



Patent dodatkowy

do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.01.78 (P. 203784)

Pierwszeństwo: 05.01.77 Republika Federalna
Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 25.09.78

Opis patentowy opublikowano: 15.09.1980

Int. Cl.²

A01N 9/22
C07D 231/06

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (Republika Federalna Niemiec)

Środek owadobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek owadobójczy zawierający jako substancję czynną nowe podstawione fenylokarbamoilo-2-pirazoliny.

Wiadomo, że chlorofenylokarbamoilo-2-pirazoliny, np. 1-(4-chlorofenylokarbamoilo)-3-(4-chlorofenylo)-5-metylo i 1-(4-chlorofenylokarbamoilo)-3,5-bis-(4-chloro-fenylo)-2-pirazolina wykazują działanie owadobójcze (opisy RFN DOS nr 2 304 584 i nr 2 529 689).

Stwierdzono, że nowe podstawione fenylokarbamoilo-2-pirazoliny o wzorze 1, w którym R oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy, R¹ oznacza atom wodoru lub rodnik chlorowcofenylowy, R² oznacza atom wodoru lub grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilotio, R³ oznacza atom wodoru, chlorowca, grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilotio i R⁴ oznacza atom chlorowca, przy czym jeden z symboli R² lub R³ oznacza grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilotio, mają działanie owadobójcze.

Nowe podstawione fenylokarbamoilo-2-pirazoliny o wzorze 1 otrzymuje się przez reakcję 2-pirazoliny o wzorze 2, w którym R, R¹ i R² mają wyżej podane znaczenie z izocyjanianami fenylu o wzorze 3, w którym R² i R³ mają wyżej podane znaczenie, ewentualnie wobec rozpuszczalnika.

Nowe podstawione fenylokarbamoilo-2-pirazoliny niespodziewanie wykazują znacznie lepsze działanie owadobójcze niż znane chlorofenylokarbamoilo-2-pirazoliny o analogicznej budowie, takim sa-

2

mych kierunku działania wzbogacają one zatem stan techniki.

W przypadku stosowania 3-(4-chlorofenylo)-2-pirazoliny i izocyjanianu 3-jednochlorodwufluorometoksy-4-chlorofenylo, jako związków wyjściowych, przebieg reakcji można przedstawić podanym schematem.

Stosowane związki wyjściowe przedstawiają ogólnie wzory 2 i 3. Korzystnie oznaczają w nich: R atom wodoru lub prosty lub rozgałęziony rodnik alkilowy o 1—3 atomach węgla, zwłaszcza metylowy, R¹ atom wodoru lub rodnik fenyloowy jedno- lub wielopodstawiony atomem chloru i/lub bromu, R² atom wodoru lub grupę chlorowcoalkoksyłową względnie chlorowcoalkilotio o 1—3 atomach węgla w rodniku alkilowym, zwłaszcza jednofluoro-, dwufiuoro-, trójfluoro-, jednochlorodwufiuoro-, dwuchlorojednofluoro-, jednochlorojednofluorometoksy- względnie -metylotio, ponadto 1,1,2,2-czterofluoroetoksy względnie — etylotio, R³ atom wodoru, chloru, bromu lub chlorowca lub grupę chlorowcoalkoksyłową względnie chlorowcoalkilotio o 1—3 atomach węgla i R⁴ atom chloru lub bromu.

Stosowane jako związki wyjściowe 2-pirazoliny o wzorze 2 są częściowo znane a nowe można wytworzyć według sposobów podanych w literaturze (opisy RFN DOS nr 2 304 584 i 2 529 689). Na przykład stosuje się: 3-(4-chlorofenylo)-2-pirazolinę, 3-(4-bromofenylo)-2-pirazolinę, 3-(3-chloro-

fenylo)-2-pirazolinę, 3-(3-bromofenylo)-2-pirazolinę, 3-(4-chlorofenylo)-4-metylo-2-pirazolinę, 3-(4-bromofenylo)-4-metylo-2-pirazolinę, 3-(3-chlorofenylo)-4-metylo-2-pirazolinę, 3,5-bis-(4-chlorofenylo)-2-pirazolinę, 3,5-bis-(4-bromofenylo)-2-pirazolinę, 3,5-bis-(3-chlorofenylo)-2-pirazolinę, 3,5-bis-(3-bromofenylo)-2-pirazolinę.

