



SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGKNINGSSKRIFT 62826

C (45) Patentti myönnetty 10 03 1983

Patent meddelat

(51) Kv.kl./Int.Cl.³ C 07 C 127/22,
A 01 N 47/34

(21) Patentihakemus — Patentansökan	760265
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	04.02.76
(23) Aikupäivä — Giltighetsdag	04.02.76
(41) Tullut julkiseksi — Blivt offentlig	07.08.76
(44) Nähtävölkäpanon ja kuuljulkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utskriften publicerad	30.11.82
(32)(33)(31) Pyydetty suoikeus — Begärd prioritet	06.02.75
20.03.75 Saksan Liittotasavalta-Föbunds-	
republiken Tyskland(DE) P 2504983.6,	
P 2504983.6	

(71) Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen, Saksan Liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE)

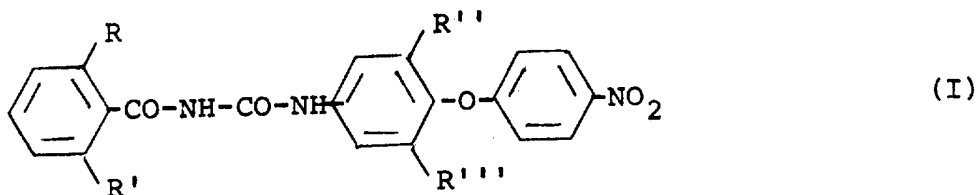
(72) Jürgen Schramm, Dormagen, Erich Klauke, Odenthal-Hahnenberg, Ingeborg Hammann, Köln, Wilhelm Sirrenberg, Sprockhövel, Wilhelm Stendel, Wuppertal-Elberfeld, Saksan Liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Insektisidiset bentsoyyliureidonitrodifenyylietterit -
Insektisida bensoylureidonitrodifenyletrar

Esillä oleva keksintö koskee uusia bentsoyyliureidonitrodifenyyliettereitä.

DE-hakemusjulkaisusta 2 123 236 on tunnettua, että määrättyillä bentsoyylivirtsa-aineilla, kuten esimerkiksi N-(2,6-diklooribentsoyyli)-N'-(4-kloorifenyyli)- tai -3,4-dikloorifenyyli)-virtsa-aineella on insektisidisiä ominaisuuksia. Uudet yhdisteet tosin sisältyvät DE-hakemusjulkaisussa 2 123 236 esitetyn yleisen kaavan piiriin, mutta niitä ei ole kuvattu siinä tarkemmin. Nyt on keksitty, että uusilla bentsoyyliureidonitrodifenyyliettereillä, joilla on kaava (I)

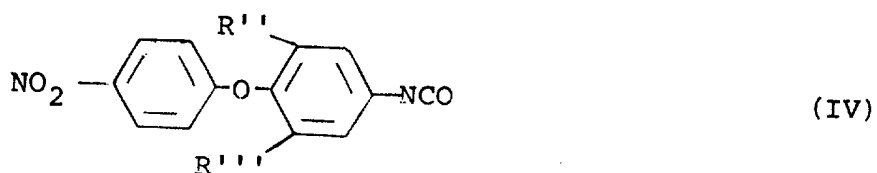
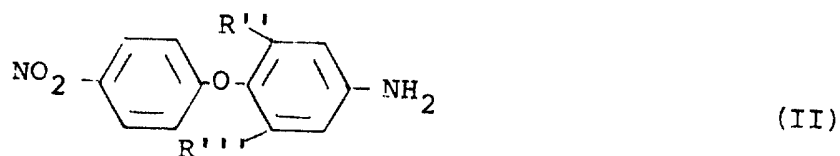


jossa R ja R' ovat samanlaisia tai erilaisia, ja R on kloori, fluori tai metyyli, ja R' on vety, kloori tai fluori, R'' ja R''' ovat samanlaisia ja merkitsevät vetyä tai klooria, jolloin siinä tapauksessa, että R on kloori, ja R' on vety, R'' ja R''' voivat merkitä

vain vetyä, on vahvoja insektisidisiä ominaisuuksia.

Uusia kaavan (I) mukaisia bentsoyyliureidonitrofenyyliettereitä saadaan, kun

a) kaavan



mukaiset 4-isosyanaattidifenyylietterit, jossa kaavassa R'' ja R''' merkitsevät samaa kuin yllä, saatetaan reagoimaan, mahdollisesti liuottimen läsnäollessa, kaavan



mukaisten bentsamidien kanssa, jossa kaavassa R ja R' merkitsevät samaa kuin yllä.

