



CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
P. O. Box 1000 01-000 Warszawa

Int. Cl.²

A01N 9/20

//C07C 127/19

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 18.01.77 (P. 195379)

Pierwszeństwo: 20.01.76 Republika Federalna Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 05.12.77

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1979

Twórca wynalazku: _____

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

Środek owadobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek owadobójczy zawierający jako substancję czynną nowe N-fenyl-N'-benzoilomoczniki.

Wiadomo, że pewne benzoilomoczniki, np. N-(2,6-dwuchlorobenzoilo)-N'-(4-chloro względnie 3,4-dwuchlorofenilo)-mocznik mają właściwości owadobójcze (opis RFN DOS 2 123 236).

Stwierdzono, że nowe N-fenyl-N'-benzoilomoczniki o wzorze 1, w którym R oznacza grupę chlorowcoalkilową o 1—4 atomach węgla, R¹ oznacza atom wodoru lub atom chlorowca, R² oznacza atom chlorowca, grupę nitrową, rodnik alkilowy o 1—3 atomach węgla lub grupę alkoksylową o 1—3 atomach węgla, X oznacza atom tlenu lub siarki i n oznacza liczbę 0—5, odznaczającą się silnym działaniem owadobójczym.

Nowe N-fenyl-N'-benzoilomoczniki o wzorze 1 otrzymuje się przez reakcję a) podstawionych aniliny o wzorze 2, w którym R, R' i X mają wyżej podane znaczenie, z izocyjanianami benzoilu o wzorze 3, w którym R² i n ma wyżej podane znaczenie ewentualnie w środowisku rozpuszczalnika, lub przez reakcję b) podstawionych izocyjanianów fenylu o wzorze 4, w którym R, R' i X mają wyżej podane znaczenie, z benzamidami o wzorze 5, w którym R² i n mają wyżej podane znaczenie, ewentualnie w środowisku rozpuszczalnika.

Nowe N-fenyl-N'-benzoilomoczniki wykazują niespodziewanie znacznie lepsze działanie owadobójcze niż zbliżone, znane ze stanu techniki zwią-

2

ki o analogicznej budowie i takim samym kierunku działania. Wzbogacają one zatem stan techniki.

W przypadku stosowania w postępowaniu a) 3-chloro-4-trójfluorometoksyaniliny i izocyjanianu 2-chlorobenzoilu i w postępowaniu b) izocyjanianu 3-chloro-4-trójfluorometoksyfenylu i 2,6-dwufluorobenzamidu, jako substancji wyjściowych, przebieg reakcji można przedstawić odpowiednio schematami 1 i 2.

Stosowane związki wyjściowe przedstawiają ogólnie wzory 2—5. We wzorach tych R oznacza korzystnie prostą lub rozgałęzioną grupę chlorowcoalkilową o 1—3, zwłaszcza 1 lub 2 atomach węgla, R¹ oznacza korzystnie atom wodoru lub chloru R² oznacza grupę nitrową, atom fluoru, chloru, bromu, jodu, rodnik metylowy, etylowy, grupę metoksyłową lub etoksyłową i n oznacza liczbę 0—3.

Stosowane jako związki wyjściowe przedstawione aniliny o wzorze 2 są znane lub można je wytworzyć według sposobów podanych w literaturze (np. J. Org. Chem. 25, (1960), 965 i 25, (1964) 1; Am. Soc. 73, (1951), 5831; Bull. Soc. Chim. France 4, (1957), 531; Zobszcz. Chim. 35, (1965), 1377 przekład angielski; Am. Soc. 83, (1961), 4360; opis patentowy St. Zjedn. Am. nr 3 387 037). Grupę aminową można przeprowadzić w znany sposób w grupę izocyjanianową, np. przez reakcję z fosgenem przy czym otrzymuje się odpowiednio izocyjaniany fenylu o wzorze 4.

Na przykład stosuje się: 4-trójfluorometoksy-, 4-trójfluorometylotio-, 3-trójfluorometoksy-, 3-trójfluorometylotio-, 2-trójfluorometoksy-, 2-trójfluorometylotio-, 3-chloro-n-trójfluorometoksy-, 3-chloro-4-trójfluorometylotio-, 4-dwufluorojednochlorometylotio-, 3-chloro-4-dwufluorojednochlorometylotio-, 2-chloro-4-dwufluorojednochlorometylotio-, 4-(2-chloro-1,1,2-trójfluorometoksy)-, 3-chloro-4-(2-chloro-1,1,2-fluorometoksy)-anilinę względnie — fenyloizocyjany.

Stosowane jako związki wyjściowe izocyjany benzoilu o wzorze 3 są znane (J. Org. Chem. 30 112), strony 4306—4307 (1965), również znane są benzamidy o wzorze 5 (Beilstein Handbuch der organischen Chemie tom 9, strona 336).