Stosowane również jako związki wyjściowe izocyjaniany fenylu o wzorze 3 są znane lub można je wytworzyć sposobem podanym w literaturze, np. z odpowiednich anilin i fosgenu (belgijski opis patentowy nr 746 566).

Przykładami tych związków są:

izocyjanian 3-jednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-dwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-trójfluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-jednochlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-dwuchlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-jednochlorodwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-(1,1, 2,2-czterofluoroetoksy)-fenylu,
 izocyjanian 3-jednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-dwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-trójfluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-jednochlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-dwuchlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-jednochlorodwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-(1,1, 2,2-czterofluoroetylofenylu),
 izocyjanian 4-jednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-dwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-trójfluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-jednochlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-dwuchlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-jednodwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 4-(1,1, 2,2-czterofluoroetoksy)-fenylu,
 izocyjanian 4-jednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-dwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-trójfluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-jednochlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-dwuchlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-jednochlorodwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 4-(1,1, 2,2-czterofluoroetylofenylu),
 izocyjanian 3-chloro-4-jednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-dwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-trójfluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-jednochlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-dwuchlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-jednochlorofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-(1,1, 2,2-czterofluoroetoksy)-fenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-jednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-dwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-trójfluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-trójfluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-jednochlorojednofluorometoksyfenylu,

izocyjanian 3-bromo-4-dwuchlorojednofluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-jednochlorodwufluorometoksyfenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-(1,1, 2,2-czterofluoroetoksy)-fenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-jednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-dwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-trójfluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-jednochlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-dwuchlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-chloro-4-jednochlorodwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-jednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-dwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-trójfluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-dwuchlorojednofluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-jednochlorodwufluorometylofenylu,
 izocyjanian 3-bromo-4-(1,1, 2,2-czterofluoroetylofenylu).

Reakcję prowadzi się w odpowiednich rozpuszczalnikach lub rozcieńczalnikach. Praktycznie można stosować wszystkie obojętne rozpuszczalniki organiczne, zwłaszcza alifatyczne i aromatyczne ewentualnie chlorowane węglowodory, np. benzen, toluen, ksylen, benzynę, chlorek metylenu, chloroform, czterochlorek węgla, chlorobenzen lub etery, np. eter etylowy i butylowy, dioksan, ponadto ketony, np. aceton, metyloetyloketon, metyloizopropylketon i metyloizobutyloketon, oprócz tego nityle, np. aceto- i propionitryl.

Reakcję można prowadzić w szerokim zakresie temperatur. Na ogół prowadzi się w temperaturze 20—120°C, korzystnie 50—90°C.

Reakcję prowadzi się na ogół pod ciśnieniem normalnym.

Przy przeprowadzaniu sposobu wprowadza się reagenty przeważnie w stosunku równoważnym. Nadmiar jednego lub drugiego reagenta nie daje istotnych korzyści. Reagenty łączy się przeważnie w jednym z podanych rozpuszczalników i w celu przeprowadzenia reakcji miesza się przez jedną lub kilka godzin w temperaturze podwyższonej, następnie roztwór poreakcyjny chłodzi się i wytrącony związek odsacza. Otrzymuje się związki w postaci krystalicznej i do ich charakterystyki służy temperatura topnienia.

Jak już podano, otrzymane takim sposobem przedstawione fenylkarbamoiolo-2-pirazoliny odznaczają się doskonałym działaniem owadobójczym. Działają one skutecznie na szkodniki roślin i w weterynarii na ektopasożyty takie jak pasożytujące larwy much. Niektóre związki wykazują również działanie grzybobójcze i bakterio-bójcze.

Substancje czynne dobrze tolerowane przez rośliny i nieznanie toksyczne dla stałocięplnych służą do zwalczania szkodników zwierząt zwłaszcza owadów występujących w rolnictwie, leśnictwie i przechowalnictwie, ochronie materiałów i higienie. Działają one na gatunki normalnie podat-

ne i uodpornione oraz na wszystkie lub poszczególne stadia rozwojowe.