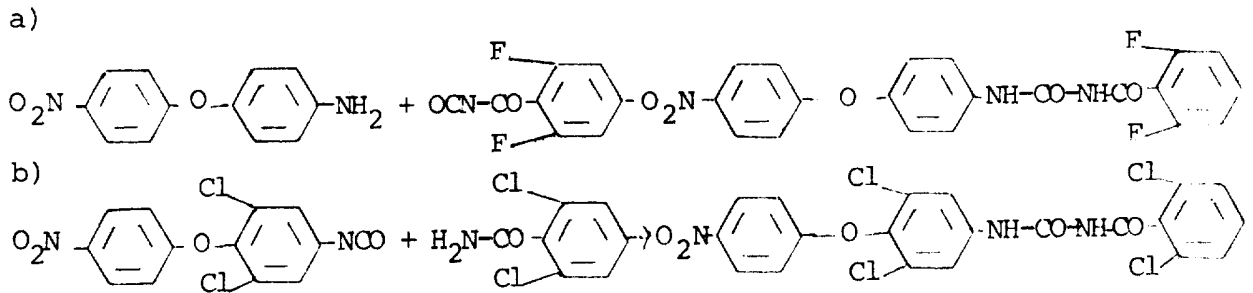
Yllättäen keksinnön mukaisilla bentsoyyliureidonitrodifenyylietteereillä on olennaisesti parempi insektisidinen vaikutus kuin tekniikan tasoa edustavilla analogisen rakenteen ja saman vaikutussuunnan omaavilla läheisillä aineilla. Keksinnön mukaiset yhdisteet ovat siten omiaan rikastuttamaan tekniikkaa.

Jos lähtöaineina menetelmässä

a) käytetään 4-(4'-nitrofenoksi)-aniliinia ja 2,6-difluoribentsoyyli-isosyanaattia ja menetelmässä

62826

b) 3,5-dikloori-4-(4'-nitrofenoksi)-fenyyli-isosynaattia ja 2,6-diklooribentsamidia, voidaan reaktioiden kulkua kuvata seuraavilla reaktiokaavioilla:



Käytettävät lähtöaineet on yleisesti määritelty kaavoilla (II)-(V). Lähtöaineina käytettävät yleisen kaavan (III) mukaiset bentsoyyli-isosyanaatit ovat kirjallisuudesta tunnettuja ja niitä voidaan valmistaa tavallisilla tunnetuilla menetelmillä [vrt. A. J. Speziale mm. J. Org. Chem. 30 (12), s. 4 306-4 307 (1965)]. Yleisen kaavan (V) mukaiset bentsamidit ovat kirjallisuudesta tunnettuja, ja niitä voidaan valmistaa tunnetuin menetelmin. (vrt. Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie, osa 9, s. 336). Yleisen kaavan (II) mukaiset fenoksianiliinit voidaan valmistaa tavallisin tunnetuin menetelmin esimerkiksi alkaliaminofenolaateista ja aromaattisista nitrohalogeeniyhdisteistä liuottimessa, esimerkiksi dimetyylisulfoksidissa (vrt. Jürgen Schramm mm. Justus Liebigs Annalen der Chemie (1970), 740, 169-179). Aminoryhmä voidaan muuttaa tavallisin menetelmin isosyanaattiryhmäksi, esimerkiksi reaktiossa fosgeenin kanssa, jolloin saadaan yleisen kaavan (IV) mukaisia 4-isosyanaattidifenyyliettereitä.

Esimerkkeinä lähtöaineiksi erittäin hyvin sopivista fenoksianiliineista (II) ja 4-isosyanaattidifenyyliettereistä (IV) mainittakoon erikseen: 4-(4'-nitrofenoksi)-aniliini, 3,5-dikloori-4-(4'-nitrofenoksi)-aniliini, edelleen 2,6-dikloori-4-isosyanaatti-4'-nitrodifenyylietteri ja 4-isosyanaatti-4'-nitrodifenyylietteri.

