuk.

A fenti eljárás megvalósítható savmegkötőszer jelenlétében is. Savmegkötőszerként előnyösen alkalmazhatók az alkálifém-hidroxidok, -karbonátok, -hidrogén-karbonátok és -alkoholátok, valamint terc-aminok, így trietil-amin, dietil-anilin vagy piridin.

Az eljárás során a reakcióhőmérséklet az (I) általános képletű vegyületek előállítására szolgáló eljárás ismertetése során megadott határok között változtatható. A reakció megvalósítható légköri nyomáson, vagy annál magasabb, vagy alacsonyabb nyomáson is.

Azok a (II) általános képletű vegyületek, amelyek képletében n értéke 0, a fenti eljárás mellett előállíthatók a BA reakcióvázlattal ábrázolt eljárásváltozattal is.

A megadott képletekben X, R, p és m jelentése a fenti.

Mint a fenti reakcióvázlatból látható, a (II') általános képletű vegyületek előállíthatók, ha (VII) általános képletű piridin-aldehid-származékok, illetve piridil-alkil-keton-származékok és (V) általános képletű vegyületek reakciójával nyert imineket redukálószerrel, így nátrium-bór-hidriddel kezelünk. ?

Azok a (II) általános képletű vegyületek, amelyek képletében R jelentése hidrogénatom és n értéke 0, a fentiekben kívül előállíthatók a BB reakcióvázlattal ábrázolt eljárásváltozattal is. A megadott képletekben X, p és m jelentése a fenti.

Mint a fenti reakcióvázlatból látható, a (II'') általános képletű vegyületek előállíthatók, ha (VIII) általános képletű piridil-karbonil-származékok és (V) általános képletű vegyületek reakciójával előállított nikotinsav-amid-származékokat vagy pikolinsav-amid-származékokat redukálószerrel, így lítium-alumínium-hidriddel kezelünk.

Azok a (II) általános képletű vegyületek, amelyek képletében R jelentése hidrogénatom, n értéke 0, és m értéke 3, a fentiekben kívül előállíthatók a BC reakcióvázlattal ábrázolt eljárásváltozattal. A megadott képletekben X és p jelentése a fenti.

Mint a fenti reakcióvázlat mutatja, a (II''') általános

5 nos képletű vegyületek előállíthatók, ha (IX) általános képletű vegyületek és akrilnitril adduktumát a BA eljárásváltozattal analóg módon redukáljuk. A BC eljárásváltozattal előállítható például az N-(2-klór-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin.

10 Azok a (II) általános képletű vegyületek, amelyek képletében m értéke 2, a fentiekben kívül előállíthatók a BD reakcióváltozattal ábrázolt eljárásváltozattal is. A megadott képletekben R, X, p és n jelentése a fenti. Mint a fenti reakcióvázlatból látható, a (II''') általános képletű vegyületek előállíthatók a (X) általános képletű piridil-alkil-amin-származékok és etilén-imin reakciójával.

15 Az (I) általános képletű vegyületek előfordulhatnak sók formájában is. A só lehet például szervesetlen só, szulfonát, szerves sav sója és fémsó. Példaként említhetők a következő sók:

20 1-(2-klór-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-tetrahidropirimidin-hidroklorid, 1-(2-klór-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-tetrahidropirimidin-p-toluol-szulfonát, 1-(2-klór-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-hidroklorid, valamint az 1-(2-klór-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-réz(II)-acetát, 1-(2-bróm-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-tetrahidropirimidin-hidroklorid, 1-(2-metoxi-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-hidroklorid, 1-(2-fluor-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-p-toluol-szulfonát, 1-(2-bróm-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-tetrahidropirimidin-réz(II)-acetát, 1-(3-bróm-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolidin-szukcinát.

30 Az új hatóanyagok inszekticidként felhasználhatók különböző készítmények formájában, amelyeket mezőgazdaságilag alkalmazható segédanyagok felhasználásával az agrokemikáliáknál szokásos eljárással állíthatjuk elő. Ezeket a készítményeket vagy közvetlenül vagy vízzel a kívánt koncentrációra történő hígítás után alkalmazzuk.

35 A találmány szerinti készítményekben segédanyagokként felhasználhatók hígítószerek (oldószerek vagy hordozóanyagok), felületaktív anyagok (oldásközvetítők, emulgeátorok, diszpergálószerek vagy nedvesítőszerek), stabilizátorok, tapadást növelő anyagok, aeroszol hajtóanyagok.

40 Oldószerként felhasználhatók a víz és szerves oldószerek, például szénhidrogének, így n-hexán, petroléter, kőolajfrakciók, például paraffinviaszok, kerozin, könnyűolaj, középolaj, és nehézőolaj, továbbá benzol, toluol vagy xilol, halogénezett szénhidrogének, így metilén-klorid, szén-tetraklorid, etilén-klorid, etilén-dibromid, diklór-benzol és kloroform, alkoholok, így metanol, etanol, propanol és etilén-glikol, éterek, így dietil-éter, etilén-oxid és dioxán, alkoholéterek, így etilén-glikol-mono-metil-éter, ketonok, így aceton és izoforon, észterek, így etil-acetát és amid-acetát, amidok, így dimetil-formamid és dimetil-acetamid, továbbá szulfoxidok, így dimetil-szulfoxid.

50 Hordozóanyagként felhasználhatók szervesetlen porok, például oltott mész, magnézium-karbonát, gipsz, kalcium-karbonát, szilícium-dioxid, perlit, horzsakő, kalcit, diatómaföld, amorf szilícium-dioxid, alumínium-oxid, zeolit és agyagásványok, így pirofillit, talkum, montmorillonit, bidelit, férmikulit, kaolinit, csillám, továbbá ásványi porok, így porított gabonaszár, keményítő és keményítőszármazékok, cukor, glükóz és aprított növényi száraz, továbbá szín-

60

tetikus gyanták, például fenolgyanták, nitrogéngyanták és vinil-klorid-gyanták porai.

Felületaktív anyagokként használhatók anionos felületaktív anyagok, így alkil-szulfonsav-észterek, így nátrium-lauril-szulfát, aril-szulfonsavak, például alkil-aril-szulfonsav-sók, borostyánkősav-sók és poli(etilén-glikol)-alkil-aril-éterek kénsav-észtereinek sói, valamint kationos felületaktív anyagok, így alkil-aminok, például lauril-amin, sztearil-trimetil-ammonium-klorid és alkil-dimetil-benzil-ammonium-klorid, valamint poli(oxi-etilén)-alkil-aminok, végül nemionos felületaktív anyagok, így poli(oxi-etilén)-glikol-éter, például poli(oxi-etilén)-alkil-aril-éter és ennek kondenzációs termékei, poli(oxi-etilén)-glikol-észter, például poli(oxi-etilén)-zsírsav-észter és többértékű alkoholok észterei, például poli(oxi-etilén)-szorbitán-monolaurát, valamint amfoterm felületaktív anyagok.

Segédanyagként használhatók továbbá stabilizátorok, tapadást növelő szerek, így mezőgazdasági szappanok, kazeinmész, nátrium-alkinát, poli(vinil-alkohol), vinil-acetát-típusú és akril ragasztóanyagok, aeroszol hajtógázok, például triklór-fluor-metán, diklór-fluor-metán, 1,2,2-triklór-1,1,2-trifluor-etán, klór-benzol, cseppfolyósított földgáz és rövidszénláncú éterek, füstölőszereknél égésszabályozó anyagok, például nitritek, cinkpor és dician-diamid, oxigénleadó anyagok, például klorátok, hatáshosszabbító anyagok, diszperzió-stabilizátorok, például kazein, tragant, karboxi-metil-cellulóz és poli(vinil-alkohol).