Na przykład stosuje się: 2-metylo-, 2-etylo-, 3-metylo-, 3-etylo-, 4-metylo-, 4-etylo-, 2-chloro-, 4-chloro-, 2,4-dwuchloro-, 2,4-dwufluoro-, 2,6-dwuchloro-, 2,6-dwufluoro-, 2-fluoro-, 2-bromo-, 2-jodo-, 2-nitro-, 3-nitro-, 4-nitro-, 2-metoksy-, 2-eto-

ksy- i 2,4,6-trójchloro-benzoiloizocyjany względnie — benzamid.

Wytwarzanie N-fenyl-N'-benzoilo-moczników odbywa się korzystnie w środowisku odpowiednich rozpuszczalników lub rozcieńczalników. Praktycznie stosuje się wszystkie obojętne rozpuszczalniki organiczne, zwłaszcza alifatyczne i aromatyczne, ewentualnie chlorowane węglowodory, np. benzen, toluen, ksylen, benzynę, chlorek metylenu, chloroform, czterochlorek węgla, chlorobenzen lub eter, np. eter etylowy, butylowy, dioksan, następnie ketony, np. aceton, metyloetyloketon, metyloizopropylketon i metyloizobutyloketon oprócz tego nityle, np. acetonitryl i propionitryl.

Reakcję prowadzi się w szerokim zakresie temperatur, na ogół w temperaturze 0—120°C, korzystnie 70—85°C. Reakcję prowadzi się na ogół pod ciśnieniem normalnym.

Reagenty wprowadza się korzystnie w stosunkach równomolowych. Nadmiar jednego lub drugiego reagenta nie daje istotnych korzyści. Przeważnie reagenty wprowadza się do jednego z podanych rozpuszczalników.

Stosowane w postępowaniu b) podstawione izocyjany fenylu o wzorze 4 można wprowadzić same lub bez międzyoperacyjnego wydzielenia w postaci ich mieszaniny reakcyjnej otrzymanej po reakcji aminy z fosgenem. Ten roztwór reakcyjny traktuje się w jednym z podanych rozpuszczalników benzamidem o wzorze 5.

Reakcję prowadzi się w podanych warunkach i wytracone produkty wydziela się w znany sposób przez odsączenie, przemywanie i ewentualnie przekrystalizowanie. Związek otrzymuje się w postaci krystalicznej o ostrej temperaturze topnienia.

Jak już podano N-fenyl-N'-benzoilomoczniki odznaczają się doskonałym działaniem owadobójczym. Działają one nie tylko na szkodniki roślin lecz również zwierząt (ektopasożyty), np. pasożytujące larwy much. Z tego względu związki o wzorze 1 można stosować z dobrym wynikiem w postaci środków szkodnikobójczych w ochronie roślin i w weterynarii.

Substancje czynne dobrze tolerowane przez rośliny i nieznacznie toksyczne dla stałocieplnych sto-

suje się do zwalczania pasożytów zwierząt, zwłaszcza owadów, występujących w rolnictwie, leśnictwie, przechowalnictwie i ochronie materiałów oraz higienie. Działają one na gatunki zwykle podatne jak i uodpornione oraz na wszystkie lub poszczególne stadia rozwojowe. Do takich szkodników należą:

z rzędu Isopoda np. *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*;

z rzędu Diplopoda np. *Blaniulus guttulatus*;

z rzędu Chilopoda np. *Geophilus 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. *Blattia orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Grylotalpa* spp., *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*;

z rzędu Dermaptara np. *Forficula auricularia*;

z rzędu Isoptera np. *Reticulitermes* spp.;

z rzędu Anoplura np. *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus* spp., *Pediculus humanus corporis*, *Haemotopionus* spp., *Linognathus* spp.;

z rzędu Mallophaga np. *Trichodectes* spp., *Damulinea* spp.;

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

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

z rzędu Homoptera np. *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus* spp., *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca* spp., *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp.;

z rzędu Lepidoptera np. *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chrysothoea*, *Lymantria* spp., *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis* spp., *Euxoa* spp., *Feltia* spp., *Earias insulana*, *Heliothis* spp., *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera* spp., *Trichoplusia ni*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris* spp., *Chilo* spp., *Pyrausta nubilalis*, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capua refulcana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysis ambiguella*, *Hornona magnanima*, *Tortrix viridana*;

z rzędu Coleoptera np. *Anobium punctatum*, *Rhizopertha dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria* spp., *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*,

Ceuthorrhynchus assimilis, Hypera postica, Dermestes spp., Trogoderma spp., Anthrenus spp., Lyctus spp., Attageron spp., Meligethes aeneus, Ptinus spp., Niptus hololeucus, Gibbium psyllodes, Tribolium spp., Tenebrio molitor, Agriotes spp., Conoderus spp., Melolontha melolontha, Amphimallon solstitialis, Costelytra zealandica;

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

z rzędu Diptera np. Aedes spp., Anopheles spp., Culex spp., Drosophila melanogaster, Musca spp., Fannia spp., Calliphora erythrocephala, Lucilia spp., Chrysomyia spp., Cuterebra spp., Gastrophilus spp., Hyppobosca spp., Stomoxys spp., Oestrus spp., Hypoderma spp., Tabanus spp., Tannia spp., Bibio hortulanus, Oscinella frit, Phorbia spp., Pegomyia hyoscyami, Ceratitis capitata, Dacus oleae, Tipula paludosa;

z rzędu Siphonaptera np. Xenopsylla cheopis, Ceratophylus spp.