Keksinnön mukaisten yhdisteiden valmistuksessa käytetään edullisesti mukana sopivia liuottimia tai laimennusaineita. Tällaisina tulevat kysymykseen käytännöllisesti katsoen kaikki inertit, orgaaniset liuottimet. Näitä ovat varsinkin alifaattiset ja aromaattiset, mahdollisesti klooratut hiilivedyt, kuten bentseeni, toluene-

ni, ksyleeni, bensiini, metyleenikloridi, kloroformi, hiilitetra-
kloridi, klooribentseeni tai eetterit, esimerkiksi dietyyli- ja
dibutyylieetteri, dioksaani, edelleen ketonit, esimerkiksi asetonit,
metyylietyyli-, metyyli-isopropyyli- ja metyyli-isobutyryliketoni,
lisäksi nitriilit, kuten aseto- ja bentsonitriili.

Reaktiolämpötila voi vaihdella laajoissa rajoissa. Yleensä
työskennellään lämpötila-alueella 0-120°C, edullisesti 70-85°C.

Reaktio suoritetaan tavallisesti normaalipaineessa.

Menetelmän suorituksessa käytetään reaktiokomponentteja
edullisesti ekvivalentit määrät. Jomman kumman komponentin käyttö
ylimäärin ei tuo mitään olennaista etua.

Menetelmävaihtoehdossa b) (yllä) voidaan käytetyt 4-iso-
syanaattinitrodifenyylietterit (IV) panna reaktioon sellaisenaan
tai ilman eristämistä välituotteina reaktioseostensa muodossa,
joina ne on saatu amiinin reaktiossa fosgeenin kanssa. Tämä
reaktioseos lisätään vastaavien bentsamidien kanssa johonkin yllä
mainituista liuottimista. Reaktio suoritetaan halutuissa olo-
suhteissa ja erottunut tuote eristetään tavallisella tavalla
suodattamalla, pesemällä ja mahdollisesti kiteyttämällä uudestaan.

Yhdisteet saadaan kiteisinä aineina, joilla on terävä
sulamispiste.

Kuten jo aikaisemmin on tullut ilmi, keksinnön mukaisille
bentsoyylireidonitrodifenyylietterille on ominaista huomattavan
hyvä insektisidinen teho. Ne eivät vaikuta ainoastaan kasvituhol-
lasiin, vaan myös eläinloisiin (ektoparasiitit) kuten loisiviin
kärpäsentoukkiin. Niillä on edulliset myrkyllisyysarvot lämmin-
verisiin eläimiin nähden ja kasvit sietävät niitä hyvin.

Tästä syystä keksinnön mukaisia yhdisteitä voidaan käyttää
tuloksekkaasti kasvinsuojelussa purevia ja imeviä hyönteisiä
vastaan. Lisäksi niitä voidaan käyttää tuholaisentorjunta-aineina
eläinparasiitteja vastaan.

Keksinnön mukaiset tehoaineet soveltuvat kasvien niitä
hyvin sietäessä ja niiden lämminverimyrkyllisyyden ollessa edulli-
nen Artropodien kaikkien tai yksittäisten kehitysasteiden torjun-
taan, joihin kuuluvat myös esiembryonaaliset, normaalin herkät ja
resistentit kehitysvaiheet, milloin nämä ovat tunnettuja tuholai-
sina tai kasvitautien aiheuttajina maataloudessa, metsissä,
varasto- ja materiaalisuojelussa sekä hygieniassa.

Taloudellisesti tärkeisiin maa- ja metsätalous- sekä varasto-, materiaali- ja hygienia- ja tuholaisiin kuuluvat:

Esimerkiksi:

Isopodien lohkosta

Oniscus asellus, *Armadillidium vulgare*, *Porsellio scaber*

Diplopodaien lohkosta

Baniulus guttulatus

Chilopodien lohkosta

Geophilus carpophagus, *Scutigera spec.*

Sympylien lohkosta

Scutigera immaculata,

Arachnidaien lohkosta

Scorpio maurus, *Latordectus mactans*

Acarinien lohkosta

Acarus siro, *Argas reflexus*, *Ornithodoros moubata*
Dermanyssus gallinae, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptura oleivora*, *Boophilus microplus*, *Rhipicephalus evertsi*,
Sarcoptes scabiei, *Tarsonemus spec.*, *Bryobia praetiosa*,
Panonychus citri, *Panonychus ulmi*, *Tetranychus telarius*,
Tetranychus tumidus, *Tetranychus urticae*

Tysanurien lohkosta

Lepisma saccharina

Collembolien lohkosta

Onychiurus armatus

Orthopteraien lohkosta

Blatta orientalis, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa spec.*, *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*

Dermapteraien lohkosta

Forficula auricularia

Isopteriaien lohkosta

Reticulitermes spec.