A találmány szerinti készítmények a hatóanyagokból az agrokemikáliák területén szokásos eljárásokkal állíthatók elő. Ezek a készítmények lehetnek emulgeálható koncentrátumok, olajos készítmények, nedvesíthető porok, oldható porok, szuszpenziók, porozószerke, granulátumok, füstölőszerek, tabletták, aeroszolok, paszták és kapszulák.

A találmány szerinti készítmények 0,1–40 tömeg%, előnyösen 0,5–40 tömeg% hatóanyagot tartalmaznak.

A gyakorlati felhasználáshoz mintegy 0,0001–20 tömeg%, előnyösen 0,005–10 tömeg% hatóanyagot tartalmazó felhasználásra kész készítményt használunk.

A hatóanyag szükséges mennyiségét a készítmény típusa, az alkalmazás módja, ideje, helye és célja, valamint az irtandó rovarok állapota határozza meg.

A találmány szerinti készítmények egyéb hatóanyagokkal, így inszekticidekkel, fungicidekkel, nematocidekkel, vírus elleni szerekkel, herbicidekkel és növényi növekedésszabályozókkal, csalogatóanyagokkal, például szerves foszfátvegyületekkel, karbamátvegyületekkel, ditio- vagy ditio-karbamátokkal, szerves klórvegyületekkel, dinitrovegyületekkel, szerves kén- vagy fémvegyületekkel, antibiotikumokkal, szubsztituált difeniléterekkel, karbamid-származékokkal és triazin-vegyületekkel, valamint trágyázószerekkel keverhetők.

A találmány szerinti készítményeket a szokásos módon alkalmazzuk, például permetezéssel, így folyadék permetezésével, ködösítéssel, granulátum szét-szórásával, öntözéssel, füstöléssel, a talaj kezeléssel, például a készítményt a talajjal elkeverjük, vagy arra öntözzük vagy permetezzük, továbbá felületkezeléssel, például rétegezéssel, takarással, vagy por felviteléssel, illetve merítéssel, vagy csalogatóanyag formájában. A találmány szerinti készítmények

felhasználhatók az úgynevezett Ultra-Low-Volume eljárással is.

5 A talaj felületegységére vonatkoztatott felhasználási mennyiség mintegy 0,03–10 kg/hektár, előnyösen mintegy 0,3–6 kg/hektár. Ez az érték az adott igényektől függően változtatható.

10 A találmány lényegét közelebbről az alábbi példák világítjuk meg anélkül, hogy az oltalmi kör a megadott példákra korlátozódna.

### 1. példa

15 N-(2-klór-5-piridil-metil)-etilén-diamin előállítás

20 16,2 g 2-klór-5-piridil-metil-kloridot 30 ml acetonitrilben oldva 1 óra alatt szobahőmérsékleten cseppenként 18 g etilén-diamin 100 ml acetonitrilben felvett oldatához adagolunk. A reakcióelegyet 1 órán keresztül szobahőmérsékleten, majd 2 órán keresztül 40 °C hőmérsékleten kevertetjük. Ezután az acetonitrilt csökkentett nyomáson lepároljuk. A maradékot éterrel elegyítjük és az oldhatatlan sót leszűrjük. Ezután az éter és a felesleges etilén-diamint csökkentett nyomáson lepároljuk. Így 16 g N-(2-klór-5-piridil-metil)-etilén-diamint kapunk szintelen olaj formájában,  $n_D^{20} = 1,5627$ .

### 2. példa

30 N-(2-bróm-5-piridil-metil)-etilén-diamin előállítás

35 25 g 2-bróm-5-piridil-bromidot acetonitrilben oldva 0 °C hőmérsékleten cseppenként 30 g etilén-diamin 80 ml acetonitrilben felvett oldatához adagolunk. A reakcióelegyet rövid ideig szobahőmérsékleten kevertetjük, majd az oldhatatlan sót leszűrjük, a szűrletet 40 °C hőmérsékletű vízfürdőn koncentráljuk. Így 22 g N-(2-bróm-5-piridil-metil)-etilén-diamint kapunk,  $n_D^{20} = 1,5586$ .

### 3. példa

45 N-(2-metil-5-piridil-metil)-etilén-diamin előállítás

50 12,1 g 6-metil-pikolin-aldehidet 24 g etilén-diamin 200 ml vízmentes dioxánban felvett oldatához adagolunk. A reakcióelegyet 3 órán keresztül szobahőmérsékleten kevertetjük. Ezután a reakcióelegyet felforraljuk és a Schiff-bázist eredményező reakció teljes tétele érdekében 120 ml oldószerkeletet desztillálunk le, amely dioxánból és a keletkezett vízből áll. A maradék reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük és kis részletekben 7,6 g nátrium-bórhidridet adunk hozzá. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet 8 órán keresztül szobahőmérsékleten kevertetjük. Ezután a folyékony részeket vákuumban ledesztilláljuk, a maradékhoz jeges vizet adunk, a terméket kloroformmal kiextraháljuk, és az extraktumot bepároljuk. Így 8,3 g N-(2-metil-6-piridil-metil)-etilén-diamint kapunk. Forráspont 127–129 °C/0,13 mbar.

196.029

## 4. példa

N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin  
előállítás

5

9,6 g 2-etoxi-5-piridil-metil-klorid-hidrokloridot vizes oldat formájában 0–5 °C közötti hőmérsékleten cseppenként 11,1 g trimetil-diamin és 22 g 20%-os, vizes nátrium-hidroxid oldat elegyéhez adagolunk. A reakcióelegyet rövid ideig szobahőmérsékleten kevertjük, majd a vizet és a felesleges trimetilén-diamint

10

csökkentett nyomáson ledesztilláljuk, a keletkezett szervesen só leszűrése után a visszamaradó viszkózus-olajos terméket vákuumban desztilláljuk. Így 6,3 g N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamint kapunk. Forráspont: 134–135 °C/0,11 mbar.

## 5. példa

Az 1., 2. vagy 4. példában leírt módon állíthatók elő a következő táblázatban felsorolt (II) általános képletű vegyületek:

Képlet-szám	m	n	R	A piridil-csoport kapcsolódási helye	X <sub>p</sub>	Fizikai állandók / törésmutató, forráspont:
II-1	2	0	H	2-	5-CH <sub>3</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5397
II-2	3	0	H	2-	5-CH <sub>3</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5348
II-18	3	0	H	5-	2-CH <sub>3</sub>	134–135 °C/0,13 mbar
II-20	2	0	H	3-	2-Cl	n <sub>D</sub> <sup>25</sup> = 1,5575
II-27	3	0	H	5-	2-Br	n <sub>D</sub> <sup>16</sup> = 1,5581
II-29	2	0	H	5-	2-F	118–120 °C/0,13 mbar
II-30	3	0	H	5-	2-F	120–122 °C/0,13 mbar
II-39	2	0	H	5-	2-OCH <sub>3</sub>	142–144 °C/0,13 mbar
II-42	2	0	H	5-	2-fenoxi	n <sub>D</sub> <sup>27</sup> = 1,5845
II-43	3	0	H	5-	2-fenoxi	n <sub>D</sub> <sup>27</sup> = 1,5775
II-45	2	0	H	5-	2-SCH <sub>3</sub>	130–131 °C/0,09 mbar
II-46	3	0	H	5-	2-SCH <sub>3</sub>	143–145 °C/0,13 mbar
II-68	3	0	H	5-	2-Cl	n <sub>D</sub> <sup>22</sup> = 1,5562