Do podanych szkodników należą:

z rzędu Izopoda np. *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*,
z rzędu Diplopoda np. *Blaniulus guttulatus*;
z rzędu Chilopoda np. *Geopohilus carpophagus*,
Scutigera spec.;

z rzędu Symphyla np. *Scutigera immaculata*;

z rzędu Thysanura np. *Lepisma saccharina*;

z rzędu Collembola np. *Onychiurus armatus*;

z rzędu Orthoptera np. *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Laucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa* spp., *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differantialis*, *Schistocerca gregaria*;

z rzędu Dermaptera np. *Forficula suricularia*;

z rzędu Isoptera np. *Reticulitermes* spp.;

z rzędu Anoplura np. *Phylloxera vastatrix*, *Pamphigus* spp., *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus* spp., *Linognathus* spp.;

z rzędu Mellophaga np. *Trichodectes* spp., *Dama-linea* spp.;

z rzędu Thysanoptera np. *Hercinothrips fenoralis*, *Thrips tabaci*;

z rzędu Heteroptera np. *Eurygaster* spp., *Dysdercus intermedius*, *Fiesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Tristoma* spp.;

z rzędu Homoptera np. *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brassicorhynchus brassicae*, *Gryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigarum*, *Hyalopterus arundinis*, *Maorosiphum avenae*, *Myzus* spp., *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empasca* spp., *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetis oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidictus hederiae*, *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp.;

z rzędu Lepidoptera np. *Pactinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobis brumata*, *Lithocolletia blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosma neustria*, *Euproctis chrysorrhoea*, *Lymantria* spp., *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis* spp., *Euxoa* spp., *Felitris* spp., *Earias insulana*, *Heliothis* spp., *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammas*, *Prodenia litura*, *Spodoptera* spp., *Trichoplusia ni*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris* spp., *Chilo* spp., *Pyrausta nubilalis*, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysis ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*;

z rzędu Coleoptera np. *Anobium punctatum*, *Rhizopertha dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotera decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psylliodes chrysocaphala*, *Epilachna varivastis*, *Atomaria* spp., *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus assimilis*, *Hypera postica*, *Dermestes* spp., *Trogoderma* spp., *Anthrenus* spp., *Attagenus* spp., *Lyctus* spp., *Meligethes aeneus*, *Ptinus* spp., *Niptus hololeucus*, *Gibbium psyllioides*,

Tribolium spp., *Tenebrio molitor*, *Agriotes* spp., *Conoderus* spp., *Melolontha melolontha*, *Amphimellon solstitialis*, *Costelytra zealandica*;

z rzędu Hymenoptera np. *Diprion* spp., *Hoplocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Vespa* spp.;

z rzędu Diptera np. *Aedes* spp., *Anopheles* spp., *Culex* spp., *Drosophila melangaster*, *Musca* spp., *Fannia* spp., *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia* spp., *Chrysomya* spp., *Cutera* spp., *Gastrophilus* spp., *Hyppobosca* spp., *Stomoxys* spp., *Cestrus* spp., *Hypoderma* spp., *Tabanus* spp., *Tannia* spp., *Bibio hortulanus*, *Oscinella frit*, *Phorbia* spp., *Pegomya hyoscyami*, *Caratitia capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*;

z rzędu Siphonaptera np. *Xenopsylla cheopis*, *Caratophyllus* spp.;

z rzędu Arachida np. *Scorpio maurus*, *Latrodectus mactana*;

z rzędu Acarina np. *Acarus siro*, *Argas* spp., *Ornithodoros* spp., *Dermanyasus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptera oleivera*, *Boophilus* spp., *Rhipicephalus* spp., *Amblyomma* spp., *Hyalomma* spp., *Ixodes* spp., *Psoroptes* spp., *Chorioptes* spp., *Sarcoptes* spp., *Tarsonemus* spp., *Bryobia praetiosa*, *Panonychus* spp., *Tetranychus* spp.