Anoplurien lohkosta

Phylloxera vastatrix, *Pemphigus spec.*, *Pediculus humanus corporis*

Thysanopterien lohkosta

Hercinothrips femoralis, *Thrips tabaci*

Heteropterien lohkosta

Eurygaster spec., *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma spec.*

Homopterien lohkosta

Aleurodes brassicae, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Gryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus cerasi*, *Myzus persicae*, *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca spec.*, *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus heberae*, *Pseudococcus spec.*, *Psylla spec.*

Lepidopterien lohkosta

Pectinophora gossypiella, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chryssorrhoea*, *Lymantria spec.*, *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis spec.*, *Euxoa spec.*, *Feltia spec.*, *Earias insulana*, *Heliothis spec.*, *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera spec.*, *Trichoplusia*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris spec.*, *Chilo spec.*, *Pyrausta nubilalis*, *Ephestia Kühniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferansa*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tritrix viridana*

Coleopterien lohkosta

Anobium punctatum, *Rhizopertha dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa desemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica spec.*, *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria spec.*, *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus spec.*, *Sitophilus spec.*,

Otiorrhynchus sulcatus, Cosmopolites sordidus,
 Ceuthorrhynchus assimilis, Hypera postica, Dermestes
 spec., Trogoderma spec., Anthrenus spec., Attagenus
 spec., Lyctus spec., Meligethes aeneus, Ptinus spec.,
 Niptus hololeucus, Gibbium psylloides, Tribolium spec.,
 Tenerbrio molitor, Agriotes spec., Conoderus spec.,
 Melolontha melolontha, Amphimallus solstitialis,
 Costelytra zealandica

Hymenopterien lohkosta

Diprion spec., Hoplocampa spec., Lasius spec.,
 Monomorium pharaonis, Vespa spec.,

Dipterien lohkosta

Aedes spec., Anopheles spec., Culex spec., Drosophila
 melanogaster, Musca domestica, Fannia spec., Stomoxys
 calcitrans, Hypoderma spec., Bibio hortulanus, Oscinel-
 la frit, Phorbia spec., Pegomyia hyoscyami, Calliphora
 erythrocephala, Lucilia spec., Chrysomyia spec. Cerati-
 tis sapitata, Dacus oleae, Tipula paludosa

Siphonapterien lohkosta

Xenopsylla cheopis.

Tehoaineet voidaan muuttaa tavanomaisten koostumusten
 muotoon, joita ovat liuokset, emulsiot, ruiskutusjauheet, suspen-
 siot, jauheet, pölytysaineet, vaahdot, pastat, liukoiset jauheet,
 rakeet, aerosolit, suspensio-emulsioväkevöitteet, kylvösiemen-
 jauheet, tehoaineella impregnoitunut luonnon- ja synteettiset aineet,
 mikroskapseloidut polymeeriset aineet ja päällysteaineet siemen-
 viljalle, lisäksi koostumukset, joissa on palopanoksia, kuten savu-
 tuspätruunat, -rasiat, -spiraalit ym sekä ULV-kylmä- ja lämmin-
 sumutuskoostumukset. Nämä koostumukset valmistetaan tunnetulla
 tavalla esimerkiksi sekoittamalla tehoaineet laimennusaineisiin,
 esimerkiksi nestemäisiin liuottimiin, paineenalaisiin nesteytöttyi-
 hin kaasuihin ja/tai kiinteisiin kantoaineisiin, mahdollisesti
 käyttäen mukana pinta-aktiivisia aineita, so. emulsioaineita ja/tai
 dispergointiaineita ja/tai vaahtoa tuottavia aineita. Käytettäessä
 vettä laimennusaineena voidaan lisäliuottimina käyttää esimerkiksi
 myös orgaanisia liuottimia. Nestemäisinä liuottimina tulevat kysy-
 mykseen lähinnä aromaattit, kuten ksyleeni, tolueni, bentseeni tai
 alkyylinaftaleenit, klooratut aromaattit tai klooratut alifaattiset

