



(19) KG (11) 51 (13) C2

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ  
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)  
(51)<sup>5</sup> A01N 25/00;  
C07D 295/02

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики

---

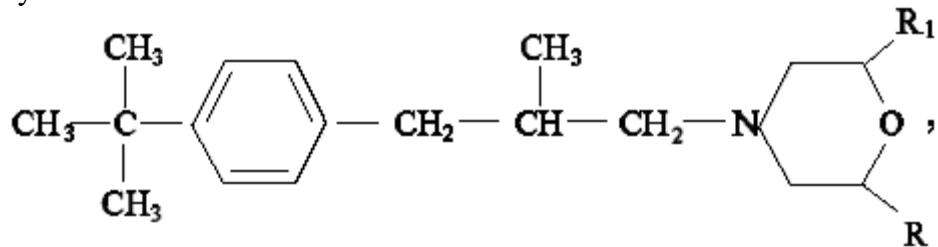
---

(10) 667101  
(21) 2553299/SU  
(22) 14.12.1977  
(31) Р 2656747.5  
(32) 15.12.1976  
(33) DE  
(46) 01.02.1995, Бюл. №2, 1996  
(71) (73) БАСФАГ, DE

(72) Вальтер Химмеле, Эрнст-Хайнрих Поммер, Норберт Гетц, DE  
(56) 1. Выложенная заявка ФРГ №1214471, кл. 45 L 9/22, 1966 2. Выложенная  
заявка ФРГ №2461513, кл. C07D 295/02, 07. 1976

### (54) Фунгицидная композиция

(57) Фунгицидная композиция, содержащая производные морфолина, как активное  
вещество, и твердый или жидкий носитель, отличающаяся тем, что, с целью усиления  
фунгицидной активности, она содержит в качестве производных морфолина соединения  
общей формулы



где R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> - водород, метил или их соли в количестве 0.1 - 95 вес. %.

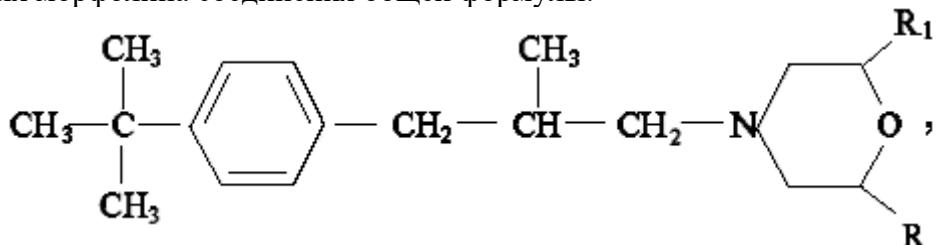
Изобретение относится к химическим средствам защиты растений, конкретно к  
фунгицидным композициям на основе производных морфолина.

Известен фунгицид, действующим веществом которого является N-  
(алкилциклогексил)-2,6-диметилморфолин [1]. Кроме того, известна фунгицидная  
композиция, содержащая в качестве активного вещества N-тридецил-2,6-  
диметилморфолин и носитель [2].

Однако известные производные морфолина в малых дозах недостаточно активны.

Целью изобретения является изыскание новых фунгицидных композиций на основе производных морфолина, обладающих усиленной фунгицидной активностью.

Указанная цель достигается использованием композиции, содержащей в качестве производных морфолина соединения общей формулы.



где R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> -водород, метил или их соли в количестве 0.1-95 вес. % и твердый или жидкий носитель.

Формы применения композиций обычные: растворы, порошки, взвеси, дисперсии, эмульсии, пасты, грануляты. Их готовят обычными методами.

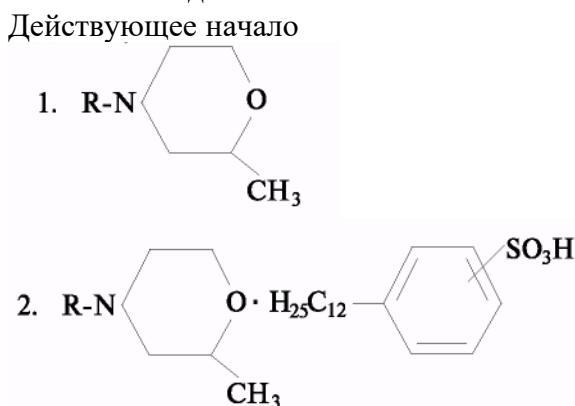
Производные 2,6-диметилморфолина существуют в двух изомерных формах. Их получают путем взаимодействия 2,6-диметилморфолина с 3-н-третбутилфенил-2-метилпропанолом в присутствии разбавителя, например, муравьиной кислоты при температуре от 50 до 110°C.