Substancje czynne można przeprowadzić w zwykłe preparaty w postaci roztworów, emulsji, proszków zwilżalnych, zawiesin, proszków, proszków pylistych, pianek, past, proszków rozpuszczalnych, granulatów, aerozoli, koncentratów zawiesinowo-emulsyjnych, proszków do zaprawiania nasion, wprowadzić do substancji naturalnych i sztucznych, impregnowanych substancją czynną, mikrokapsulek w substancjach polimerycznych, otoczek nasion, do preparatów do odymień takich jak ładunki i świece dymne, oraz preparatów stosowanych w osobie ULV.

Preparaty te otrzymuje się w znany sposób, np. przez zmieszanie substancji czynnych z rozrzedzalnikami to jest ciekłymi rozpuszczalnikami, skroplonymi pod ciśnieniem gazami i/lub stałymi nośnikami, ewentualnie stosując substancje powierzchniowo czynne takie jak emulgatory i/lub dyspergatory i/lub środki pianotwórcze. W przypadku stosowania wody jako rozcieńczalnika można stosować np. rozpuszczalniki organiczne służące jako rozpuszczalniki pomocnicze.

Jako ciekłe rozpuszczalniki można stosować zasadniczo związki aromatyczne, np. ksylen, toluen, benzen lub alkilonaftaleny, chlorowane związki aromatyczne lub chlorowane węglowodory alifatyczne takie jak chlorobenzeny, chloroetyleny lub chlorek metylenu, węglowodory alifatyczne, takie jak cykloheksan lub parafiny np. frakcje ropy naftowej, alkohole, takie jak butanol lub glikol oraz ich etery i estry, ketony, takie jak aceton, metyloetyloketon, metyloizobutyloketon lub cykloheksanon, rozpuszczalniki o dużej polarności, takie jak dwumetyloformamid i sulfotlenek dwumetylowy oraz wodę; przy czym skroplonymi gazowymi rozcieńczalnikami lub nośnikami są ciecz, które w normalnej temperaturze i normalnym ciśnieniu są gazami, np. gazy aerozolutwórcze takie jak chlorowcowęglowodory oraz butan, propan,

azot i dwutlenek węgla. Jako stałe nośniki stosuje się naturalne mączki mineralne, takie jak kaoliny, tlenki glinu, talk, kreda, kwarc, etapulgit, montmorylonit lub diatomit i syntetyczne mączki nieorganiczne, takie jak kwas krzemowy o wysokim stopniu rozdrobnienia, tlenek glinu i krzemiany.

Jako stałe nośniki dla granulatów stosuje się kruszone i frakcjonowane naturalne minerały takie jak kalcyt, marmur, pumeks, sapolit, dolomit oraz syntetyczne granulaty z mączek nieorganicznych i organicznych oraz granulaty z materiału organicznego np. opilek tartacznych, łusek orzecha kokosowego, kolb kukurydzy i łodyg tytoniu.

Jako emulgatory i/lub substancje pianotwórcze stosuje się emulgatory niejonotwórcze i anionowe takie jak estry politlenku i kwasów tłuszczowych, etery politlenku etylenu i alkoholi tłuszczowych, np. etery alkiloarylo poliglikolowe, alkilosulfoniany, siarczany alkilowe, arylosulfoniany oraz hydrolizaty białka. Jako dyspergatory stosuje się np. ligninę, ługi posiarzynowe i metylocelulozę.

Preparaty mogą zawierać środki przyczepne takie jak karboksymetylocelulozę, polimery naturalne i syntetyczne, sproszkowane i mineralne lub w postaci lateksów takie jak guma arabska, alkohol poliwinylowy, polioctan winylu.

Można stosować barwniki takie jak pigmenty nieorganiczne, np. tlenek żelaza, tlenek tytanu, błękit pruski i barwniki organiczne, np. barwniki alizarynowe, azowe, metaloftalocyjaninowe i substancje śladowe takie jak sole żelaza, manganu, boru, miedzi, kobaltu, molibdenu i cynku.

Preparaty zawierają przeważnie 0,1—95% korzystnie 0,5—90% wagowych substancji czynnych.