## 6. példa

Az 1., 2. vagy 4. példában leírt módon állíthatók elő a következő táblázatban felsorolt (II) általános képletű vegyületek:

Képletszám	Vegyület neve
II-3	N-(6-metil-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-4	N-(6-metil-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-5	N-(4-metil-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-6	N-(4-metil-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-7	N-(5-etil-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-8	N-(5-butil-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-9	N-(3-klór-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-10	N-(5-klór-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-11	N-(5-klór-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-12	N-(3,5-diklór-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-13	N-(5-fluor-2-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-14	N-(6-bróm-2-piridil-metil)-etilén-diamin
II-15	N-(2-(5-etil-2-piridil)-etil)-trimetilén-diamin
II-16	N-(5-metil-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-17	N-(2-metil-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-18	N-(2-metil-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-19	N-(2-fenil-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-20	N-(2-klór-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-21	N-(2-klór-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-22	N-(5-klór-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-23	N-(5-klór-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-24	N-(5-bróm-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-25	N-(5-bróm-3-piridil-metil)-trimetilén-diamin

II-26	N-(2-bróm-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-27	N-(2-bróm-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-28	N-(5-fluor-3-piridil-metil)-etilén-diamin II-29
II-29	N-(2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-30	N-(2-fluor-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-31	N-(2-(2-fluor-5-piridil)-etil)-etilén-diamin
II-32	N-(2,4-diklór-6-piridil-metil)-etilén-diamin
II-33	N-(2,6-diklór-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-34	N-(2,4-dibrom-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-35	N-(2,4-difluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-36	N-(2-metoxi-3-piridil-metil)-trimetil-diamin
II-37	N-(2-metoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-38	N-(2-metoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-39	N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-40	N-(2-etoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-41	N-(2-izopropoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-42	N-(2-fenoxi-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-43	N-(2-fenoxi-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-44	N-(2-(metil-tio)-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-45	N-(2-(metil-tio)-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-46	N-(2-(metil-tio)-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-47	N-(2-(etil-tio)-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-48	N-(4-klór-2-fluor-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-49	N-(6-klór-2-metil-3-piridil-metil)-etilén-diamin
II-50	N-(2-klór-4-metil-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-51	N-(2,3-diklór-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-52	N-(2-klór-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-53	N-(2-klór-4-piridil-metil)-trimetil-trimetilén-diamin
II-54	N-(2-fluor-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-55	N-(2-fluor-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-56	N-(2,6-diklór-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-57	N-(2,6-difluor-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-58	N-(2-metil-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-59	N-(2-metil-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-60	N-(2-bróm-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-61	N-(2,6-dibrom-4-piridil-metil)-etilén-diamin
II-62	N-(2,6-diklór-4-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-63	N-(3-klór-2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-64	N-(3-bróm-2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-65	N-(2-klór-3-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-66	N-(2-klór-5-piridil-metil)-etilén-diamin
II-67	N-(2-(2-klór-5-piridil)-etil)-etilén-diamin
II-68	N-(2-klór-5-piridil-metil)-trimetilén-diamin
II-69	N-(2-(2-klór-5-piridil)-etil)-trimetilén-diamin

A következő példák a (II) általános képletű vegyületek előállítása során kiindulási vegyületként használt és részben új (IV) általános képletű vegyületek szintézisét mutatják be.

1a) példa

77 g 15%-os metil-merkaptán-nátriúmsót 15,8 g 6-klór-nikotinsav 22 g 20%-os, vizes nátrium-hidroxid oldatban felvett oldatához adunk. A reakcióelegyet 10 órán keresztül 70–80 °C közötti hőmérsékleten kevertetjük. Lehűlés után semlegesítjük, majd a keletkezett csapadékot szűrjük, végül kloroformból átkristályosítjuk. Így 15,3 g 6-(metil-tio)-nikotinsavat kapunk, olvadáspont: 186–188 °C.

1b) példa

23,8 g tionil-kloridot, 15,3 g 6-(metil-tio)-nikotinsavhoz (előállítás az 1a) példa szerint) adagolunk. A

45 reakcióelegyet kevertetés közben lassan felforraltuk, majd visszafolyatás közben a hidrogén-klorid fejlődés befejeződéséig forraljuk. A felesleges tionil-klorid csökkentett nyomáson végzett ledesztillálásával sztöchiometrikus mennyiségben kapjuk a 6-(metil-tio)-nikotinoil-kloridot. Ezt éterben feloldjuk, majd 0–10 °C közötti hőmérsékleten 6,5 g nátrium-bór-hidrid 20%-os, vizes oldatát csepegtetjük hozzá. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet 1 órán keresztül kevertetjük, majd az éterfázist leválasztjuk és szárítjuk. Az éterfázist csökkentett nyomáson bepárologjuk. Így 9,6 g 2-(metil-tio)-piridin-5-metanolt kapunk,  $n_D^{20} = 1,6084$ .

1c) példa

50 7,7 g tionil-kloridot szobahőmérsékleten 7,8 g 2-(metil-tio)-piridil-5-metanol (előállítás az 1b) példa szerint) 30 ml kloroformban felvett elegyéhez adagolunk. Rövid ideig kevertetjük, majd a folyékony ré-

60

szeket csökkentett nyomáson ledesztilláljuk. Így sztöchiometrikus mennyiségben 10,4 g 2-(metil-tio)-5-(klór-metil)-piridin-hidrokloridot kapunk, olvadáspont: 127–130 °C.

Az 1a), 1b) és 1c) példákban leírt módon állíthatók elő a következő vegyületek:

1a) példa szerinti eljárás:

6-etoxi-nikotinsav, olvadáspont: 187–190 °C.

6-fenoxi-nikotinsav, olvadáspont: 167–168 °C.

1b) példa szerinti eljárás:

2-metoxi-piridin-5-metanol (előállítva az ismert 6-metoxi-nikotinsavból), forráspont: 95–96 °C/0,67 mbar,

2-etoxi-piridin-5-metanol, forráspont: 97–98 °C/10,53 mbar,

2-fenoxi-piridin-5-metanol,  $n_D^{25} = 1,5960$

2,6-diklór-piridin-4-metanol (előállítva az ismert 2,6-diklór-izonikotinsavból), olvadáspont: 135–136 °C,

2-klór-piridin-4-metanol (előállítva az ismert 2-klór-izonikotinsavból), olvadáspont: 64–66 °C.

1c) példa szerinti eljárás:

2-metoxi-5-klór-metil-piridin, forráspont 98–99 °C/6,7–8 mbar,

2-etoxi-5-klór-metil-piridin, forráspont: 68–70 °C/11,33 mbar,

2-fenoxi-5-klór-metil-piridin,  $n_D^{27} = 1,6088$

2,6-diklór-4-klór-metil-piridin, olvadáspont: 52–53 °C,

2-klór-4-klór-metil-piridin, forráspont: 129–130 °C/40 mbar.