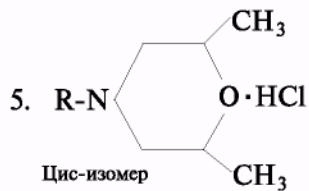
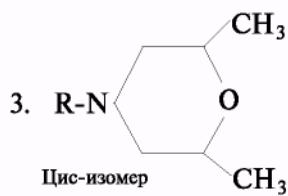
Пример 1. Синтез (3-н-третбутилфенил-2-метил-1-пропил)-цис-2,6-диметилморфолина.

В смесительное устройство с обратным холодильником, термометром и капельной воронкой загружают 575 г 98 %-ной муравьиной кислоты. По каплям, перемешивая и охлаждая, добавляют 345 г 98 %-ного 2,6-цис-диметилморфолина, после чего смесь медленно нагревают до 70°C на водяной бане. В течение 4 ч, поддерживая температуру около 100°C, в реакционную смесь по каплям добавляют 612 г 3-третбутилфенил-2-метилпропанола. Конденсация происходит при сильном выделении CO<sub>2</sub>. По завершении реакции смесь еще 2 ч перемешивают при температуре 100°C.

После этого при пониженном давлении отгоняют избыточную муравьиную кислоту. Отделение муравьиной кислоты в большой мере происходит в вакууме водоструйного насоса при 100°C.

Для выделения основания из формиата добавляют по каплям 500 г 40 %-водного раствора едкого натра. При этом температура должна быть 80-100°C, что способствует хорошему смешению образующейся аминовой фазы с щелочной. Для снижения вязкости добавляют 200 г толуола. Органическую фазу по отделении щелочной фазы дважды промывают 250 г воды.



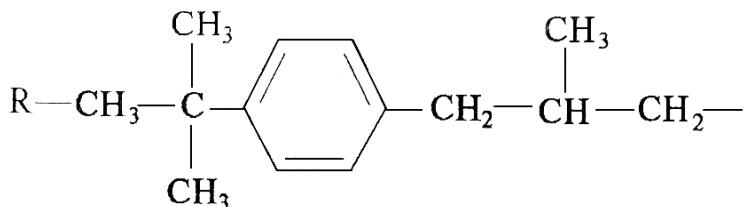
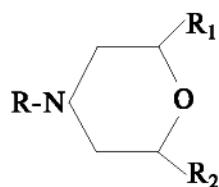


Пример 2. Синтез (3-п-третбутилфенил-2-метил-1-пропил)-2,6-транс-диметилморфолина.

К 70 г 98 %-ной муравьиной кислоты, охлаждаемой льдом, добавляют 29 г 2,6-транс-диметилморфолина. Затем, перемешивая, добавляют 41 г 3-п-третбутилфенил-2-метилпропанола. Реакционную смесь 6 ч нагревают до 100°C. В начале реакции взаимодействия наблюдается сильное выделение  $\text{CO}_2$ , заметно уменьшающееся по истечении приблизительно 1 ч. Дальнейшую обработку проводят аналогично примеру 1.

При давлении 5 мм. рт.ст. и температуре 168-169°C (3-п-третбутилфенил-2-метил-1-пропил)-2,6-транс-диметилморфолин перегоняется. Выход составляет 52 г (86 % в пересчете на альдегид). 11 г амина растворяют в 20 г этилацетата, насыщенного сухим хлористым водородом. При охлаждении выкристаллизовывается гидрохлорид, (т.пл. 165°C).

Аналогичным способом получают следующие соединения формулы



где

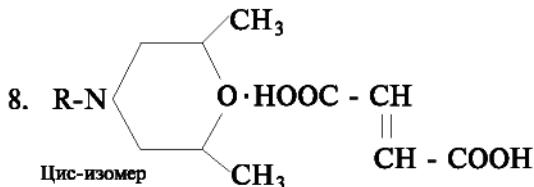
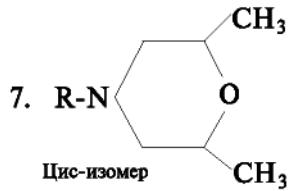
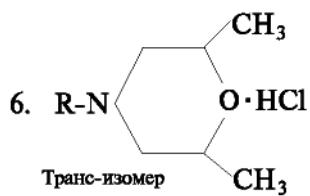
т. кип. 123°C/0.01 торр

т. пл. 108°C

т. кип. 143-146°C/0.2 торр

т. кип. 168-169°C /5торр

т. пл. 220°C



Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Листья, выращенных в вегетационных сосудах ростков пшеницы сорта "юбиляр" напыляют водной эмульсией (80 вес % действующего начала и 20 вес % эмульгатора), после пресыхания напыленного слоя наносят споры мучнистой росы злаков (*Erysiphe graminis* vaz *tritici*). Затем испытуемые растения помещают в парниковые условия при 20-22°C и 75-80-ной относительной влажности воздуха. Через 10 дней определяют степень развития мучнистой росы.

