

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 158785 B

(21) Patentansøgning nr.: 3002/83

(22) Indleveringsdag: 29 jun 1983

(41) Alm. tilgængelig: 31 dec 1983

(44) Fremlagt: 16 jul 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 30 jun 1982 US 393553 20 maj 1983 US 495331

(71) Ansøger: *UNION CARBIDE CORPORATION; Old Ridgebury Road; Danbury; Connecticut 06817, US

(72) Opfinder: David Teh-Wei *Chou; US, Paul Alfred *Cain; US

(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 275/54
C 07 C 335/26
A 01 N 47/34

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) 1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoylurinstoffer, insecticide midler deraf og fremgangsmåde til bekæmpelse af insekter

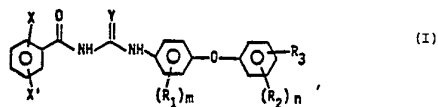
(56) Fremdragne publikationer

EP off. g. skrift nr. 57888

(57) Sammendrag:

3002-83

1-(Alkylphenoxyphenyl)-3-benzoylurinstoffer med den almene formel



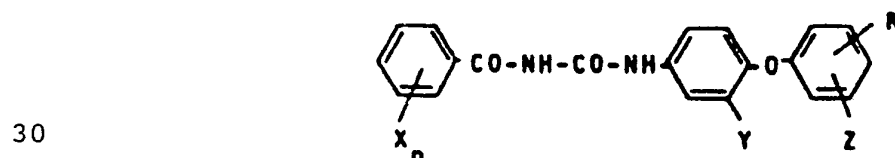
hvor X og X' hver for sig er H, halogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄(poly)halogenalkyl, C₁₋₄(polyhalogen)alkoxy, Y er O eller S, m og n er 0-4, R er H, halogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄(poly)halogenalkyl eller C₁₋₄alkoxy, R₂ er H, halogen, C₁₋₄(polyhalogen)alkyl, C₁₋₄polyhalogenalkoxy, C₁₋₈alkylsulfonyl, C₁₋₈alkoxy, C₁₋₈alkylthio, C₁₋₈dialkylamino, CN, NO₂, CO₂R₄ eller CONHR₄, hvor R₄ er C₁₋₈alkyl, og R₃ er C₁₋₁₂alkyl, idet m = 0 og l, når n = 2, fremstilles ved forskellige fremgangsmåder.

Forbindelserne med formelen I er anvendelige som pesticider, navnlig til bekæmpelse af insekter ved påførelse på planter, da de har høj sikkerhedsmargin i tilstrækkelig mængde til at dræbe eller afvise insekter uden derved at brænde eller på anden måde beskadige planterne, og de har god vejrbestandighed, specielt mod afvaskning i regn og nedbrydning i ultraviolet lys eller oxidation eller hydrolyse i nærværelse af fugt. Skønt stærkt insekticide er forbindelserne kun i ringe grad phytotoksiske.

Den foreliggende opfindelse angår hidtil ukendte 1-(alkylphenoxyaryl)-3-benzoylurinstoffer, insecticide midler deraf og en fremgangsmåde til bekæmpelse af insekter.

Hidtil er nogle få benzoylurinstoffer inden for pa-
 5 tentlitteraturen rapporteret som værende i besiddelse af
 pesticid aktivitet. Således fremgår det af f.eks. US-patent-
 skrift nr. 3.992.553 og US-patentskrift nr. 4.041.177, at i
 begge tilfælde benzoylurinstof-diphenylethere er i besiddelse
 af insecticide egenskaber. På lignende måde beskrives i
 10 US-patentskrift nr. 3.748.356 og 3.933.908 visse substitue-
 rede benzoylurinstoffer under angivelse af, at de pågældende
 sammensætninger udviser stærkt insecticid aktivitet. US-pa-
 tentskrift nr. 4.148.902 beskriver substituerede ((phenyl-
 amino)carbonyl)pyridincarboxamider samt en fremgangsmåde
 15 til bekæmpelse af insecticider og hertil anvendelige midler
 og sammensætninger. Endvidere findes beskrivelser af ben-
 zoylurinstoffer inden for patentlitteraturen i f.eks. US-pa-
 tentskrift nr. 4.166.124, 4.083.977, 4.160.834, 4.264.605,
 4.064.267 og 4.005.223, 4.123.449, 4.068.002, 4.194.005,
 20 4.275.077, 4.173.639 og 3.989.842 samt i tysk offentliggø-
 relsesskrift nr. 2.901.334 (svarende til EP patentskrift
 nr. 013-414) og tysk patentskrift nr. 3.104.407 (svarende
 til EP patentskrift nr. 57.888).