#### 7. példa

A 68. számú vegyület előállítása

18,6 g N-(2-klór-5-piridil-metil)-etilén-diamint és 16,5 g 1-nitro-2,2-bisz(metil-tio)-etilént 100 ml metanolban szobahőmérsékleten kevertetjük. A reakcióelegyet kevertetés közben lassan felmelegítjük és 50 °C hőmérsékleten tovább kevertetjük, metil-merkaptán fejlődésének befejezéséig. Ezután a reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük és a kapott kristályokat szűrjük. Így 19 g 1-(2-klór-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolint kapunk halványsárga kristályok formájában, olvadáspont 165–166 °C.

#### 8. példa

Az 1. számú vegyület előállítása

1,7 g N-(2-fluor-5-piridil-metil)-etilén-diamint és 1,7 g 1-nitro-2,2-bisz(metil-tio)-etilént 10 ml etanolban szobahőmérsékleten kevertetünk. Ezután a reakcióelegyet kevertetés közben lassan felforraljuk és visszafolytatás közben tovább kevertetjük. A metil-merkaptán fejlődésének befejeződéséig tovább foly-

tatjuk a kevertetést. Szobahőmérsékletre történő lehűlés után a kristályokat leszűrjük és szárítjuk. Így 1,7 g 1-(2-fluor-5-piridil-metil)-2-(nitro-metilén)-imidazolint kapunk világossárga kristályok formájában, olvadáspont 139–142 °C.

#### 9. példa

A 7. és 8. példában leírt módon állíthatók elő a következő (I) általános képletű vegyületek:

Képlet- szám	m	n	R	A piridil- csoport kapcsoló- dási helye	X <sub>p</sub>	Fizikai állandók (olvadáspont °C)
20	2	0	H	2-	5-CH <sub>3</sub>	130–132
	3	0	H	2-	5-CH <sub>3</sub>	145–146
	4	0	H	2-	6-Br	176–178
	5	0	H	5-	2-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	171–173
	6	0	H	5-	2-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	177–179
25	7	0	H	5-	2-fenoxi	179–180
	8	0	H	5-	2-fenoxi	185–187
	9	0	H	5-	2-F	149–151
	10	0	H	3-	2-Cl	201–204
	11	0	H	3-	5-Br	180–182
	12	0	H	3-	5-Br	192–195
30	13	0	H	5-	2-Br	167–170
	14	0	H	5-	2-Br	193–195
	15	0	H	4-	2-Cl	177–179
	16	0	H	4-	2-Cl	219–222
	17	0	H	4-	2,6-Cl <sub>2</sub>	258–260
35	18	0	H	2-	6-CH <sub>3</sub>	191–194
	19	0	H	2-	6-CH <sub>3</sub>	202–204
	20	0	H	2-	5-Cl	145–147
	21	0	H	2-	5-Cl	161–162
	22	0	H	5-	2-CH <sub>3</sub>	120–124
	23	0	H	5-	2-CH <sub>3</sub>	138–140
40	24	0	H	5-	2-SCH <sub>3</sub>	125–126
	25	0	H	5-	2-SCH <sub>3</sub>	137–139
	26	0	H	4-	2-Cl	228–230
	27	0	H	5-	2-OCH <sub>3</sub>	159–161
	28	0	H	5-	2-fenil	196–198
45	29	0	H	5-	2-Cl	184–186

#### 10. példa

Az alábbi táblázatban megadott (I) általános képletű vegyületek az 1–6. példák alapján előállított (II) általános képletű vegyületekből és az alábbi (III–1) (III–2), (III–3), (III–4) jelű vegyületekből állíthatók elő a 7. és 8. példában leírt módon.

(III–1) 1-nitro-2,2-bisz(metil-tio)-etilén,

(III–2) 1-nitro-2,2-bisz(etil-tio)-etilén

55



196.029

Képletsz.	Vegyület	Vegyület	m	n	R	A piridin- csoport kap- csolódási he- lye	X <sub>p</sub>
30.	II-21	III-1	3	0	H	3-	2-Cl
31.	II-38	III-2	3	0	H	5-	2-OCH <sub>3</sub>
32.	II-5	III-1	2	0	H	2-	4-CH <sub>3</sub>
33.	II-6	III-1	3	0	H	2-	4-CH <sub>3</sub>
34.	II-7	III-2	2	0	H	2-	5-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
35.	II-8	III-1	2	0	H	2-	5-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -n
36.	II-12	III-3	2	0	H	2-	3,5-Cl <sub>2</sub>
37.	II-13	III-2	3	0	H	2-	5-F
38.	II-15	III-4	3	1	H	2-	5-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
39.	II-16	III-2	2	0	H	3-	5-CH <sub>3</sub>
40.	II-19	III-2	3	0	H	5-	2-fenil
41.	II-22	III-3	2	0	H	3-	5-Cl
42.	II-23	III-1	3	0	H	3-	5-Cl
43.	II-28	III-1	2	0	H	3-	5-F
44.	II-31	III-2	2	1	H	5-	2-F
45.	II-32	III-3	3	0	H	5-	2,4-Cl <sub>2</sub>
46.	II-33	III-1	2	0	H	3-	2,6-Cl <sub>2</sub>
47.	II-34	III-2	2	0	H	5-	2,4-Br <sub>2</sub>
48.	II-35	III-2	2	0	H	5-	2,4-F <sub>2</sub>
49.	II-36	III-1	3	0	H	3-	2-OCH <sub>3</sub>
50.	II-41	III-1	2	0	H	5-	2-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -izo
51.	II-44	III-2	2	0	H	3-	2-SCH <sub>3</sub>
52.	II-47	III-2	2	0	H	5-	2-SC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
53.	II-48	III-1	3	0	H	5-	4-Cl, 2-F
54.	II-51	III-2	2	0	H	5-	2,3-Cl <sub>2</sub>
55.	II-54	III-4	2	0	H	4-	2-F
56.	II-55	III-4	3	0	H	4-	2-F
57.	II-57	III-1	3	0	H	4-	2,6-F <sub>2</sub>
58.	II-58	III-1	2	0	H	4-	2-CH <sub>3</sub>
59.	II-59	III-1	3	0	H	4-	2-CH <sub>3</sub>
60.	II-60	III-2	2	0	H	4-	2-Br
61.	II-61	III-1	2	0	H	4-	2,6-Br <sub>2</sub>
62.	II-62	III-2	3	0	H	4-	2,6-Cl <sub>2</sub>
63.	II-63	III-1	2	0	H	5-	2-F, 3-Cl

## 11. példa (nedvesíthető por)

15 tömegrész 68. számú hatóanyagot leporítunk 80 tömegrész porkeverékkel, amely diatomaföld és agyag 1:5 tömegarányú keveréke, valamint 2 tömegrész nátriumalkil-benzol-szulfonáttal és 3 tömegrész nátriumalkil-naftalinszulfonát/formaldehid kondenzátummal, majd nedvesíthető porrá alakítjuk. Ezt vízzel hígítjuk és a rovarokra vagy azok életterébe permetezzük.

## 12. példa (emulgeálható koncentrátum)

30 tömegrész 13. számú hatóanyagot elkeverünk 55 tömegrész, 8 tömegrész poli(oxi-etilén)-alkil-fenil-éterrel, 7 tömegrész kalcium-alkil-benzolszulfonáttal, miáltal emulgeálható koncentrátumot kapunk. Ezt vízzel hígítjuk és a rovarokra vagy azok életterébe permetezzük.