hiilivedyt, kuten klooribentseenit, kloorietyleenit tai metyleeni-kloridi, alifaattiset hiilivedyt, kuten sykloheksaani tai parafii-nit, esimerkiksi maaöljyfraktiot, alkoholit, kuten butanoli tai glykoli sekä näiden eetterit ja esterit, ketonit, kuten asetoni, metyylietyyliketoni, metyyli-isobutyryliketoni tai sykloheksanoni, vahvasti polaariset liuottimet, kuten dimetyyliformamidi ja dime-tyylisulfoksidi, sekä vesi; nesteytetyillä kaasumaisilla laimennus-aineilla tai kantoaineilla tarkoitetaan sellaisia nesteitä, jotka ovat normaalilämpötilassa ja normaalipaineessa kaasumaisia, esi-merkiksi aerosoliponnekaasut kuten halogeenihiilivedyt; kiinteinä kantoaineina tulevat kysymykseen: luonnon kivijauheet, kuten kao-liinit, savet, talkki, liitu, kvartsi, attapulgiitti, montmoril-loniitti tai diatomiitti ja synteettiset kivijauheet, kuten korkea-disperssi piihappo, aluminiumoksidi ja silikaalit, emulgointi- ja/tai vaahtoa tuottavina aineina tulevat kysymykseen:

ionittomat ja anioniset emulgaattorit, kuten

polyoksietyleeni-rasvahappoesterit, polyoksietyleeni-rasva-alkoholieetterit,

esimerkiksi: alkyliaryylipolyglykolieetterit, alkyylisulfonaatit, alkyylisulfatit, aryylisulfonaatit sekä valkuaisainehydrolysaatit

dispergointiaineina tulevat kysymykseen

esimerkiksi: ligniini, sulfiittilipeät ja metyyli-selluloosa.

Keksinnön mukaiset tehoaineet voivat olla koostumuksissa seoksina muiden tunnettujen tehoaineiden kanssa.

Koostumukset sisältävät yleensä 0,1-95 paino-% tehoainetta, edullisesti 0,5-90 %.

Tehoaineita voidaan käyttää sellaisenaan, koostumustensa muodossa tai niistä muodostettuina käyttömuotoina. Käyttö tapahtuu tavallisella tavalla, esimerkiksi ruiskuttamalla, suihkuttamalla, sumuttamalla, pölyttämällä, sirottelemalla, savuttamalla, kaasut-tamalla, kastelemalla, peittaamalla tai inkrustoimalla.

Tehoainepitoisuudet voivat vaihdella käyttövalmiissa valmistemuodoissa laajoissa rajoissa. Yleensä ne ovat alueella 0,0001-10 %, edullisesti 0,01-1 %.

Tehoaineita voidaan käyttää hyvällä menestyksellä myös Ultra-Low-Volume-menetelmällä (ULV), jolloin on mahdollista käyttää

koostumuksia, joissa on 95 %:iin asti tai jopa 100 % tehoainetta yksinään.

Esimerkki A

Plutella-koe

Liuotin: 3 paino-osaa dimetyyliformamidia

Emulgaattori: 1 paino-osa alkyyliryylipolyglykolieetteriä.

Tarkoituksenmukaisen tehoainevalmisteen valmistamiseksi sekoitetaan 1 paino-osa tehoainetta ilmoitetun liuotinmäärän ja ilmoitetun emulgaattorimäärän kanssa, ja saatu väkevöite laimennetaan vedellä haluttuun pitoisuuteen.

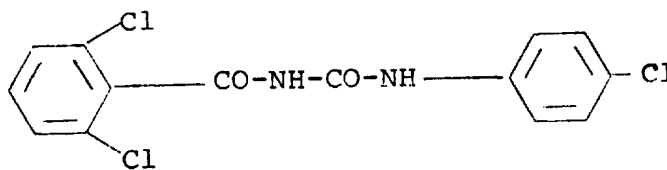
Tehoainevalmisteella suihkutetaan kaalin (*Brassica oleracea*) lehdet kasteenkosteiksi ja niille pannaan kaalikoin toukkia (*Plutella maculipennis*). Ilmoitetun ajan kuluttua määritetään kuolleisuus %:eina. Tällöin 100 % merkitsee, että kaikki toukat ovat kuolleet ja 0 % merkitsee, ettei yksikään toukka ole kuollut.