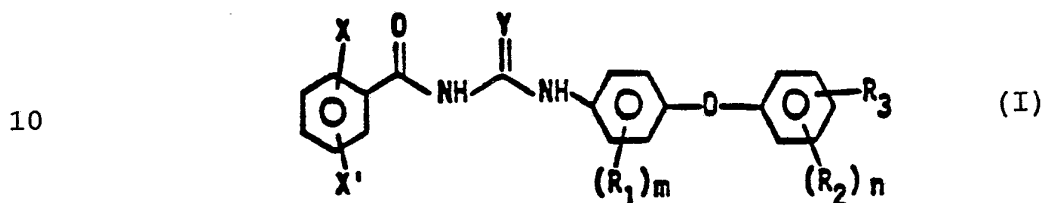
I det sidstnævnte EP patentskrift nr. 57.888 beskrives
 25 nærmere bestemt pesticidt, især insecticidt virksomme N-ben-
 zoyl-N'-phenoxyphenylurinstoffer med formlen



hvor Z bl.a. betyder chlor eller methyl, R bl.a. betyder
 fluor, chlor, brom eller alkyl, Y bl.a. betyder hydrogen,
 fluor, chlor eller brom, X bl.a. betyder fluor, chlor, brom
 35 eller methyl, og n betyder 1-3.

Der er nu ifølge den foreliggende opfindelse til-
 vejbragt hidtil ukendte 1-(alkylphenoxyaryl)-3-benzoylurin-
 stoffer, der udviser en forbedret insecticid aktivitet i
 forhold til de ovennævnte, kendte forbindelser.

5 Opfindelsen angår således hidtil ukendte 1-(alkyl-
 phenoxyaryl)-3-benzoylurinstoffer, som er ejendommelige
 ved, at de har den almene formel I:

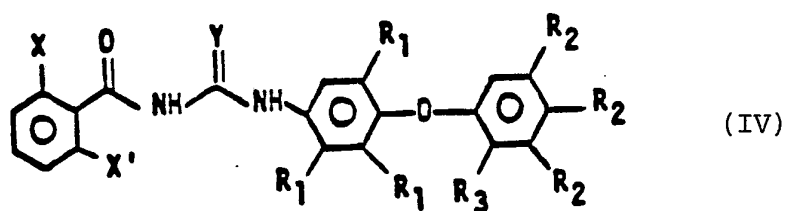
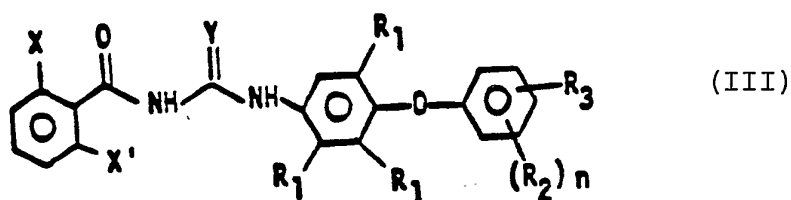
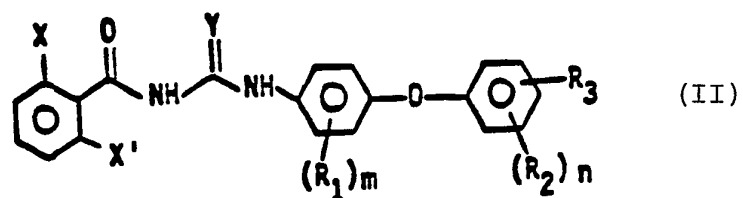


hvor X og X' hver for sig er hydrogen eller halogen, Y er
 oxygen eller svovl, m og n hver for sig er 0-4, R₁ betegner
 15 halogen eller C₁-C₄-alkyl, R₂ betegner halogen eller C₁-C₄-
 -alkyl, og R₃ betegner C₁-C₁₂-alkyl, dog forudsat, at m
 ikke kan være 0 eller 1, når n er mindre end 2.

Opfindelsen angår endvidere insecticide midler, der
 er ejendommelige ved, at de ud over en acceptabel bærer
 20 indbefatter en insecticidt effektiv mængde af en forbindelse
 med den almene formel I.

Opfindelsen angår endelig også en fremgangsmåde til
 bekæmpelse af insekter, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig
 ved, at man udsætter disse for en insecticidt effektiv mængde
 25 af en forbindelse med formelen I.

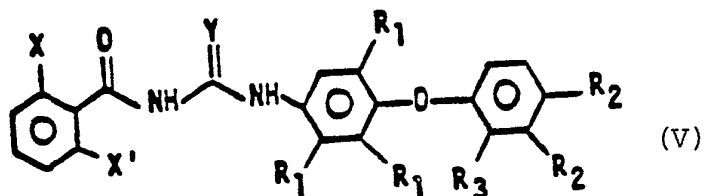
Foretrukne benzoylurinstofforbindelser med formelen
 I er sådanne med formlerne



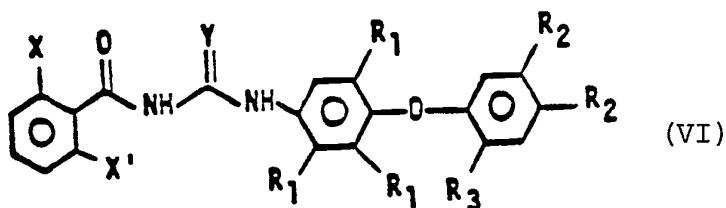
hvor X , X^1 , Y , R_1 , R_2 , R_3 , n og m er som ovenfor anført.