## 13. példa (porozószer)

2 tömegrész 5. számú hatóanyagot elporítunk 90 tömegrész hatóanyaggal és jól összekeverjük, miáltal porozószer kapunk. Ezt a rovarokra vagy azok életterébe szűrjük.

## 14. példa (granulátum)

40

25 tömegrész vizet, 10 tömegrész 14. számú hatóanyagból, 30 tömegrész bentonitből (montmorillonit), 58 tömegrész talkumból és 2 tömegrész lignin-szulfonáttal álló keverékre öntünk és jól eldolgozzuk. A keveréket extruder granulátorban 0,43–2,00 mm szemcseméretű granulátummal dolgozzuk fel, majd 40–50 °C hőmérsékleten szárítjuk. A kapott granulátumot a rovarokra vagy azok életterébe szórjuk.

45

50

## 15. példa (granulátum)

55

Egy forgókeverőt megtöltünk 95 tömegrész 0,2–2 mm szemcseméreteloszlású agyagsvánnyal, majd a keverő forgása közben 5 tömegrész 67. számú hatóanyagot permetezzük az agyagszemcsékre. A nedves keveréket 40–50 °C hőmérsékleten szárítjuk, miáltal granulátum keletkezik. A granulátumot a rovarokra vagy azok életterébe szórjuk.

60

## 16. példa (olajos készítmény)

0,5 tömegrész 1. számú hatóanyagot jól elkeverünk 99,5 tömegrész kerozinnal, miáltal olajos készítményt kapunk. Ezt a rovarokra, atkákra vagy nematódákra, illetve azok életterébe permetezzük.

## 17. példa (biológiai teszt)

Szerves foszforvegyületekkel rezisztens Nephotettix cincticeps elleni hatás vizsgálata.

Oldószer: 3 tömegrész xilol

Emulgeátor: 1 tömegrész poli(oxi-etilén)-alkil-fenil-éter

A megfelelő készítmény előállításához 1 tömegrész hatóanyagot elkeverünk a fenti oldószerrel, amely tartalmazza a megadott emulgeátort. A keveréket vízzel az előre meghatározott koncentrációra hígítjuk.

Mintegy 10 cm magasságú rizsnövényekre, amelyeket 12 cm átmérőjű cserepekben neveltünk, 10 ml hatóanyag-készítményt permetezzünk. A permet bevonat megszáradása után a növényekre 7 cm átmérőjű és 14 cm magasságú drótkosarat helyeztünk, amely alá 30 db kifejlett nőtény Nephotettix cincticeps egyedeket telepítünk. A cserepeket állandó hőmérsékletű térbe helyezük, majd 2 nap múlva meghatározzuk az elpusztult rovarok számát és kiszámítjuk a pusztulási arányt. Az eredményeket az alábbi táblázat tartalmazza:

Képletszám	Hatóanyagkoncentráció (ppm)	Pusztulás (%)
1.	8	100
9.	8	100
13.	8	100
14.	8	100
22.	8	100
24.	8	100
27.	8	100
68.	8	100
29.	8	100
Összehasonlítás:		
A-1	40	65
B-1	40	55

Megjegyzések:

1) A hatóanyagok számozása azonos a korábban megadott jelölésekkel.

2. Összehasonlító anyagként az A-1 és B-1 képletű vegyületeket használtuk.

A táblázatban megadott hatóanyagokon kívül kiváló hatást mutatnak a 44., 45., 66. és 67. számú hatóanyagok.

## 18. példa

## Világító kabócák elleni hatás vizsgálata

A 17. példában leírt módon előállított hatóanyag-készítményből 10 ml-t 10 cm magas rizsnövényekre permetezzünk, amelyeket 12 cm átmérőjű cserepekben neveltünk. A permetbevonat megszáradása után a növényekre 7 cm átmérőjű és 14 cm magasságú drótkosarat helyezünk, amely alá 30 db kifejlett nőtény Nilaparvata lugens Stal. egyedeket he-

lyezünk, amely rovarok szerves foszforvegyületekkel szemben rezisztensek. A cserepeket állandó hőmérsékletű térbe helyezük, majd két nappal később megszámláljuk az elpusztult rovarokat és kiszámítjuk a pusztulási arányt.

Hasonló módon végezzük a vizsgálatot a Sogatella furcifera Horvath és a szerves foszforvegyületekkel szemben rezisztens Laodelphax striatella rovarok esetében is.

A kapott eredményeket a következő táblázat tartalmazza:

Képletszám	Hatóanyagkoncentráció	Pusztulás (%)		
		N.rugens	L.striatella	S.furcifera
1.	40	100	100	100
7.	40	100	100	100
9.	40	100	100	100
13.	40	100	100	100
14.	40	100	100	100
27.	40	100	100	100
44.	40	100	100	100
68.	40	100	100	100
29.	40	100	100	100
Összehasonlítás:				
A-1	40	50	40	40
B-1	40	30	30	30

Megjegyzések:

1) A vegyületek számozása azonos a korábban alkalmazott jelöléssel.

2) Összehasonlító anyagként az A-1 és B-1 képletű vegyületeket alkalmaztuk.

## 19. példa

## Szerves foszforvegyületekkel és karbamátvegyületekkel szemben rezisztens Myzodes persicae elleni hatás vizsgálata

Mintegy 20 cm magasságú padlizsán-hajtásokra, amelyeket 15 cm átmérőjű mázatlan cserepekben neveltünk, mintegy 200 db levéltetűt telepítünk. A kitelepítés után 1 nappal a növényeket a 17. példában leírt módon előállított hatóanyag-készítménnyel permetezzük be. Ezután a cserepeket 28 °C hőmérsékletű növényházba helyezük. A permetezés után 24 órával értékeljük a pusztulást. Minden hatóanyag-nál két párhuzamos vizsgálatot végeztünk. A kapott eredményeket a következő táblázat tartalmazza.

Képletszám	Hatóanyagkoncentráció (ppm)	Pusztulás (%)
1.	200	100
9.	200	100
13.	200	100
14.	200	100
25.	200	100
28.	200	100
68.	200	100
29.	200	100
Összehasonlítás:		
A-1	1000	80
	200	30

196.029

B-1	1000	60
	200	10
Estox (ker.név)	1000	100
	200	20

**Megjegyzések:**

1) A hatóanyagok számozása azonos a korábban alkalmazott jelöléssel. Összehasonlító anyagként az A-1 és B-1 képletű vegyületeket használtuk.

2) Estox: S-[2-(etil-szulfonil)-1-metil-etil]-dimetil-foszfor-tiolát (45%-os emulgeálható koncentrátum).

**SZABADALMI IGÉNYPONTOK**

1. Inszekticid szer, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy hatóanyagként (I) általános képletű nitro-metilén-származékot, a képletben

R jelentése halogénatom,

X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-csoport, 1-4 szénatomos alkoxicsoport, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoport vagy fenoxicsoport,

n értéke 0 vagy 1,

m értéke 2 vagy 3,

p értéke 1,

tartalmaz 0,1-40 tömeg% mennyiségben szilárd hordozóanyagok, célszerűen kölisztek vagy szintetikus szervesetlen porok, és/vagy folyékony hígítószerke, célszerűen poláros vagy apoláros oldószerke, adott esetben felületaktív anyagok, célszerűen anionos vagy nemionos emulgeáló és/vagy diszpergáló anyagok mellett.