Tehoaineet, tehoainepitoisuudet, arvioinnin ajankohta ja tulokset selviävät seuraavasta taulukosta 1:

Taulukko 1

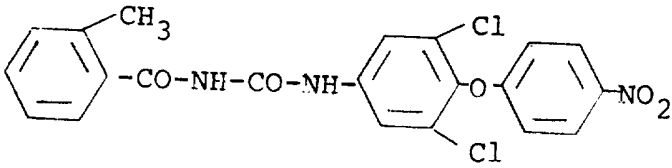
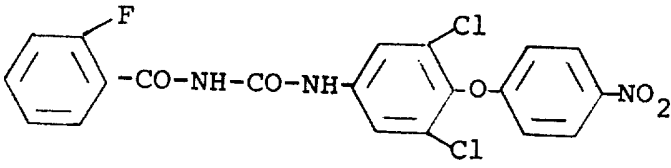
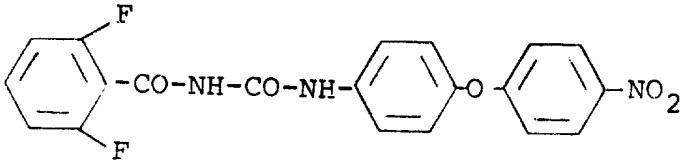
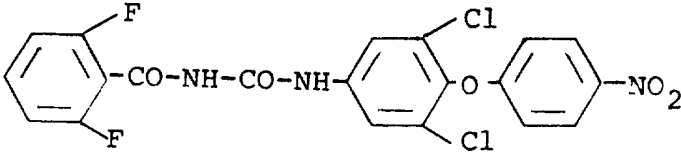
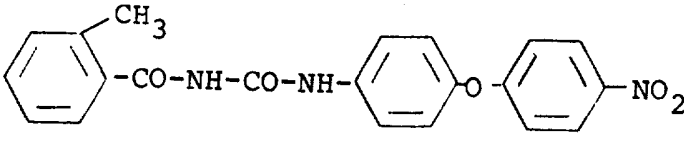
(kasveja vahingoittavat hyönteiset)

Plutella-koe

Tehoaine	Tehoaine- pitoisuus %:eina	Kuolleisuus- aste %:eina 8 päivän kuluttua
	0,1	65
	0,01	0
(tunnettu)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	15

jatkuu...

Taulukko 1 jatkuu

Tehoaine	Tehoaine- pitoisuus %:eina	Kuolleisuus- aste %:eina 8 päivän kuluttua
(tunnettu)		
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100

Esimerkki B

Phaedon-toukkakoe

Liuotin: 3 paino-osaa dimetyyliformamidia.

Emulgaattori: 1 paino-osaa alkyyliaryylipolyglykolieetteriä.

Tarkoituksenmukaisen tehoainevalmisteen valmistamiseksi sekoitetaan 1 paino-osa tehoainetta ilmoitetun liuotinmäärän ja ilmoitetun emulgaattorimäärän kanssa, ja saatu väkevöite laimennetaan vedellä haluttuun pitoisuuteen.

Tehoainevalmistella suihkutetaan kaalin (*Brassica oleracea*) lehdet tippumismäriksi ja niille pannaan sinappikuoriaisen toukkia (*Phaedon cochleariae*).

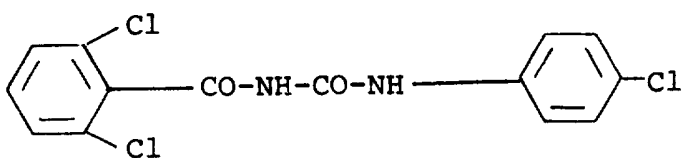
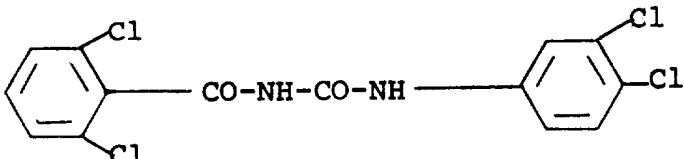
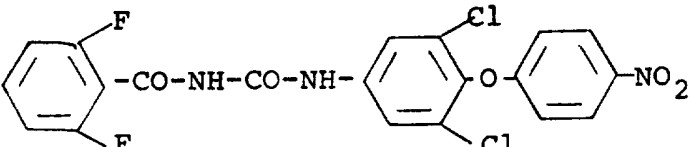
Ilmoitetun ajan kuluttua määritetään kuolleisuus %:eina. Tällöin 100 % merkitsee, että kaikki kuoriaisen toukat ovat kuolleet, ja 0 merkitsee, ettei yksikään kuoriaisen toukka ole kuollut.