Særlig foretrukne benzoylurinstoffer er sådanne med formlerne

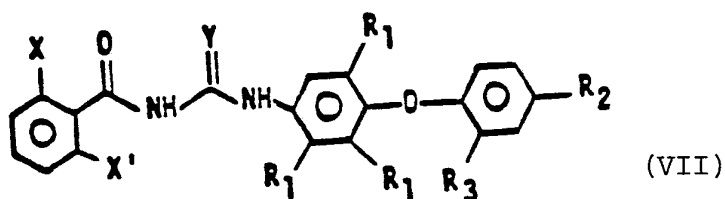
5



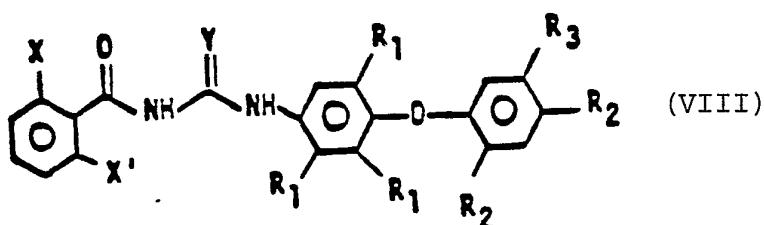
10



15



20



25

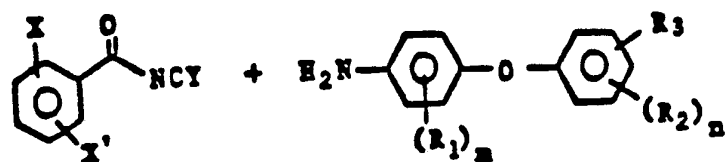
hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som ovenfor defineret.

De hidtil ukendte benzoylurinstoffer ifølge opfindelsen kan bekvemt fremstilles ved én eller flere metoder.
 30 F.eks. kan forbindelserne ifølge opfindelsen fremstilles ved at omsætte en alkylphenoxyanilin (IX) med et benzoylisocyanat eller et benzoylisothiocyanat (X) ifølge nedenstående reaktionsskema I.

0

Reaktionsskema I

5

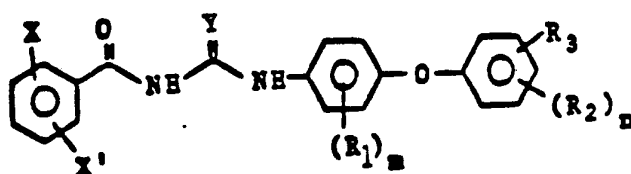


(X)

(IX)

10

organisk
opløsningsmiddel



15

(I)

20

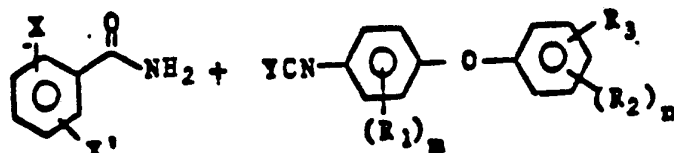
hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 , R_3 , m og n har de under formlen (I) anførte betydninger.

Alternativt kan de her omhandlede forbindelser fremstilles ved omsætning af et alkylphenoxyphenylisocyanat (XII) med et benzamid (XI) ifølge nedenstående reaktionsskema (II).

25

Reaktionsskema II

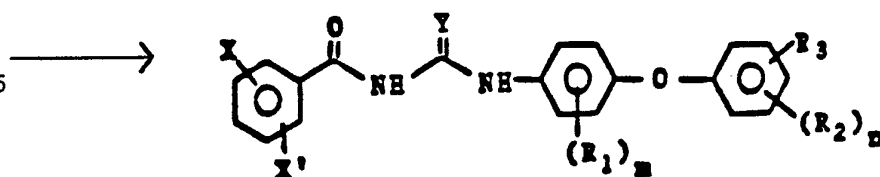
30



(XI)

(XII)

35



(I)

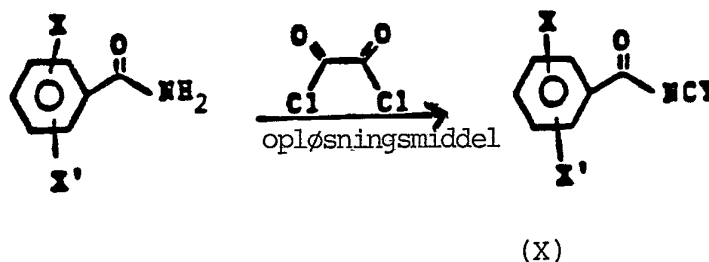
0

hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 , R_3 , m og n har de under formlen (I) anførte betydninger.

I almindelighed kan de i reaktionsskemaerne I og II anførte omsætninger gennemføres i organiske opløsningsmidler, såsom aromatiske carbonhydrider, halogenerede carbonhydrider og lignende. Opløsningsmidler såsom toluen og 1,2-dichlorethan foretrækkes. Disse reaktioner forløber ved temperaturer i området fra stuetemperatur til 150°C .

De i reaktionsskemaerne I og II angivne mellemprodukter kan fremstilles ifølge alment accepterede fremgangsmåder. Således kan de substituerede benzoylisocyanat (X) fremstilles ud fra det tilsvarende benzamid ved at følge den almene fremgangsmåde i Speziale et al. J. Org. Chem. 27, 3742 (1962), jfr. følgende reaktions-skema

20



hvor Y er oxygen.