Substancję czynną stosuje się w postaci koncentratów handlowych i/lub przygotowanych z nich preparatów roboczych.

Zawartość substancji czynnych w preparatach roboczych przygotowanych z koncentratów handlowych waha się w szerokich granicach. Stężenie substancji czynnych w preparatach roboczych może wynosić 0,0000001—100% wagowych, korzystnie 0,01—10% wagowych.

Stosowanie prowadzi się w sposób odpowiadający postaci preparatu roboczego.

Stosowanie substancji czynnych w weterynarii odbywa się w znany sposób na przykład przez zanurzanie, opryskiwanie, podlewanie i pudrowanie.

Przykład I. Testowanie larw Phaedon.

Rozpuszczalnik: 3 części wagowe acetonu; emulgator: 1 część wagowa eteru alkiloarylopoliglikolowego. Celem otrzymania odpowiedniego preparatu substancji czynnej miesza się 1 część wagową substancji czynnej z podaną ilością rozpuszczalnika i podaną ilością emulgatora i rozcieńcza się koncentrat wodą dożądanego stężenia.

Otrzymanym preparatem substancji czynnej opryskuje się liście kapusty (*Brassica oleracea*) do oroszenia i obsadza larwami zączki chrzanówki (*Phaedon cochleariae*). Po podanym czasie ustala się śmiertelność, przy czym 100% oznacza, że larwy zączki zostały zabite, a przez 0%, że żadna larwa nie została zabita.

W tablicy I podaje się stosowane substancje czynne, stężenie substancji czynnych, czas obserwacji i uzyskane wyniki.

5 Tablica I
(Owady szkodniki roślin)
Testowanie larw Phaedon

Substancje czynne	Stężenie substancji czynnych w %	Śmiertelność w % po 4 dniach
związek o wzorze 4 (znany)	0,01 0,001	100 0
związek o wzorze 5 (znany)	0,01 0,001	100 0
związek o wzorze 6	0,01 0,001	100 100
związek o wzorze 7	0,01 0,001	100 100
związek o wzorze 8	0,01 0,001	100 100
związek o wzorze 9	0,01 0,001	100 95

Przykład II. Testowanie Laphygma.

Rozpuszczalnik: 3 części wagowe dwumetyloformamidu; emulgator: 1 część wagowa eteru alkiloarylopoliglikolowego.

W celu otrzymania odpowiedniego preparatu substancji czynnej miesza się 1 część wagową substancji czynnej z podaną ilością rozpuszczalnika i podaną ilością emulgatora, po czym koncentrat rozcieńcza się wodą dożądanego stężenia.

Otrzymanym preparatem substancji czynnej opryskuje się do oroszenia liście bawełny (*Gossypium hirsutum*) i obsadza gąsienicami Laphygma exiqua.

Po podanym czasie ustala się śmiertelność w %, przy czym 100% oznacza, że wszystkie gąsienice zostały zabite, a 0%, że żadna gąsienica nie została zabita.

W tablicy II podaje się substancje czynne, stężenie substancji czynnych oraz uzyskane wyniki.

Przykład III. Testowanie pasożytujących larw much.

Emulgator: 80 części wagowych polieteru glikolu modyfikowanego olejem rycynowym.

W celu otrzymania odpowiedniego preparatu substancji czynnej miesza się 20 części wagowych substancji czynnej z podaną ilością emulgatora, po czym otrzymaną mieszaninę rozcieńcza się wodą dożądanego stężenia.

Do próbówki, zaopatrzonej w korek z waty, zawierającej około 3 ml 20%-owej zawiesiny wodnej sproszkowanego żółtka jajka wprowadza się około 20 larw *Lucilia cuprina*. Do zawiesiny wprowadza się 0,5 ml preparatu substancji czynnej. Po 24 godzinach oznacza się śmiertelność w %, przy czym 100% oznacza, że wszystkie larwy zostały zabite, a 0%, że żadna larwa nie została zabita.

W tablicy III podaje się substancje czynne, stężenie substancji czynnych oraz uzyskane wyniki.