Tehoaineet, tehoainepitoisuudet, arvioinnin ajankohta ja tulokset selviävät seuraavasta taulukosta 2.

Taulukko 2

(Kasveja vahingoittavat hyönteiset)

Phaedon-toukkakoe

Tehoaine	Tehoaine- pitoisuus %:eina	Kuolleisuus- aste %:eina 3 päivän kuluttua
	0,1 0,01 0,001	100 55 0
(tunnettu)		
	0,1 0,01 0,001	100 15 0
(tunnettu)		
	0,1 0,01 0,001	100 100 80

Esimerkki C

Koe loisivilla karpäsentoukilla.

Liutin: 35 paino-osaa etyleenipolyglykolimonometyylietteriä, 35 paino-osaa nonyylifenolipolyglykolieetteriä.

Tarkoituksenmukaisen tehoainevalmisteen valmistamiseksi sekoitetaan 30 paino-osaa kokeiltavaa aktiiviainetta ilmoitetun liuotinmäärän kanssa, joka sisältää yllä mainitun määrän emulgattoria ja näin saatu väkevöite laimennetaan vedellä haluttuun pitoisuuteen.

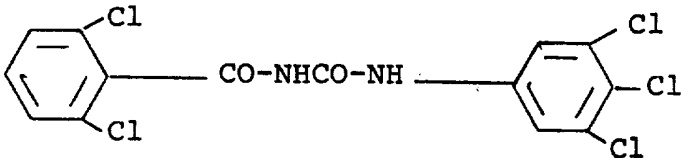
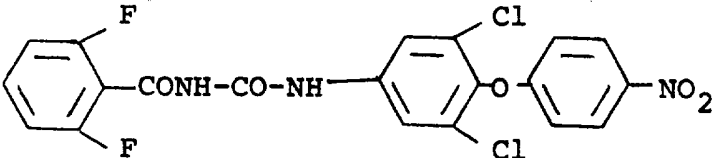
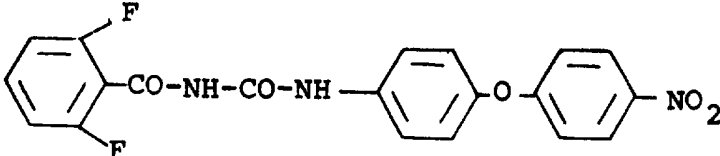
Noin 20 karpäsentoukkaa (*Lucilia cuprina*) viedään koeputkeen, joka sisältää noin 2 cm³ hevosenlihasta. Tälle hevosenlihalle kaadetaan 0,5 ml tehoainevalmistetta. 24 tunnin kuluttua määritetään kuolleisuusaste %:eina.

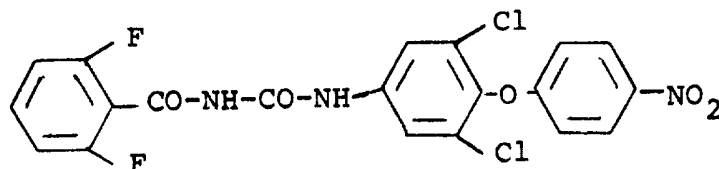
Tällöin 100 % merkitsee, että kaikki toukat ovat kuolleet, ja 0 %, ettei yksikään ole kuollut.

Tutkitut tehoaineet, käytetyt tehoainepitoisuudet ja saadut koetulokset nähdään seuraavassa taulukossa:

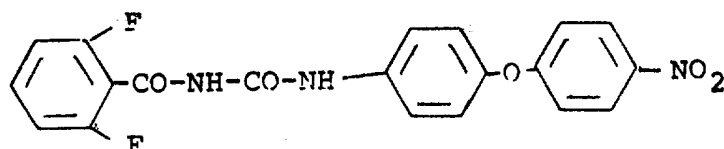
Taulukko 3

(koe loisivilla karpäsentoukilla [*Lucilia cuprina*] resistentti).