25

Det substituerede benzoylisothiocyanat (X) kan fremstilles ud fra det tilsvarende syrechlorid med kaliumthiocyanat. Denne fremgangsmåde er i almindelighed ligesom den af Ambelang m.fl. ifølge J. Amer. Chem. Soc. 61, 632 (1937) anviste.

30

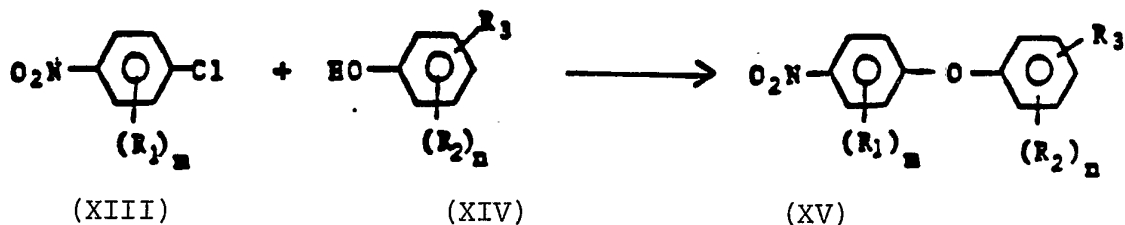
Anilinen (IX) kan fremstilles ifølge nedenstående reaktionsskema III:

35

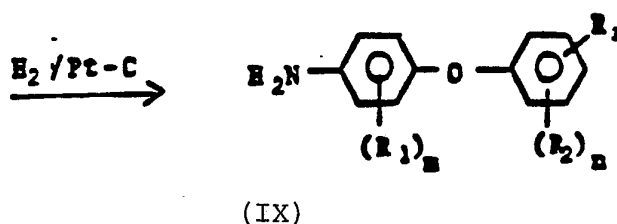
0

Reaktionsskema III

5



10



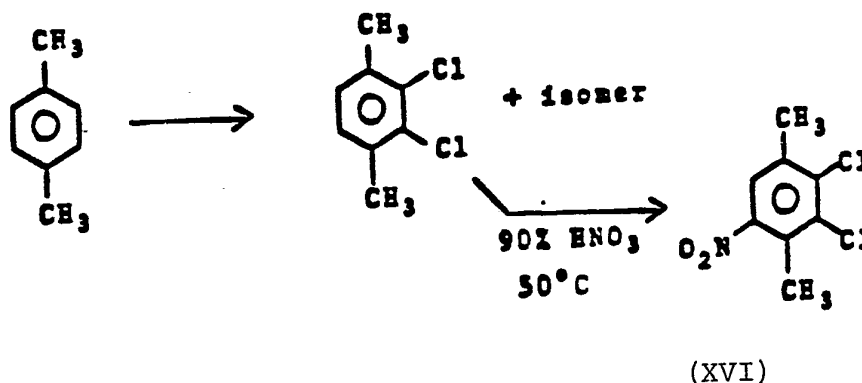
hvor R_1 , R_2 , R_3 , m og n har de under formelen I anførte betydninger.

Omsætningen mellem substitueret chlornitrobenzen (XIII) og substitueret phenol (XIV) forløber i nærværelse af base ved forhøjet temperatur, hvorved der dannes den substituerede nitroether (XV). Reduktionen af nitroetheren (XV) til anilinen (IX) kan gennemføres under hydrogenatmosfære under anvendelse af en heterogen hydrogeneringskatalysator. Hensigtsmæssige katalysatorer indbefatter platin eller palladium på carbon eller Raney nikkel. Tryk i intervallet fra 1,4 til 7 atmosfære og omgivelsestemperatur kan anvendes. Hensigtsmæssige opløsningsmidler indbefatter aromatisk carbonhydrid eller alkohol. Reduktionen af nitroetheren (XV) til anilinen (IX) kan også gennemføres ved kemiske metoder under anvendelse af den af E. Enders m.fl. i britisk patent nr. 1.456.964 anførte fremgangsmåde.

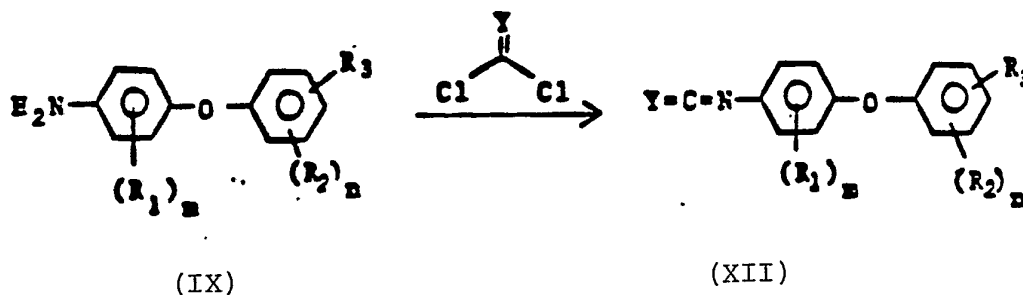
Mellemprodukterne såsom substitueret chlornitrobenzen og substitueret phenol er kommercielt tilgængelige eller kan fremstilles ved velkendte metoder indenfor den kemiske litteratur.