Tablica II
Owady szkodniki roślin
Testowanie Laphygma

Substancja czynna	Stężenie substancji czynnych w %	Śmiertelność w % po 4 dniach
związek o wzorze 5 (znany)	0,1	100
	0,01	80
	0,001	0
związek o wzorze 10	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
związek o wzorze 11	0,1	100
	0,01	100
	0,001	70
związek o wzorze 13	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
związek o wzorze 14	0,1	100
	0,01	100
	0,001	80
związek o wzorze 15	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100

Tablica III
Testowanie pasożytujących larw much

Substancja czynna	Stężenie substancji czynnej w ppm	Działanie niszczące w % Lucilia cuprina odporna
związek o wzorze 6	1000	100
	300	100
	100	100
związek o wzorze 16	1000	100
	300	100
	100	100
związek o wzorze 15	1000	100
	100	100
związek o wzorze 10	1000	100
	300	100
	100	100

Przykłady wytwarzania.

Przykład IV. Do roztworu 8,74 g (0,03 mola) 3-(4-chlorofenylo)-5-(4-chlorofenylo)-2-pirazoliny w 100 cm³ toluenu dodaje się w temperaturze 50°C 5,55 g (0,03 mola) izocyjanianu 4-dwufluorometoksyfenylu w 20 cm³ toluenu i wsad miesza się przez 2 godziny w temperaturze 80°C. Po ochłodzeniu wydziela się wytrącony produkt przez odsączenie. Otrzymuje się 5 g (35% wydajności teoretycznej) 1-(4-dwufluorometoksyfenylokarbamoi-
lu)-3-(4-chlorofenylo)-5-(4-chlorofenylo)-2-pirazoliny, wzór 17, o temperaturze topnienia 174°C.

Przykład V. Do roztworu 9 g (0,05 mola) 3-(4-chlorofenylo)-2-pirazoliny w 60 cm³ toluenu dodaje się w temperaturze 60°C 127 g (0,05 mola) izocyjanianu 3-chloro-4-jednochlorodwufluorometoksyfenylu w 20 cm³ toluenu, wsad miesza się przez

2. godziny w temperaturze 80°C.

Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej wytrąca się produkt, który odsącza się.

Otrzymuje się 8,5 g (39% wydajności teoretycznej) 1-[3-chloro-4-jednochlorodwufluorometoksyfenylo)-karbamoi-
lo]-3-(4-chlorofenylo)-2-pirazoliny, wzór 9, o temperaturze topnienia 161°C.

Według przykładów IV i V otrzymuje się związki podane w tablicach IV—VI. Wydajności nie oznaczono.

Tablica IV
Związki o wzorze 18

Przykład nr	R ²	R ³	Temperatura topnienia °C
VI	OCF ₂ Cl	Cl	161
VII	SCF ₂ Cl	Cl	165
VIII	OCF ₃	Cl	173
IX	H	SCF ₃	172
X	H	OCF ₃	177
XI	SCF ₃	H	160
XII	SCF ₃	Cl	193
XIII	OCF ₃	H	180

Tablica V
Związki o wzorze 19

Przykład nr	R ²	R ³	Temperatura topnienia °C
XIV	OCHF ₂	H	150,5
XV	SCF ₂ Cl	Cl	180
XVI	OCF ₃	H	127
XVII	H	OCF ₃	128
XVIII	H	SCF ₃	155
XIX	SCF ₃	H	155
XX	OCF ₃	Cl	176
XXI	SCF ₃	Cl	178
XXII	OCHF ₂	Cl	174
XXIII	OCF ₂ -CHF ₂	H	134

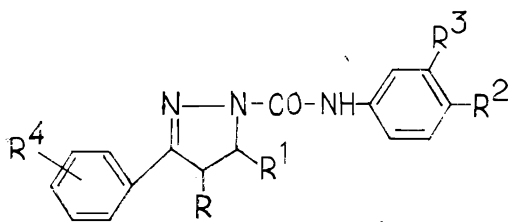
Tablica VI
Związki o wzorze 20

Przykład nr	R ²	R ³	R ⁴	Temperatura topnienia °C
XXIV	OCF ₂ Cl	Cl	Cl	127
XXV	OCHF ₂	H	Cl	130—131
XXVI	SCF ₂ Cl	Cl	Cl	158
XXVII	OCHF ₂	H	Br	157—138
XXVIII	OCF ₃	H	Br	159
XXIX	H	SCF ₃	Br	140—241
XXX	SCF ₂ Cl	Cl	Br	173,5
XXXI	OCF ₂ -CF ₂ H	H	Br	187,5
XXXII	SCF ₃	Cl	Br	151,5
XXXIII	OCHF ₂	Cl	Br	150