Substancje czynne można przeprowadzić w zwykłe preparaty w postaci roztworów, emulsji, proszków zwilżalnych, zawiesin, proszków, proszków do opylań, pianek, past, proszków rozpuszczalnych i granulatów, aerozoli koncentratów zawiesinowo-emulsyjnych, proszków do zaprawy nasion wprowadzić do substancji naturalnych i sztucznych impregnowanych substancję czynną, mikrokapsulek, otoczek nasion, następnie preparatów do gazowań takich jak ładunki i świece dymne oraz preparatów służących do opyleń mgławicowych w sposobie ULV stosowanych na zimno i ciepło.

Preparaty można otrzymać w znany sposób np. przez zmieszanie substancji czynnych z rozcieńczalnikami 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 substancje pianotwórcze. W przypadku stosowania wody jako rozcieńczalnika można też stosować rozpuszczalniki organiczne jako rozpuszczalniki pomocnicze.

Jako rozpuszczalniki ciekłe można stosować związki aromatyczne, np. ksylen, toluen, 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 estery 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 ciecze, które w normalnej temperaturze i normalnym ciśnieniu są gazami, np. gazy aerosolotwórcze takie jak chlorowcowęglowodory oraz butan, propan, azot i dwutlenek węgla.

Jako stałe nośniki stosuje się naturalne mączki mineralne, takie jak kaoliny, tlenki glinu, talk, kwarc atapulgit, montmorylonit lub diatomit i syntetyczne mączki nieorganiczne, takie jak kwas

krzemowy o wysokim stopniu rozdrobnienia, tlenek glinu i krzemiany.

Jako nośnik dla granulatów stosuje się pokruszone frakcjonowane naturalne minerały takie jak kalcyt, marmur, sepiolit, dolomit oraz syntetyczne granulaty z mączek organicznych i nieorganicznych oraz granulaty z organicznego materiału, np. z opilek tartacznych, łusek orzechów, kolb kukurydzianych i łądy tytoniu.

Jako emulgatory i/lub środki pianotwórcze stosuje się emulgatory niejonotwórcze i anionowe, takie jak estry politlenku etylenu i kwasów tłuszczowych, estery politlenku etylenu i alkoholi tłuszczowych, np. estery alikloarylowopoliglikolowe, alkilosulfoniany, siarczany alkilowe, arylosulfoniany oraz hydrolizaty białka. Jako środki dyspergujące stosuje się np. ligninę, ługi posiarzynowe i metylocelulozę.

Preparaty mogą zawierać środki przyczepne takie jak karboksymetylocelulozę, naturalne i syntetyczne sproszkowane, ziarniste lub podobne do lateksów polimery np. gumę arabską, polichlorek winylowy i polioctan winylu. Można też stosować barwniki takie jak pigmenty organiczne, np. tlenek żelaza, tlenek tytanu, błękit żelazowy i barwniki organiczne alizarynowe, azowe, metaloftalocyjanio-we i substancje śladowe takie jak sole żelaza, manganu, boru, miedzi, kobaltu, molibdenu i cynku. Preparaty zawierają na ogół 0,1—75% wagowych, korzystnie 0,5—90% wagowych substancji czynnej.

Substancję czynną stosuje się w postaci zwykłych preparatów znajdujących się w handlu i/lub przygotowanych z nich preparatów roboczych. Zawartość substancji czynnej w preparatach roboczych przygotowanych z produktów handlowych zawiera się w szerokich granicach i może wynosić 0,000001—100% wagowych, korzystnie 0,01—10% wagowych. Sposób stosowania uzależniony jest od postaci roboczej preparatu.

Stosowanie substancji czynnych w weterynarii odbywa się w znany sposób na przykład per os w postaci tabletek, kapsulek, napojów i granulatów, dermalnie na przykład przez zamieszanie, opryskiwanie, polewanie i pudrowanie jak również pozajelitowo w postaci zastrzyków.

Przykład I. Testowanie larw Phaeton. Rozpuszczalnik: 15 części wagowych dwumetyloformamid; 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 i koncentrat rozcieńcza się wodą dożądanego stężenia.

Otrzymanym preparatem podlewa się do oroszenia liście kapusty (Brassica oleracea) i obsadza się larwami zączki chrzanówki (Phaedon cochleariae). Po podanym czasie oznacza ich śmiertelność w %, przy czym 100% oznacza, że wszystkie larwy zostały zabite, 0% że żadna larwa nie została zabita.

W tablicy 1 podaje się substancje czynne, stężenie substancji czynnych, czasy obserwacji i wyniki.