En særlig chlornitrobenzen (XVI) fremstilles ad den i nedenstående reaktionsskema IV anførte vej.

Reaktionsskema IV



Anilinen (IX) kan omdannes til isocyanatet eller isothiocyantet (XII) ved omsætning med phosgen eller thiophosgen således som vist nedenfor:



hvor Y , R_1 , R_2 , R_3 , m og n har de under formlen (I) anførte betydninger.

Forbindelserne ifølge opfindelsen kan anvendes som insekticider ifølge metoder, der er kendt blandt fagfolk indenfor dette område af teknikken. Insecticide midler indeholdende forbindelserne som det aktive giftstof vil sædvanligvis omsætte en bærer og/eller et fortyndingsmiddel, enten flydende eller fast.

Hensigtsmæssigt flydende fortyndingsmidler eller bærere indbefatter vand, jordoliedestillater eller andre flydende bærere med eller uden overfladeaktive midler. Flydende koncenter kan fremstilles ved at opløse en

0

af disse forbindelser sammen med et ikke-phytotoxisk opløsningsmiddel såsom acetone, xylene, nitrobenzen, cyclohexanon eller dimethylformamid og dispergere giftstofferne i vand ved hjælp af et hensigtsmæssigt overfladeaktivt emulgeringsmiddel eller dispergeringsmiddel.

5

10

Valget af dispergeringsmidler og emulgeringsmidler samt den heraf anvendte mængde dikteres af sammensætningens natur og midlets evne til at muliggøre dispergering af giftstoffet. I almindelighed er det ønskeligt at bruge så lidt af midlet som muligt, nemlig i overensstemmelse med opnåelse af den ønskede dispergering af giftstoffet i sprøjtemidlet, således at regn ikke efter påføringen vil genemulgere giftstoffet, når det først er anbragt på planten, og vaske det bort fra planten. Ikke-ioniske, anioniske eller kationiske dispergeringsmidler og emulgeringsmidler kan benyttes, f.eks. kondensationsprodukterne af alkylenoxider med phenol og organiske syrer, alkylarylsulfonater, komplekse etheralkoholer, kvaternære ammoniumforbindelser og lignende.

15

20

25

Ved fremstilling af fugtige pulvere, puddere eller granulerede sammensætninger, dispergeres den aktive bestanddel i og på en passende findelt fastbærer såsom lerjord, talkum, bentonit, diatoméjord, fullerjord og lignende. Ved præparationen af de fugtelige pulvere kan medtages ovennævnte dispergeringsmidler såvel som lignosulfonater.

30

35

Den fornødne mængde giftstof, som herved påregnes at påføres, udgør fra 9 til 1900 l/ha eller endog mere af den flydende bærer og/eller fortyndingsmidlet eller fra ca. 5,5 til ca. 550 kg/ha af indifferent fast bærer og/eller fortyndingsmiddel. Koncentrationen i det flydende koncentrat vil sædvanligvis variere fra ca. 10 til ca. 95 vægtprocent og i de faste præparater fra ca. 0,5 til 90 vægtprocent. Tilfredsstillende sprøjtemidler, puddere eller granuler til alment brug indeholder

0

fra ca. 275 g til 1650 g aktivt giftstof pr. hektar.

De her omhandlede insecticider forhindrer insekt-angreb på planter eller andet materiale, hvorpå insecticiderne påføres, og de har forholdsmæssig høj residual-toksicitet. Med hensyn til planter har de en høj sikkerhedsmargin, idet de, når de anvendes i tilstrækkelig mængde til at dræbe eller afvise insekterne, ikke brænder eller beskadiger planterne, og de modstår vejrliget, herunder afvaskning fremkaldt af regn, nedbrydning på grund af bestråling med ultraviolet lys, oxidation eller hydrolyse i nærvær af fugt, eller i det mindste modstår de nedbrydning i en sådan udstrækning såvel som oxidation og hydrolyse, der ellers i materielt omfang ville sænke de ønskede insecticide egenskaber hos giftstofferne eller meddele disse uønskelige egenskaber, f.eks. phytotoxicitet. Giftstofferne er så indifferente i kemisk henseende, at de er forligelige med praktisk talt enhver hvilken som helst anden bestanddel i sprøjteskemaet, og de kan anvendes i jorden, på frø eller på planderødder uden at beskadige hverken frøene eller planternes rødder. Blandinger af de aktive forbindelser kan om ønsket anvendes såvel som kombinationer af de aktive forbindelser ifølge opfindelsen med andre biologisk aktive forbindelser eller bestanddele.

Følgende eksempler tjener til yderligere belysning af forbindelserne ifølge opfindelsen, disses fremstilling og brug:

Eksempel 1

Fremstilling af 4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlornitrobenzen.