Tehoaine	Tehoainepitoisuus, ppm	Kuolleisuusaste %:eina
	1 000	0
(tunnettu)		
	1 000	100
	100	100
	1 000	100
	300	100

ValmistusesimerkitEsimerkki 1:

6 g:aan (0,02 moolia) 3,5-dikloori-4-(4'-nitrofenoksi)-aniliinia 100 cm³:ssä tolueenia tiputetaan 80°C:ssa liuos, jossa on 3,7 g (0,02 moolia) 2,6-difluoribentsoyyli-isosyanaattia 20 cm³:ssä tolueenia. Reaktioseosta sekoitetaan tunnin ajan 80°C:ssa. Seoksen jäädyttyä saostunut tuote suodatetaan imulla. Se pestään ensin tolueenilla ja sitten petrolieetterillä. Kuivaamisen jälkeen saadaan 8 g (83 % teoreettisesta) analyysipuhdasta 4-nitro-2', 6'-dikloori-4'-[N-(N'-2,6-difluoribentsoyyli)-ureido]difenyylieetteriä, sp. 226°C.

Esimerkki 2:

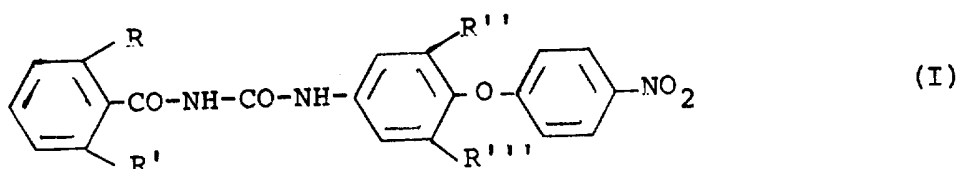
Liukseen, jossa on 115 g (0,05 moolia) 4-(4'-nitrofenoksi)aniliinia 100 cm³:ssä tolueenia ja 30 cm³:ssä asetonitriliä, tiputetaan 80°C:ssa liuos, jossa on 9,2 g (0,05 moolia) 2,6-difluoribentsoyyli-isosyanaattia 20 cm³:ssä tolueenia. Reaktioseosta sekoitetaan tunnin ajan 80°C:ssa. Erottunut aine suodatetaan imulla reaktioseoksen jäädyttyä 20°C:seen, se pestään tolueenilla ja petrolieetterillä. Kuivaamisen jälkeen saadaan 18 g (87 % teoreettisesta) 4-nitro-4'-[N-(N'-2,6-difluoribentsoyyli)-ureido]-difenyylieetteriä, sp. 240°C.

Seuraavat yhdisteet valmistetaan analogisesti esimerkkien 1 ja 2 kanssa:

Esimerkki n:o	Rakenne	Saanto (% teor.)	Fysikaali- set tunnus- luvut (sp. °C)
<u>3</u>		88	207
<u>4</u>		76	201
<u>5</u>		84	239
<u>6</u>		75	215
<u>7</u>		61	193

Patenttivaatimus

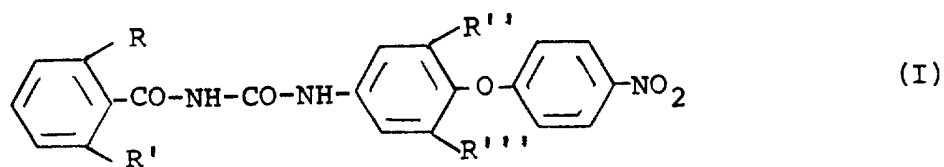
Insektisidiset bentsoyyliureidonitrodifenyylietterit,
joilla on kaava (I)



jossa R ja R' ovat samanlaisia tai erilaisia, ja R on kloori, fluori tai metyyli, ja R' on vety, kloori, tai fluori, R'' ja R''' ovat samanlaisia ja merkitsevät vetyä tai klooria, jolloin siinä tapauksessa, että R on kloori ja R' on vety, R'' ja R''' voivat merkitä vain vetyä.

Patentkrav

Insekticida bensoylureidonitrodifenyletrar med formel (I)



vari R och R' är lika eller olika och R är klor, fluor eller metyl, och R' är väte, klor eller fluor, R'' och R''' är lika och står för väte eller klor, varvid, ifall R står för klor och R' för väte, kan R'' och R''' stå enbart för väte.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Alankomaat-Nederländerna(NL)
7 105 350. Saksan Liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE) 2 123 236
(C 07 c 127/16).

Muita julkaisuja:-Andra publikationer:
J. of Agricultural and Food Chemistry, vol. 21, nro 13, 1973, p. 348-54.