7
Tablica 1
Testowanie larw Phaeton

| Substancja czynna z przykładowego nr | Stężenie substancji czynnej w ‰ | Śmiertel- ność w ‰ po 3 dniach |
|---|--|--------------------------------------|
| 1 | 2 | 3 |
| związek o wzorze 6 (znany) | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 30 |
| | 0,001 | 0 |
| związek o wzorze 7 (znany) | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 15 |
| | 0,001 | 0 |
| LXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 95 |
| LXV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 100 |
| XIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 100 |
| XLV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 80 |
| XLVIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 100 |
| XXXIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 90 |
| XXXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 80 |
| XXXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 100 |
| LXXXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 90 |
| LXXXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 65 |
| LXXIX | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 80 |
| LXXX | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 85 |
| XXV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 85 |
| XXIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 65 |
| XXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,001 | 80 |

Przykład II. Testowanie Plutella. Rozpuszczalnik: 15 części wagowych dwumetyloformamidu; emulgator: 1 część wagowa eteru alkiloarylopoliglikolowego.

8
W celu otrzymania odpowiedniego preparatu substancji czynnej miesza się 1 część substancji czynnej z podaną ilością rozpuszczalnika i podaną ilością emulgatora, po czym koncentrat rozcieńcza się wodą dożądanego stężenia.

Otrzymanym preparatem opryskuje się do oroszenia liście kapusty (*Brasica oleracea*) i obsadza gąsienicami taniusia krzyżowiczka (*Plutella maculipennis*). Po podanym czasie ustala się śmiertelność w ‰, przy czym 400‰ oznacza, że wszystkie gąsienice zostały zabite, a 0‰, że żadna gąsienica nie została zabita.

W tablicy 2 podaje się substancje czynne, stężenie substancji czynnych, czas obserwacji oraz uzyskane wyniki.

Tablica 2
(Owady szkodniki roślin)
Testowanie Plutella

| Substancja czynna z przykładowego nr | Stężenie substancji czynnej w ‰ | Śmiertel- ność w ‰ po 7 dniach |
|---|--|--------------------------------------|
| 1 | 2 | 3 |
| związek o wzorze 6 (znany) | 0,1 | 65 |
| | 0,01 | 0 |
| | 0,01 | 100 |
| LXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXVI | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| VI | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLVI | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLVII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLVIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XLV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXVIX | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXXIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXXVII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXXVI | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| | 0,01 | 100 |

| 1 | 2 | 3 |
|---------------------|------|-----|
| LXXXI | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXXXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXXXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXXIX | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXXVIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| LXXX | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXIV | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXIII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| XXII | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 8 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 9 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 10 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 11 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 12 | | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 13 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 14 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 15 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 16 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 17 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 18 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 19 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 20 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 21 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 22 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 23 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 24 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 25 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 26 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |
| związek o wzorze 27 | 0,1 | 100 |
| | 0,01 | 100 |

Przykład III. Testowanie Laphygma. Rozpuszczalnik: 3 części wagowe dwumetyloformamidu; emulgator: 1 część wagowa eteru alkiloarylowopoliglikolowego.

5 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 do żadanego stężenia.

10 Otrzymanym preparatem substancji czynnej opryskuje się mgławicowo do orosienia liście bawełny (*Gossypium hirsutum*) i obsadza gąsienicami *Laphygma exiqua*. Po podanym czasie ustala się śmiertelność w %, przy czym 100%/g oznacza, że wszystkie gąsienice zostały zabite, 0%/g oznacza, że żadna gąsienica nie została zabita.

15 W tablicy 3 podaje się substancje czynne, stężenie substancji czynnych, czasy obserwacji oraz uzyskane wyniki.

20 Tablica 3
Owady szkodniki roślin
Testowanie Laphygma

| | Substancja czynna z przykładu nr | Stężenie substancji czynnej w %/g | Śmiertelność w %/g po 7 dniach |
|----|----------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| | 1 | 2 | 3 |
| 25 | | | |
| | związek o wzorze 7 (znany) | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 50 |
| | | 0,00001 | 0 |
| | LXII | 0,001 | 10 |
| | | 0,0001 | 100 |
| 30 | | 0,00001 | 100 |
| | LXIII | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 100 |
| | LXVI | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| 35 | | 0,00001 | 95 |
| | LXV | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 95 |
| | LIV | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 90 |
| | VI | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 95 |
| | | 0,00001 | 90 |
| 40 | | 0,0001 | 100 |
| | XLVIII | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 80 |
| | XXXIV | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 95 |
| | | 0,00001 | 65 |
| | XXXIII | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 90 |
| 50 | | 0,0001 | 100 |
| | LXXXIII | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 80 |
| | LXXIX | 0,001 | 100 |
| | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 80 |
| 55 | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 90 |
| 60 | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 80 |
| 65 | | 0,0001 | 100 |
| | | 0,00001 | 90 |

| 1 | 2 | 3 |
|------|---------|-----|
| LXXX | 0,001 | 100 |
| | 0,0001 | 100 |
| | 0,00001 | 85 |
| XXV | 0,001 | 100 |
| | 0,0001 | 100 |
| | 0,00001 | 100 |
| XXIV | 0,001 | 100 |
| | 0,0001 | 90 |
| | 0,00001 | 90 |
| XXII | 0,001 | 100 |
| | 0,0001 | 100 |
| | 0,00001 | 100 |

Przykład IV. Testowanie pasożytujących larw muchy. Rozpuszczalnik: 35 części wagowych eteru jednometylowego glikolu etylenowego i 3 części wagowych eteru nonylofenylopoliglikolowego.