I en kolbe udstyret med tilbagesvaler, omrører og under nitrogen tilsættes 50 g (0,23 mol) 3,6-dimethyl-4,5-dichlornitrobenzen, 38,5 g (0,32 mol) 2,4-dimethylphenol, 50 g (0,36 mol) kaliumcarbonat og 125 ml dimethylformamid. Den fremkomne blanding opvarmes til

0

90-100°C i 72 timer. Den afkøles derpå, filtreres og koncentreres, hvilket giver en mørk olie. Den opdeles mellem 300 ml toluen og 250 ml 4%'s natriumhydroxid, som derpå adskilles. Det organiske lag vaskes med vand og mættet saltvandsopløsning, tørres (Na_2SO_4) og koncentreres, hvorved der fås en mørk olie. Efter at olien udrives med hexan dannes en fast stof. Det faste stof vaskes med koldt hexan, og vakuum tørres, hvilket giver 47,8 g (0,16 mol) af et lysebrunt pulver med smp. 78-80°C.

10

Analyse beregnet for $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{ClNO}_3$:

C = 62,85% H = 5,27% N = 4,58%

fundet: C = 63,47% H = 5,35% N = 4,49%

15

Eksempel 2

A. Fremstilling af 4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chloranilin

Til en opløsning af 25 g (81,8 mmol) 4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlornitrobenzen i 250 ml toluen tilsættes 1,8 g 5%'s platin på carbon. Den herved fremkomne blanding underkastes hydrogenering ved 1,4 atmosfære. Efter 4,5 timer filtreres reaktionsblandingen gennem "Celite" [®] og koncentreres, hvilket giver 24,5 g olie. Den slår om til et lyserødt fast stof efter at være tørret i højvakuum. smp. 86-88°C.

25

Analyse beregnet for $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClNO}$

C = 69,69 H = 6,53 N = 5,08

Fundet: C = 70,02 H = 6,60 N = 5,68

30

B. Fremstilling af 4-(3-methyl-4-methyl-thiophenoxy)-3,6-dimethyl-5-chloranilin

Til en opløsning af 5,0 g (14,8 mmol) 4-(3-methyl-4-methylthiophenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlornitrobenzen i 7,5 ml p-dioxan tilsættes 10,0 g (44,4 mmol) $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ og 10,5 ml koncentreret HCl. Den herved fremkomne blanding opvarmes til kogning under tilbage-

35

0

svaling i 65 minutter, afkøles og hældes i en blanding af 20 g NaOH, 50 ml H₂O og 50 g is. Blandingen ekstraheres to gange med toluen. De kombinerede organiske ekstrakter vaskes med 4% 's NaOH, H₂O og mættet saltvandsopløsning. Derpå tørres (Na₂SO₄) og koncentrerer, hvorved fås en gul olie. Efter at olien er afkølet og udrevet med kold hexan og et spor af ethylacetat, dannes et fast stof. Det faste stof filtreres fra og vaskes med hexan, hvilket giver 3,06 g (9,9 mmol) af et beigefarvet pulver med smp. 80-86°C (under sønderdeling).

10

Analyse beregnet for C₁₆H₁₈ClNOS

C = 62,34 H = 5,89 N = 4,55

Fundet: C = 62,38 H = 5,89 N = 4,25

15

Eksempel 3

Fremstilling af 1-(2-chlorbenzoyl)-3-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-urinstof

20

Til 4,94 g (17,9 mmol) 4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chloranilin i 12,5 ml toluen sættes 4,21 g 2-chlorbenzoylisocyanat i 1,5 ml toluen.

Den herved fremkomne opløsning opvarmes til 90°C i 0,5 time. Den afkøles derpå og fortyndes med 5 ml hexan. Blandingen filtreres, og det faste stof vaskes

25

med 50% 's hexan i toluen. Der fås 6,32 g (13,8 mmol) af et hvidt fast stof efter vakuumtørring ved 80°C natten over. Det har smeltepunkt 163-165°C.

Analyse beregnet for C₂₄H₂₂Cl₂N₂O₃

C = 63,03 H = 4,85 N = 6,12

30

Fundet: C = 63,33 H = 4,94 N = 6,09

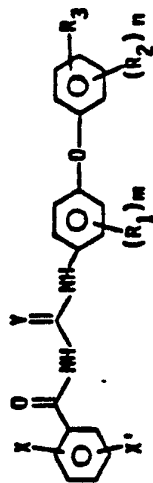
Eksempel 4-216

På lignende måde som anvendt i de foregående eksempler og under anvendelse af et af de ovenfor beskrevne synteseskemaer fremstilles en række øvrige urinstofforbindelser. Substituenternes identitet på den almene formel og forbindelsernes analytiske data følger i nedenstående tabel I:

35

Tabel I

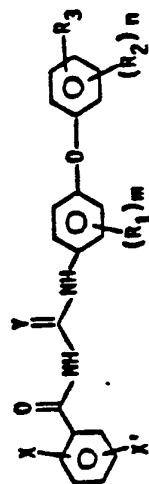
1- (Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer



Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
1	C ₂₂ H ₁₆ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	56,79	3,47	6,02	56,61	3,35	6,08
2	C ₂₂ H ₁₇ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	56,97	3,70	6,04	56,84	3,61	6,02
3	C ₂₂ H ₁₆ Cl ₄ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	53,03	3,24	5,62	52,38	3,15	5,72
4	C ₂₄ H ₂₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃	4-CH ₃	67,91	5,23	6,60	67,23	5,10	6,62
5	C ₂₄ H ₂₂ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-ClF	0	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃	4-CH ₃	65,35	5,03	6,35	65,22	5,03	6,29
6	C ₂₄ H ₂₃ ClN ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃	4-CH ₃	68,16	5,47	6,63	68,12	5,58	6,48
7	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃	4-CH ₃	63,02	4,85	6,13	58,72	4,16	6,33
8	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	63,03	4,85	6,12	63,33	4,94	6,09
9	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	58,61	4,30	5,70	58,28	4,21	5,64
10	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2,6-ClF	0	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	60,64	4,45	5,89	60,79	4,42	5,82
11	C ₂₄ H ₂₁ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	62,82	4,61	6,10	62,94	4,88	6,03
12	C ₂₂ H ₁₅ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5-Cl ₂	2,3,4-CH ₃ ClCl	5-CH ₃	49,61	2,84	5,26	49,99	2,90	5,21
13	C ₂₂ H ₁₄ Cl ₂ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,5-Cl ₂	2,3,4-CH ₃ ClCl	5-CH ₃	46,60	2,49	4,94	46,74	2,53	4,94
14	C ₂₂ H ₁₄ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2,6-ClF	0	3,5-Cl ₂	2,3,4-CH ₃ ClCl	5-CH ₃	47,99	2,56	5,09	47,21	2,80	5,01
15	C ₂₂ H ₁₄ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-Cl ₂	2,3,4-CH ₃ ClCl	5-CH ₃	49,47	2,64	5,24	49,44	2,74	5,17
16	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	60,89	4,68	5,92	61,13	4,83	6,05
17	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5,6-CH ₃ ClCH ₃	3-CH ₃	5-CH ₃	63,03	4,85	6,12	62,64	4,73	6,40
18	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3-CH ₃	5-CH ₃	60,89	4,68	5,92	61,12	4,73	5,94
19	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3-CH ₃	5-CH ₃	58,61	4,30	5,70	58,41	4,26	5,71
20	C ₂₄ H ₂₁ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3-CH ₃	5-CH ₃	62,82	4,61	6,10	63,23	4,67	6,08

Tabel I (fortsat)

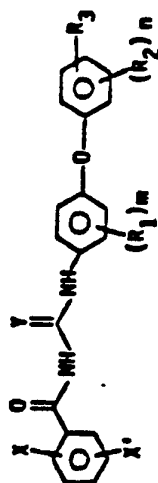
1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer



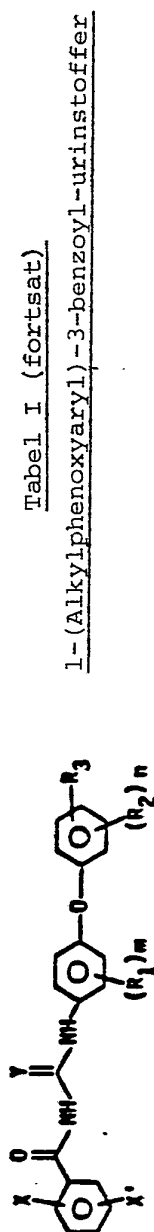
Eks. nr.	Molformel	I				Beregnet analyse				Fundet		
		XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	C	H	N	C	H	N
21	C ₂₃ H ₁₉ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	52,90	3,67	5,36	53,18	3,68	5,47
22	C ₂₃ H ₁₉ BrClFN ₂ O ₂ S	2-F	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	52,94	3,67	5,37	53,13	3,68	5,37
23	C ₂₃ H ₁₈ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	49,62	3,26	5,03	49,60	3,29	4,99
24	C ₂₃ H ₁₉ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	51,32	3,56	5,20	51,63	3,53	5,20
25	C ₂₃ H ₁₈ BrClFN ₂ O ₂ S	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	52,75	3,46	5,35	52,27	3,40	5,43
26	C ₂₃ H ₁₉ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Br	4-CH ₃	52,90	3,67	5,36	52,43	3,68	5,31
27	C ₂₃ H ₁₈ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Br	4-CH ₃	49,62	3,26	5,03	49,75	3,23	5,00
28	C ₂₃ H ₁₈ BrClFN ₂ O ₂ S	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Br	4-CH ₃	52,75	3,46	5,35	52,97	3,49	5,31
29	C ₂₃ H ₁₉ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Br	4-CH ₃	51,32	3,56	5,20	50,70	3,55	5,00
30	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	57,82	4,01	5,86	57,51	4,00	5,66
31	C ₂₃ H ₁₈ Cl ₂ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	53,93	3,54	5,49	54,22	3,55	5,55
32	C ₂₃ H ₁₈ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	57,64	3,78	5,84	57,50	3,84	5,81
33	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₃ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	55,94	3,88	5,67	55,98	3,94	5,60

Tabel I (fortsat)