(Elsőbbsége: 1984. 06. 29.)

2. Eljárás az (I) általános képletű nitro-metilén-származékok előállítására, a képletben

R jelentése hidrogénatom,

5 X jelentése halogénatom, 1-4 szénatomos alkil-csoport, 1-4 szénatomos alkoxicsoport, 1-4 szénatomos alkil-tio-csoport, fenilcsoport vagy fenoxicsoport,

n értéke 0 vagy 1,

m értéke 2 vagy 3,

p értéke 1 vagy halogénatom esetében 1 vagy 2,

10 a z z a l j e l l e m e z v e, hogy (II) általános képletű vegyületet, a képletben R, X, p, m és n jelentése a tárgyi körben megadott, (III) általános képletű vegyülettel reagáltatunk, a képletben R' jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, benzilcsoport vagy két R' együtt etilencsoportot képez.

(Elsőbbsége: 1984. 06. 29.)

15 3. Inszekticid szer, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy hatóanyagként (Ia) általános képletű nitro-metilén-származékot, a képletben m értéke 2 vagy 3,

n értéke 0 vagy 1, tartalmaz, 0,1-40 tömeg% mennyiségben szilárd hordozóanyagok, célszerűen kölisz-

20 tek vagy szintetikus szervesetlen porok és/vagy folyékony hígítószerke, célszerűen poláros vagy apoláros oldószerke, adott esetben felületaktív anyagok, célszerűen anionos vagy nemionos emulgeáló és/vagy diszpergáló anyagok mellett.

(Elsőbbsége: 1984. 04. 13.)

25 4. Eljárás az (Ia) általános képletű nitro-metilén-származékok előállítására, a képletben m értéke 2 vagy 3, n értéke 0 vagy 1, a z z a l j e l l e m e z v e,

30 hogy a (IIa) általános képletű vegyületet, a képletben m és n jelentése a tárgyi körben megadott, (III) általános képletű vegyülettel reagáltatunk, a képletben R' jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, benzilcsoport vagy két R' együtt etilencsoportot képez.

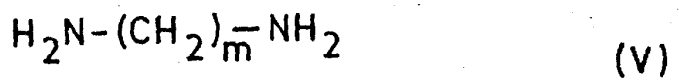
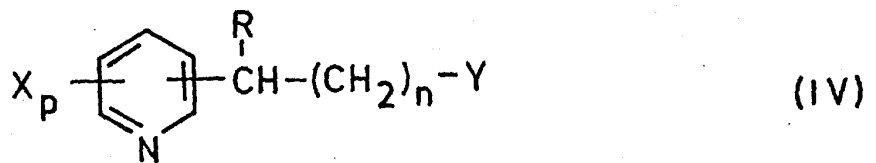
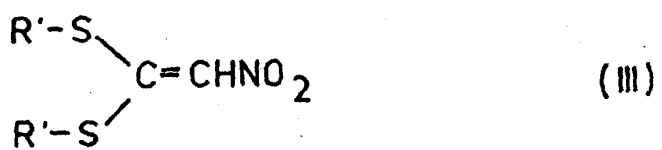
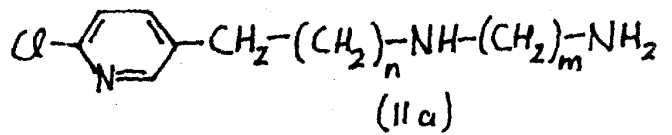
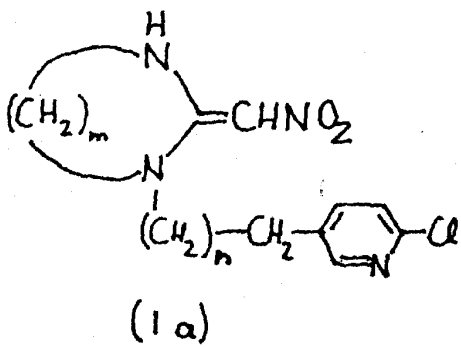
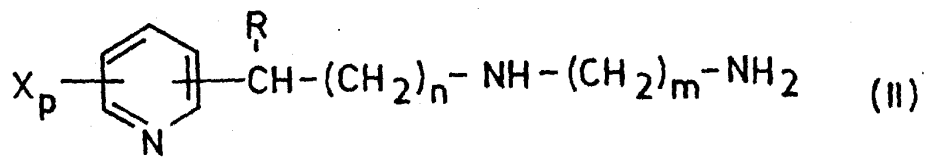
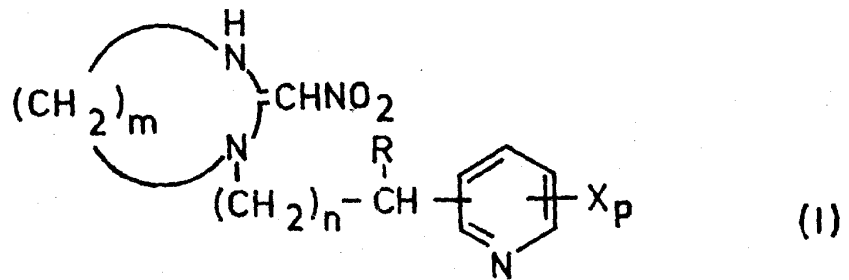
(Elsőbbsége: 1984. 04. 13.)

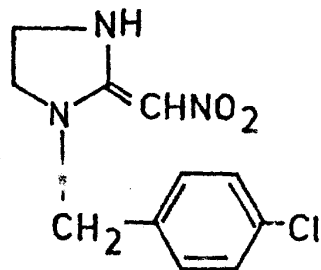
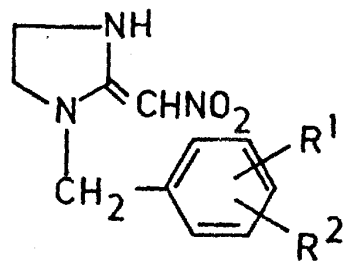
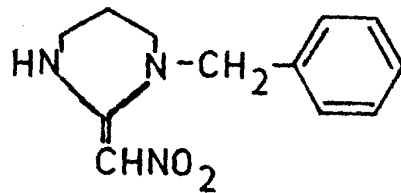
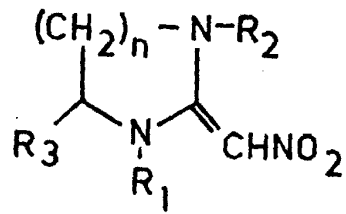
35

11 db rajz

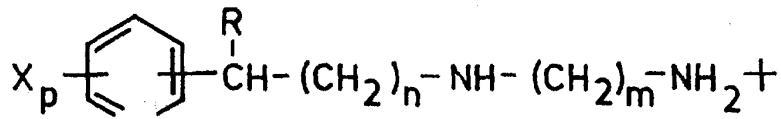
Kiadja: Országos Találmányi Hivatal  
Felelős kiadó: Himer Zoltán o.v.