W celu otrzymania odpowiedniego preparatu substancji czynnej miesza się 30 części wagowych odpowiedniej substancji czynnej z podaną ilością rozpuszczalnika zawierającego podaną ilość emulgatora, po czym koncentrat rozcieńcza się wodą, dożądanego stężenia.

Do próbówki zawierającej około 1 cm³ mięsa końskiego wprowadza się po 30–50 larw muchy (*Lucilia cuprina*). Na mięso końskie 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 4 podaje się badane substancje czynne ich stężenie oraz uzyskane wyniki.

Tablica 4

Testowanie pasożytujących larw muchy
(*Lucilia cuprina* odporna)

| Substancja czynna z przykładu nr | Stężenie substancji czynnej w ppm | Śmiertelność w % |
|----------------------------------|-----------------------------------|------------------|
| 1 | 2 | 3 |
| XXXV | 1000 | 100 |
| | 300 | 100 |
| LXVII | 1000 | 100 |
| LXVIII | 1000 | 100 |
| LXXVIII | 1000 | 100 |
| | 300 | 100 |
| LXXII | 1000 | 100 |
| | 300 | 100 |
| XXIII | 1000 | 100 |
| | 300 | 100 |
| XXIV | 100 | 100 |
| | 1000 | 100 |

Przykłady wytwarzania.

Przykład V. Do 5,4 g (0,03 mola) 4-trójfluorometoksyaniliny w 80 ml toluenu dodaje się w temperaturze 60°C roztwór 6,5 g (0,03 mola) izo-

cyjanianu 2,6-dwuchlorobenzolu w 20 cm³ toluenu. Wsad miesza się przez 2 godziny w temperaturze 80°C, część rozpuszczalnika oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem i wytrącony produkt odścaza się. Po osuszeniu otrzymuje się 10 g (84,5% wydajności teoretycznej) czystego analitycznie N'-(4-trójfluorometoksyfenylo)-N'-(2,6-dwuchlorobenzolo)-mocznika, wzór 28, o temperaturze topnienia 202°C. Według przykładu I otrzymuje się związki zestawione w tablicy 5, przy czym możliwe jest zwiększenie podanych wydajności.

Tablica 5

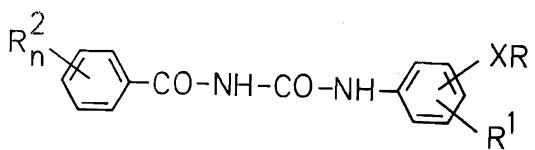
| Przykład nr | Związki o wzorze 29 | | |
|---------------------|---------------------|--------------------------|----------------------|
| | Rn ² | temperatura topnienia °C | wydajność (% teorii) |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| VI | 2,6-F | 181 | 75,0 |
| VII | 2-F | 143 | 44,5 |
| VIII | 2-CH ₃ | 208 | 47,0 |
| IX | 2-Cl | 117 | 58,0 |
| X | 2,6-Cl | 213 | 60,5 |
| XI | 2-Br | 135 | 55,0 |
| XII | 2,3,6-Cl | 216 | 45,0 |
| XIII | 2-J | 158 | 33,0 |
| związki o wzorze 30 | | | |
| XIV | 2,6-F | 214 | 83,0 |
| XV | 2-F | 189 | 67,0 |
| XVI | 2,6-Cl | 228 | 77,0 |
| XVII | 2-Cl | 189 | 64,0 |
| XVIII | 2,3,6-Cl | 209 | 32,0 |
| XIX | 2-J | 187 | 41,5 |
| XX | 2-CH ₃ | 169 | 41,5 |
| XXI | 2-Br | 190 | 53,0 |
| związki o wzorze 31 | | | |
| XXII | 2,6-F | 207 | 90,0 |
| XXIII | 2-Br | 192 | 82,5 |
| XIV | 2,6-Cl | 183 | 49,0 |
| XXV | 2-Cl | 187 | 75,0 |
| XXVI | 2-F | 187 | 61,0 |
| XXVII | 2-CH ₃ | 206 | — |
| XXVIII | H | 203 | 61,5 |
| XXIX | 2-OCH ₃ | 103 | 39,5 |
| XXX | 2,5-Cl | 162 | 61,5 |
| XXXI | 2,4-Cl | 179 | 75,5 |
| związki o wzorze 32 | | | |
| XXXII | 2-F | 161 | 40,0 |
| XXXIII | 2,6-F | 204–205 | 51,0 |
| XXXIV | 2-Cl | 194 | 76,0 |
| XXXV | 2,6-Cl | 204 | 82,0 |
| XXXVI | 2-J | 165 | 27,5 |
| XXXVII | 2-Br | 177 | 68,5 |
| XXXVIII | 2-OCH ₃ | 175 | 38,5 |
| XXXIX | 2-CH ₃ | 182 | — |
| XL | 2,4-Cl | 201 | 87,5 |
| XLI | 2,5-Cl | 150 | 58,5 |
| XLII | 2,3,6-Cl | 201,5 | 34,0 |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|--------|---------------------|---------|------|
| | związki o wzorze 33 | | |
| XLIII | 2,6-Cl | 211 | 71,5 |
| XLIV | 2-Cl | 195 | 73,0 |
| XLV | 2-J | 171 | 60,0 |
| XLVI | 2-Br | 189 | 59,0 |
| XLVII | 2-F | 162 | 81,0 |
| XLIX | 2-CH ₃ | 168 | — |
| L | całość H | 208 | 50,0 |
| LI | 2,4-Cl | 184 | 86,0 |
| | związki o wzorze 34 | | |
| LII | 2,6-F | 176 | 92,5 |
| LIII | 2,6-Cl | 200 | 53,5 |
| LIV | 2-Cl | 154 | 58,5 |
| LV | 2-Br | 150 | 37,0 |
| LVI | 2-CH ₃ | 216 | — |
| LVII | 2-F | 138 | 68,0 |
| LVIII | 2,4-Cl | 146 | 52,5 |
| LIX | całość H | 179 | 76,0 |
| LX | 2-J | 151 | 38,5 |
| | związki o wzorze 35 | | |
| LXI | 2-CH ₃ | 190 | 62,0 |
| LXII | 2-Cl | 198 | 88,0 |
| LXIII | 2,6-Cl | 202 | 84,5 |
| LXIV | 2-F | 181—182 | 58,5 |
| LXV | 2,6-F | 226 | 74,0 |
| LXVI | 2-Br | 190 | 74,5 |
| LXVII | całość H | 225 | 92,5 |
| LXVIII | 2,3,6-Cl | 163 | 47,0 |
| LXIX | 2-J | 176 | 74,0 |
| LXX | 2-OCH ₃ | 148 | 37,5 |
| LXI | 2,4-Cl | 176,5 | 84,5 |
| LXII | 2,5-Cl | 166—167 | 87,5 |