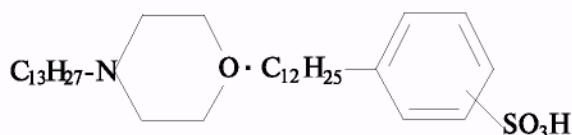
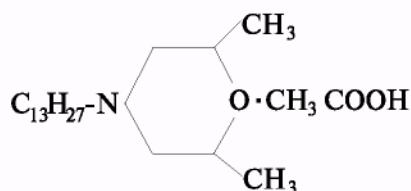
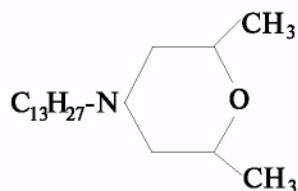
Для дальнейшей очистки амин перегоняют при 0.2 торр в перегонной колонне с пятью тарелками по фракциям. Помимо небольшого головного погона (до 143°C / 0.2 мм рт. ст. 50 г), получают 865 г (третбутилфенил-2-метил-1-пропил)-2,6-цис-диметилморфолина. Это количество перегоняется при давлении 0.2 мм рт.ст. и температуре 143-146°C. Согласно газохроматографическому анализу амин содержит свыше 98 % чистого вещества. В пересчете на альдегид выход составляет 84.5 %.

Действующее начало	Поражение листьев после напыления x %-ного раствора ядохимиката			
	x=0.006	0.012	0.25	0.05
1	1-2	1	0-1	0
2	1	0-1	0	0
3	0	0	0	0
4	1	0	0	0
5	0	0	0	0
6	1	0	0	0
7	0	0	0	0
А	3-4	3	2	1
Б	4	4	2	1
В	2	1	1	0
Необработанный контроль	4			

0 - поражения нет; 5 - полное поражение растений; 1, 2, 3, 4 - поражение растения грибами; А, Б, В - известные соединения формулы, где  
т. пл. 165°C

т. пл. 228°C

т. пл. 174°C.



Листья выращенных в горшках ростков ячменя сорта Tiribecks Vnion обрабатывают водными действующими эмульсиями, после чего наносят споры мучной росы ячменя *Erysiphe graminis vas hardei*.

Действующее начало	Поражение листьев после напыления x %-ного раствора ядохимиката		
	x=0.06	0.012	0.025
1	0	0	0
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	0	0	0
6	0	0	0
7	0	0	0
8	0	0	0
А	2	1	0-1
Б	3	1	1
Необработанный контроль	4		

Листья выращенных в вегетационных сосудах растений пшеницы заражают спорами бурой ржавчины пшеницы (*Puccinia recondita*) искусственным способом и помещают на 48 ч в насыщенную водяным паром камеру при 20-25°C. После этого на растения напыляют водные растворы, содержащие 80 % испытуемого ядохимиката, и 20 % натрийлигнинсульфоната и помещают в парниковые условия при 20-22°C и относительной влажности воздуха 75 - 80 %. Через 10 дней производят оценку степени развития ржавчинного гриба.

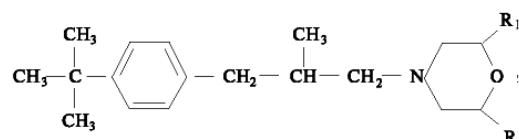
Действующее начало	Поражение после напыления раствора x% -ного насыщения раствором ядохимикатов		
	x=0.025	0.05	0.1
1	2-3	1-2	0
3	0	0	0
4	0	0	0

5	0	0	0
6	0	0	0
7	0	0	0
8	0	0	0
А	4	3	2
Б	4	4	3
В	4	3	3
Необработанный контроль	4		

Таким образом, предложенные соединения обладают высоким фунгицидным действием.

### Формула изобретения

Фунгицидная композиция, содержащая производные морфолина, как активное вещество, и твердый или жидкий носитель, отличающаяся тем, что, с целью усиления фунгицидной активности, она содержит в качестве производных морфолина соединения общей формулы



где  $\text{R}_1$  и  $\text{R}_2$  - водород, метил или их соли в количестве 0.1 - 95 вес. %.

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.

---

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41, факс: (312) 68 17 03