KÓDEX

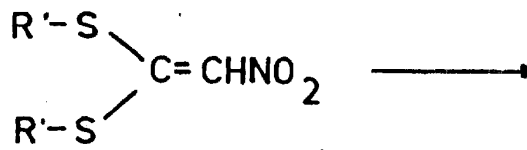




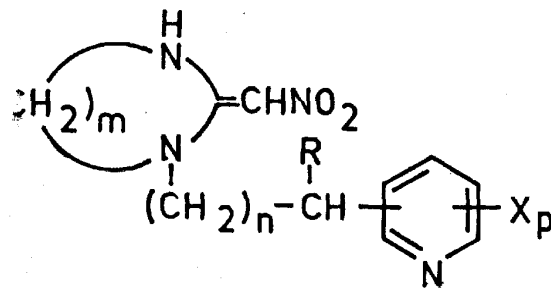
A. reakcióvázlat



(II)

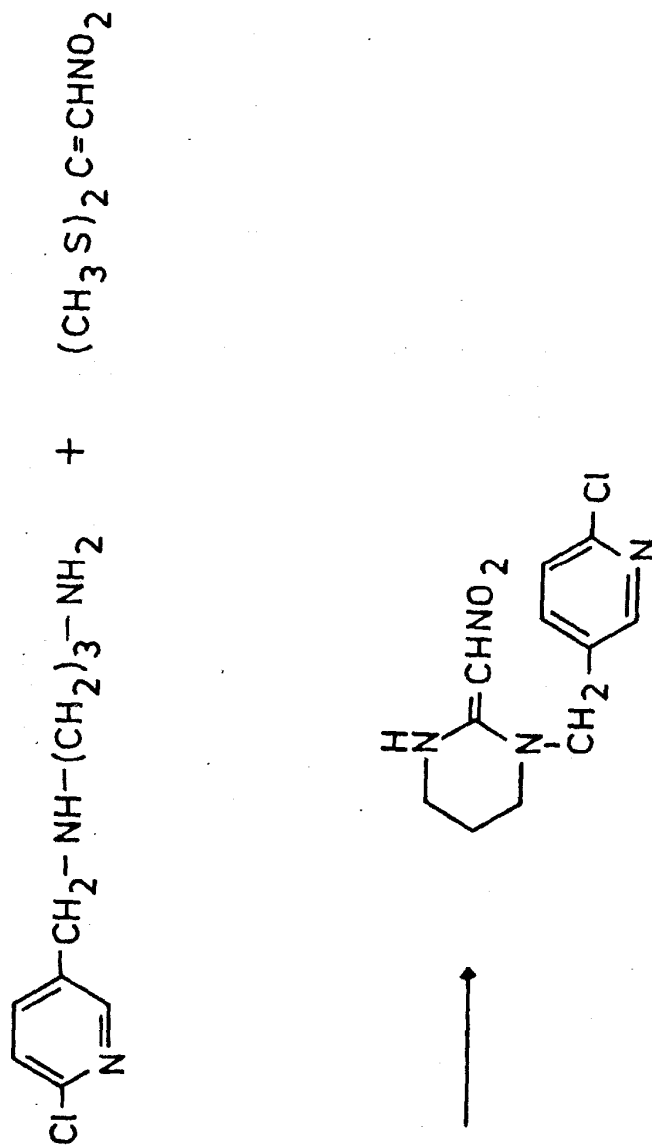


(III)

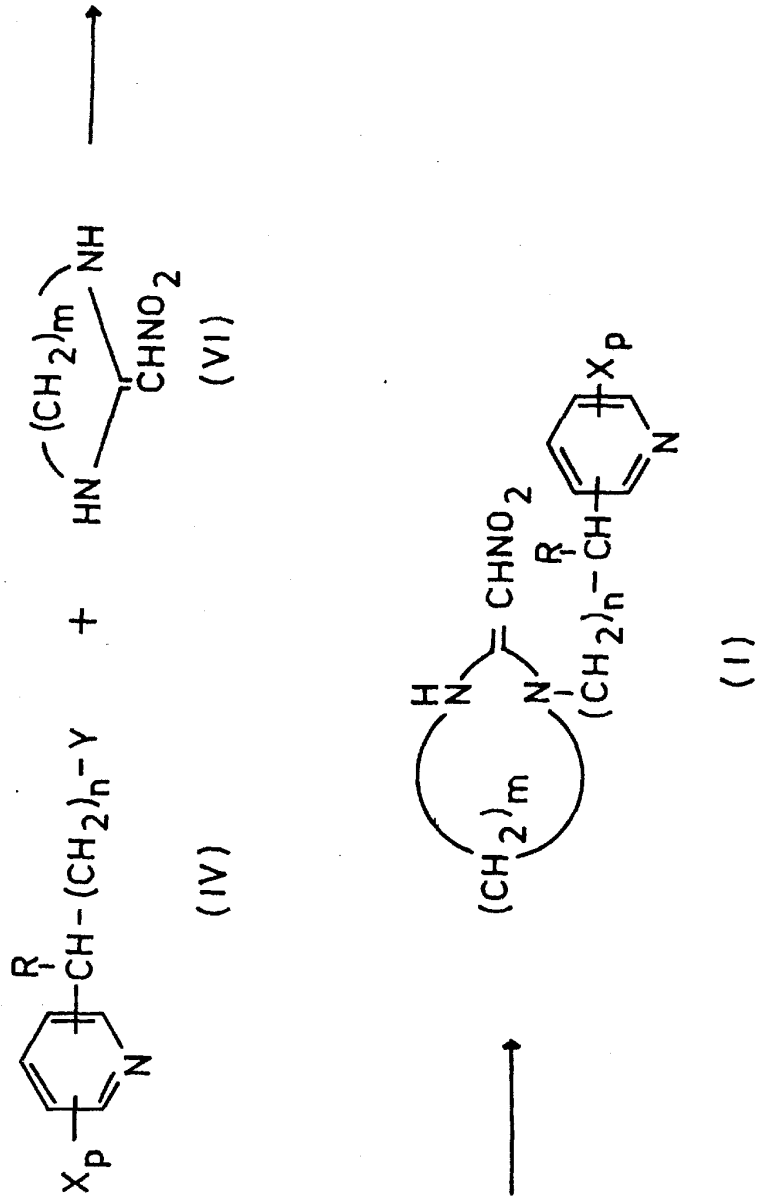


(I)

A1. reakcióvázlat

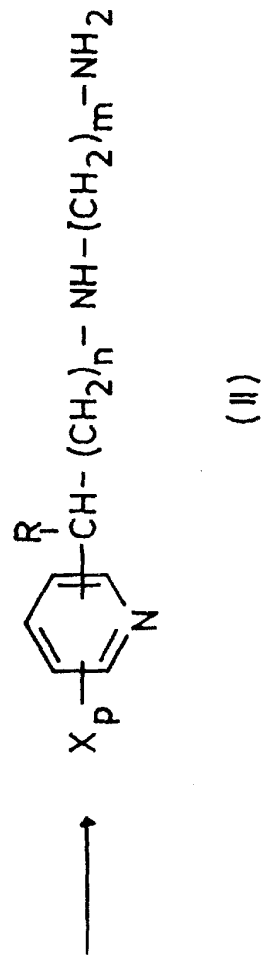
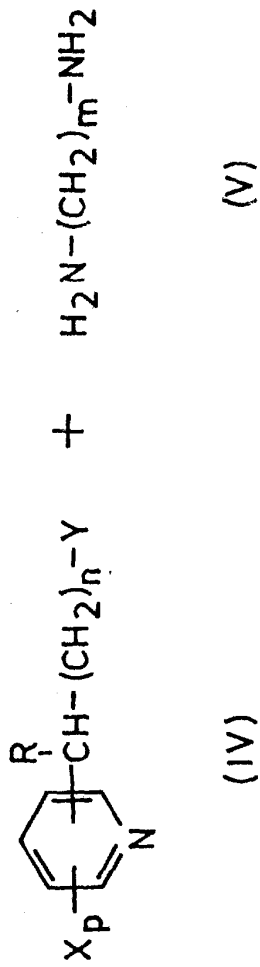