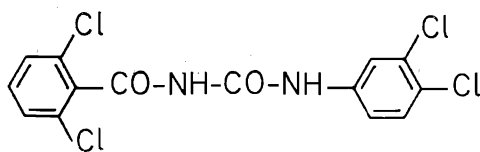
| 1 | 2 | 3 | 4 |
|----------|---------------------|---------|------|
| | związki o wzorze 36 | | |
| LXXIII | 2,6-F | 172 | 77,0 |
| LXXIV | 2,6-Cl | 211 | 92,5 |
| LXXV | 2-F | 138 | 87,0 |
| LXXVI | 2-Cl | 137 | 73,5 |
| LXXVII | 2-Br | 134—135 | 71,0 |
| | związki o wzorze 37 | | |
| LXXVIII | 2-F | 163 | 49,0 |
| LXXIX | 2-Br | 172 | 71,0 |
| LXXX | 2,6-F | 185 | 54,5 |
| LXXXI | 2-CH ₃ | 166 | 82,5 |
| LXXXII | 2-Cl | 182 | 78,5 |
| LXXXIII | 2,6-Cl | 188 | 87,0 |
| LXXXIV | 2,3,6-Cl | 188 | 60,5 |
| LXXXV | całość H | 186 | 35,0 |
| LXXXVI | 2-NO ₂ | 201 | 84,0 |
| | związki o wzorze 38 | | |
| LXXXVII | 2,6-F | 193 | 61,0 |
| LXXXVIII | 2,6-Cl | 191 | 56,5 |
| LXXXIX | 2-Cl | 191 | 66,0 |
| XC | 2-CH ₃ | 165 | — |
| XCI | 2-F | 160 | 73,0 |
| XCII | 2-Br | 180 | 49,5 |

Zastrzeżenie patentowe

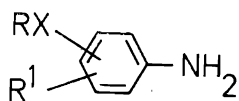
Srodek owadobójczy zawierający substancję czynną, nośnik, i/lub substancje powierzchniowo czynne, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera N-fenyl-N'-benzoiłomoczniki o wzorze 1, w którym R oznacza grupę chlorowcoalkilową o 1—4 atomach węgla, R¹ oznacza atom wodoru lub chlorowca, R² oznacza atom chlorowca, grupę nitrową rodnik alkilowy o 1—3 atomach węgla lub grupę alkoksylową o 1—3 atomach węgla i X oznacza atom tlenu lub siarki i n oznacza liczbę 0—5.