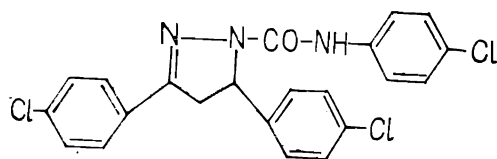
Zastrzeżenie patentowe

Środek owadobójczy zawierający substancję czynną, nośnik i/lub substancje powierzchniowo-⁵czynne, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera fenylkarbamoilo-2-pirazoliny o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza atom wodo-

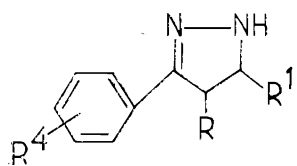
ru lub rodnik alkilowy, R¹ oznacza atom wodoru lub rodnik chlorowcofenylowy, R² oznacza atom wodoru, grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilolio, R³ oznacza atom wodoru, chlorowca, grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilolio i R⁴ oznacza atom chlorowca, przy czym jeden z symboli R² lub R³ oznacza grupę chlorowcoalkoksyłową lub chlorowcoalkilolio.



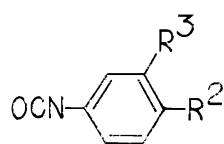
Wzór 1



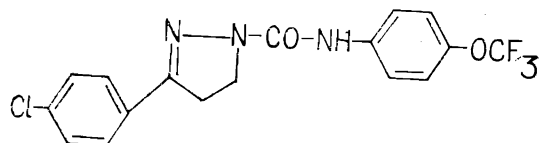
Wzór 5