AA. reakcióvázlat

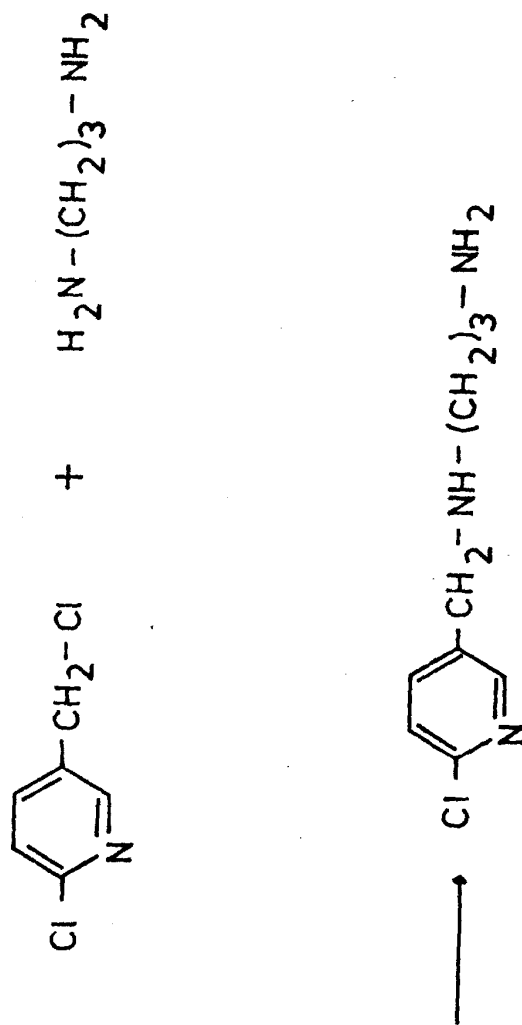




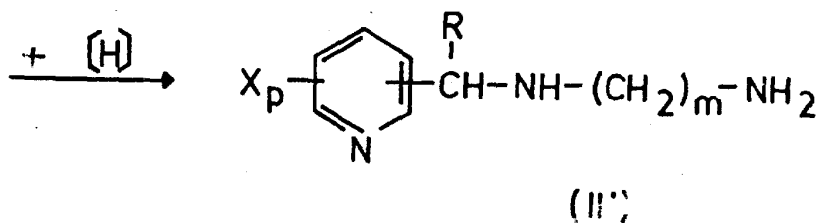
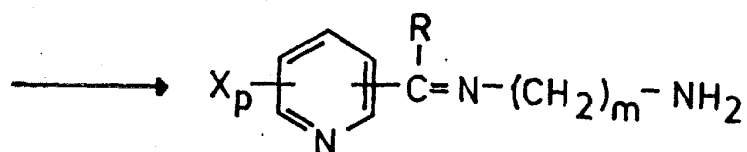
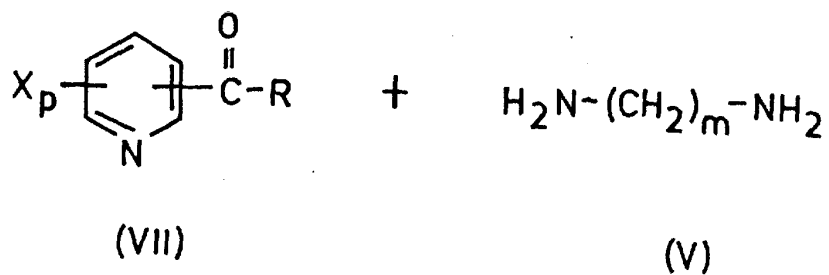
B. reakcióvázlat



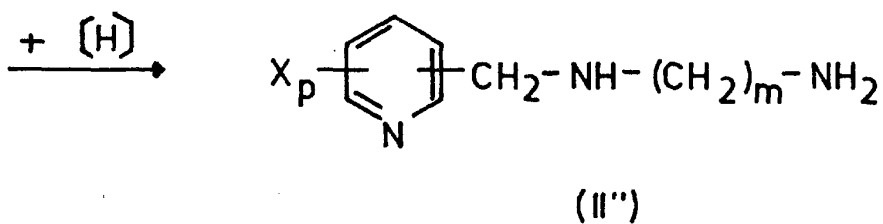
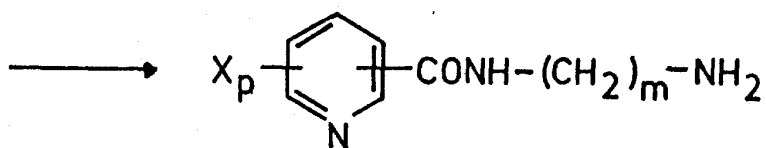
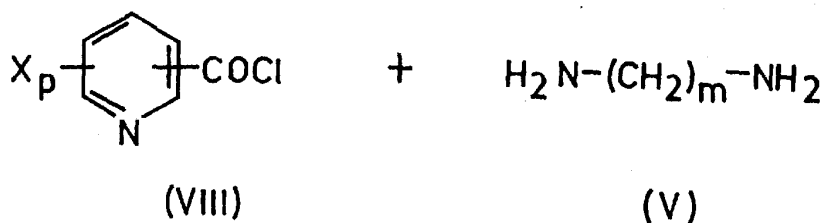
B1. reakcióvázlat



BA. reakcióvázlat

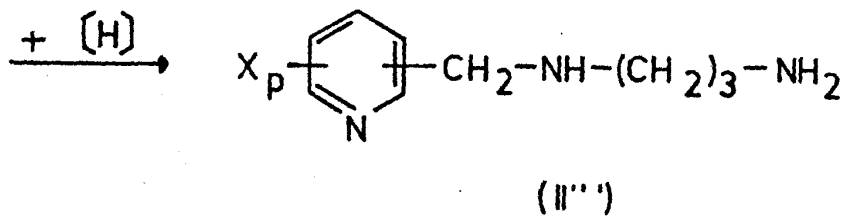
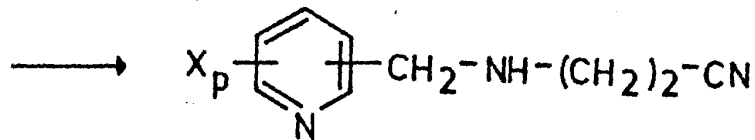
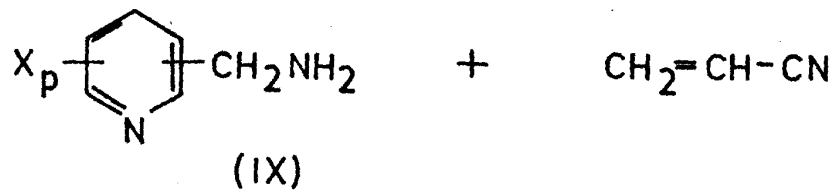


**BB. reakcióvázlat**



196.029  
Nemzetközi osztályozás: A 01 N 43/48  
A 01 N 43/40, C 07 D 401/06

### BC. reakcióvázlat



BD. reakcióvázlat