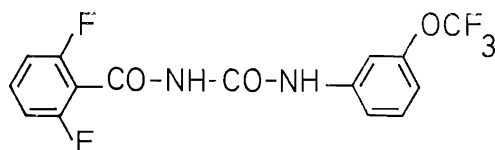
WZÓR 1



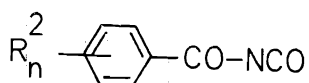
WZÓR 7



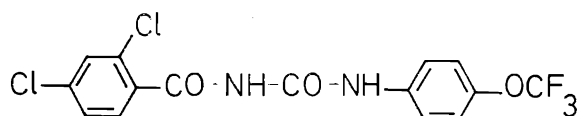
WZÓR 2



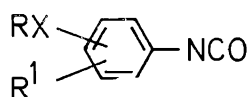
WZÓR 8



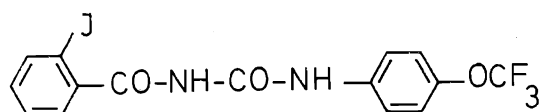
WZÓR 3



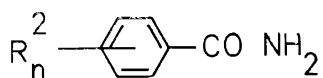
WZÓR 9



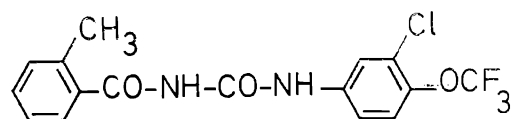
WZÓR 4



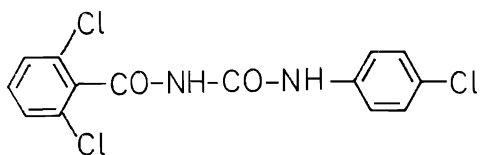
WZÓR 10



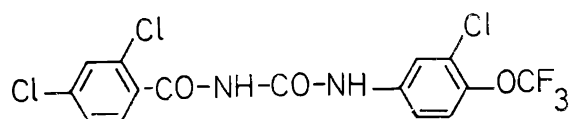
WZÓR 5



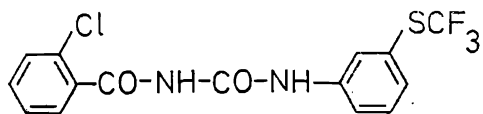
WZÓR 11



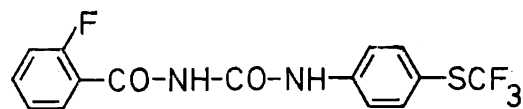
WZÓR 6



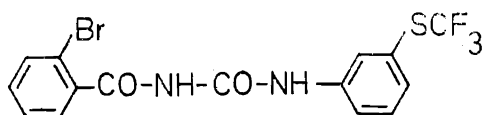
WZÓR 12



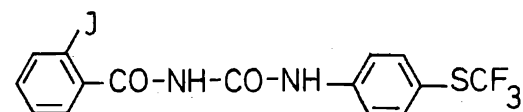
WZÓR 13



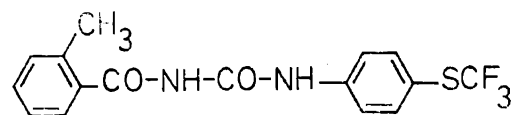
WZÓR 19



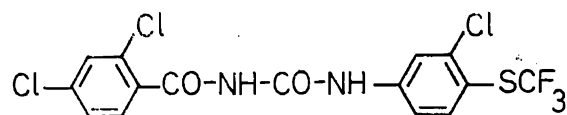
WZÓR 14



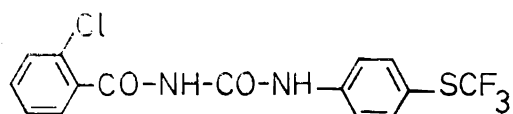
WZÓR 20



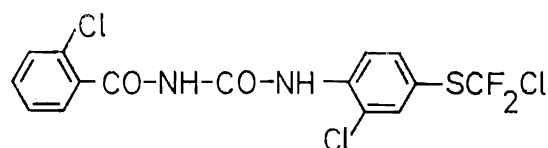
WZÓR 15



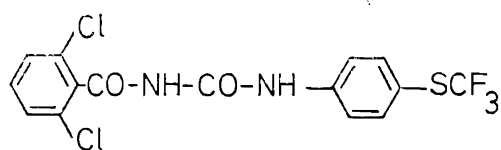
WZÓR 21



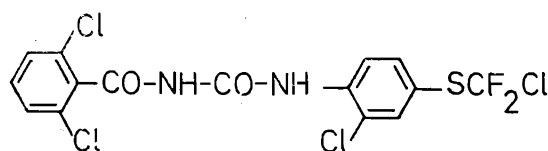
WZÓR 16