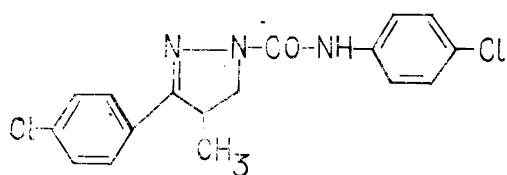
Wzór 2



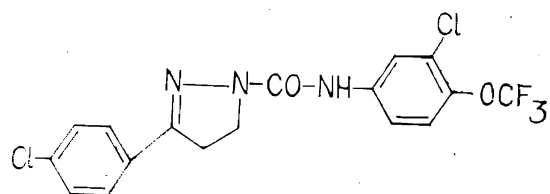
Wzór 3



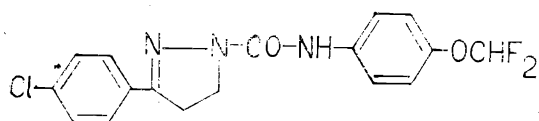
Wzór 6



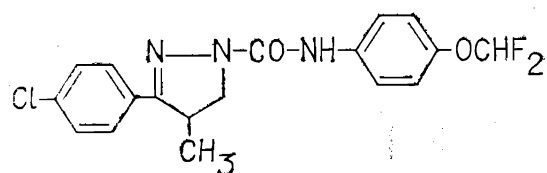
Wzór 4



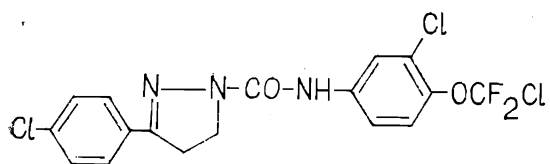
Wzór 7



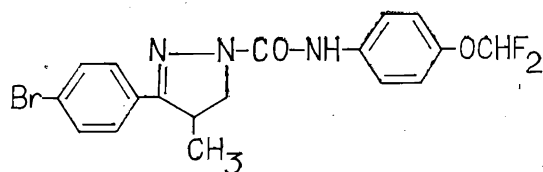
Wzór 8



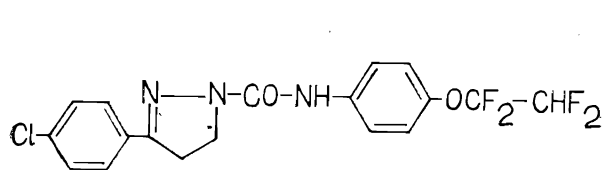
Wzór 11



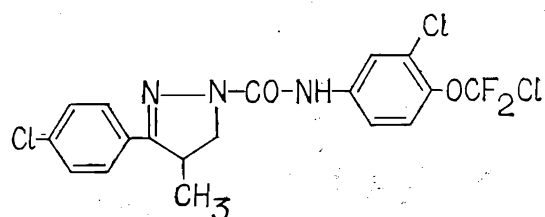
Wzór 9



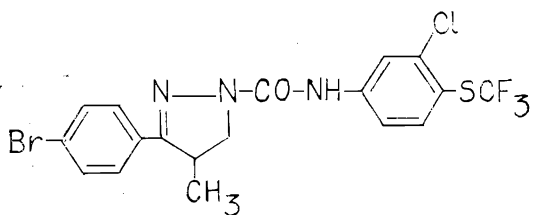
Wzór 12



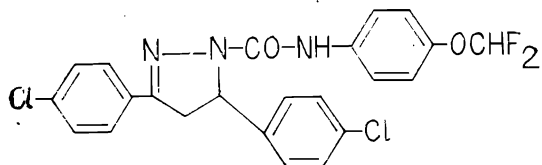
Wzór 10



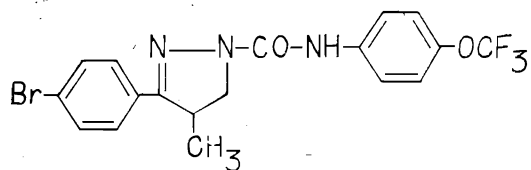
Wzór 13



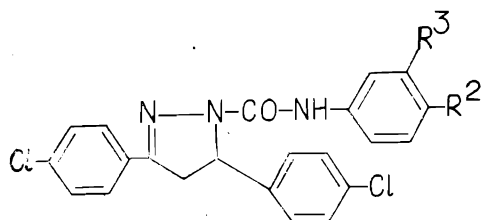
Wzór 14



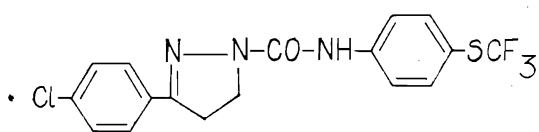
Wzór 17



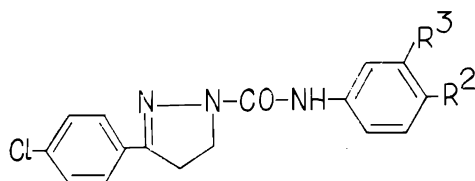
Wzór 15



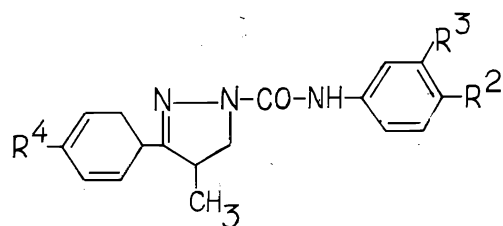
Wzór 18



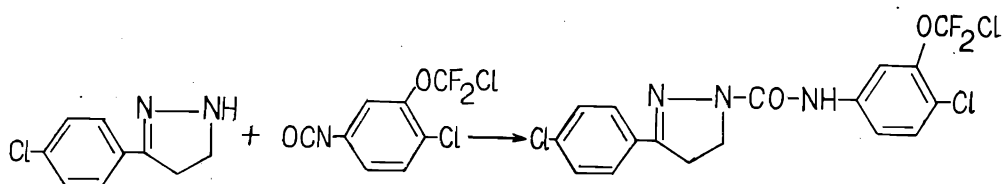
Wzór 16



Wzór 19



Wzór 20



Schemat