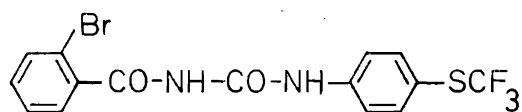
WZÓR 22



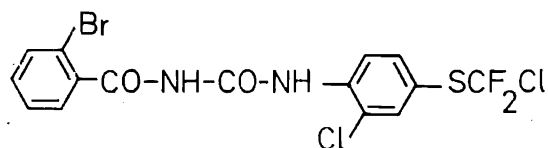
WZÓR 17



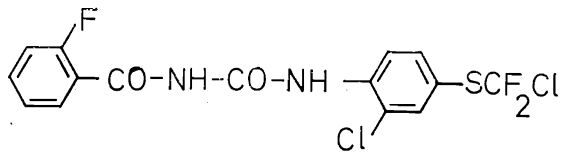
WZÓR 23



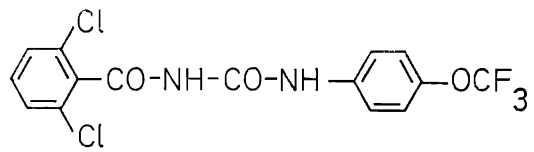
WZÓR 18



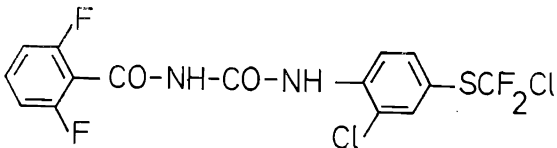
WZÓR 24



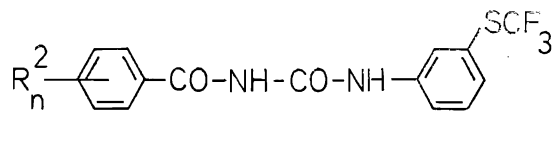
WZÓR 25



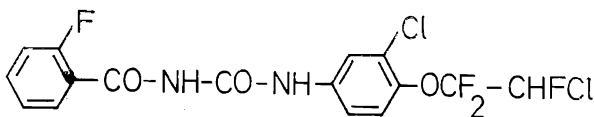
WZÓR 28



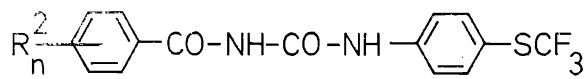
WZÓR 26



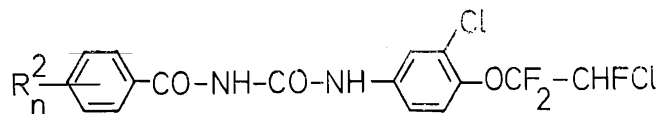
WZÓR 29



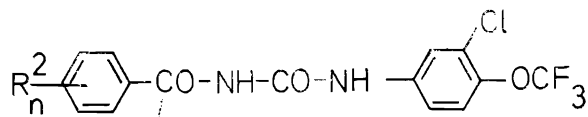
WZÓR 27



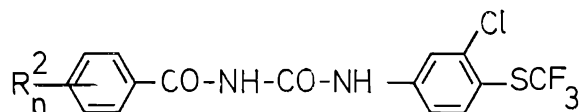
WZÓR 30



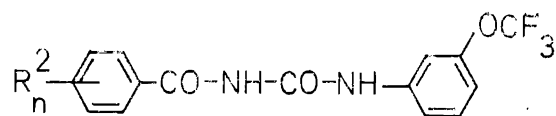
WZÓR 31



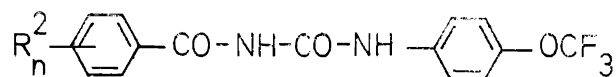
WZÓR 32



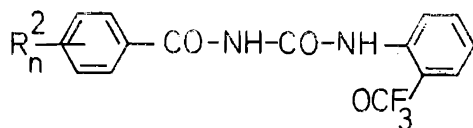
WZÓR 33



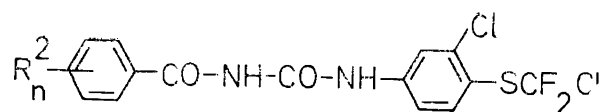
WZÓR 34



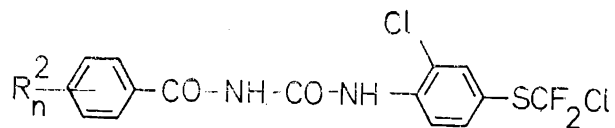
WZÓR 35



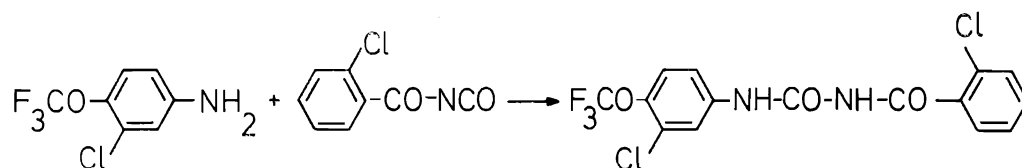
WZÓR 36



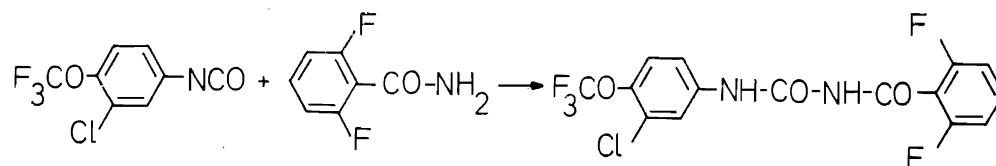
WZÓR 37



WZÓR 38



SCHEMAT 1



SCHEMAT 2