1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer

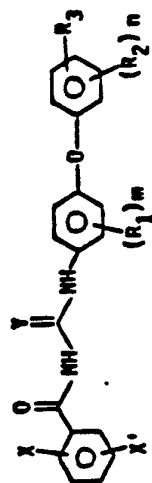


Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
34	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl	4-CH ₃	57,82	4,01	5,86	58,20	4,17	5,72
35	C ₂₃ H ₁₈ Cl ₄ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl	4-CH ₃	53,93	3,54	5,49	53,91	3,51	5,50
36	C ₂₃ H ₁₈ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl	4-CH ₃	57,64	3,78	5,84	57,82	3,84	5,73
37	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₃ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl	4-CH ₃	55,94	3,88	5,67	55,78	3,91	5,55
38	C ₂₄ H ₂₂ ClFN ₂ O ₂ S	2-F	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	63,08	4,85	6,13	62,91	4,83	6,14
39	C ₂₇ H ₂₈ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	64,93	5,65	5,61	64,85	5,71	5,56
40	C ₂₇ H ₂₇ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	64,74	5,43	5,59	64,70	5,73	5,65
41	C ₂₇ H ₂₈ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	62,91	5,48	5,43	62,96	5,58	5,38
42	C ₂₇ H ₂₈ ClFN ₂ O ₂ S	2-F	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	64,98	5,66	5,61	65,24	5,85	5,52
43	C ₂₅ H ₂₄ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,69	5,13	5,94	63,68	5,30	5,99
44	C ₂₅ H ₂₃ Cl ₃ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	59,36	4,58	5,54	59,52	4,82	5,47
45	C ₂₅ H ₂₃ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2,6-ClF	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	61,35	4,74	5,72	61,49	4,81	5,77
46	C ₂₅ H ₂₃ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,49	4,90	5,92	63,58	5,20	5,92
47	C ₂₅ H ₂₄ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	61,59	4,96	5,75	61,78	5,12	5,77
48	C ₂₅ H ₂₄ ClFN ₂ O ₂ S	2-F	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,3-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,74	5,14	5,95	63,85	5,22	5,94
49	C ₂₅ H ₂₄ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,69	5,13	5,94	63,68	5,21	5,87
50	C ₂₅ H ₂₃ Cl ₃ N ₂ O ₃	2,6-Cl ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	59,36	4,58	5,54	59,68	4,80	5,31

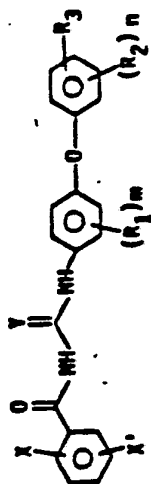


Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
51	C ₂₅ H ₂₃ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2,6-ClF	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	61,35	4,74	5,72	61,60	4,84	5,79
52	C ₂₅ H ₂₃ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,49	4,90	5,92	63,35	4,97	5,83
53	C ₂₅ H ₂₄ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	61,59	4,96	5,75	61,65	5,05	5,70
54	C ₂₅ H ₂₄ ClFN ₂ O ₂ S	2-F	S	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,74	5,14	5,95	64,29	5,17	5,91
55	C ₂₄ H ₁₂ ClFN ₂ O ₃	2-F	0	"	"	"	65,38	5,03	6,35	65,25	5,13	6,21
56	C ₂₄ H ₂₃ FN ₂ O ₃	2-F	0	"	"	"	70,92	5,70	6,89	71,09	5,70	6,98
57	C ₂₄ H ₂₃ CIN ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃	4-CH ₃	65,67	5,28	6,38	66,09	5,50	6,27

Tabel I (fortsat)
 1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer



Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
58	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	2-CH ₃ 5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	62,31	4,55	6,32	62,65	4,92	6,27
59	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	"	"	"	62,10	4,31	6,30	62,45	4,78	6,30
60	C ₂₂ H ₁₇ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	2-CH ₃ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	51,99	3,37	5,51	52,51	3,49	5,56
61	C ₂₂ H ₁₆ BrClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	C-CH ₃ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	51,84	3,16	5,50	51,70	3,32	5,37
62	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₃	2-Cl	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Br	6-CH ₃	56,58	4,13	5,74	57,19	4,34	5,77
63	C ₂₃ H ₁₉ BrF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Br	6-CH ₃	56,41	3,91	5,72	56,96	4,14	5,66

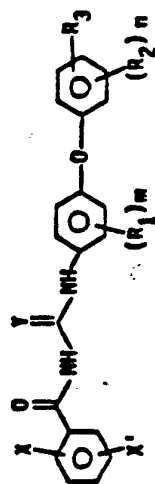


Tabel I (fortsat)
1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer

Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
64	C ₂₃ H ₂₀ ClFN ₂ O ₃	2-F	0	2-CH ₃ -5-Cl	4-CH ₃	2-CH ₃	64,72	4,72	6,56	65,29	4,77	6,63
65	C ₂₂ H ₁₇ Cl ₃ FN ₂ O ₃	2-F	0	2-CH ₃ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	59,08	3,83	6,26	59,48	3,80	6,24
66	C ₂₃ H ₂₀ BrFN ₂ O ₃	2-F	0	3-CH ₃	4-Br-6-CH ₃	2-CH ₃	58,56	4,27	5,94	59,37	4,43	5,82
67	C ₂₂ H ₁₇ BrClFN ₂ O ₃	2-F	0	2-CH ₃ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	53,74	3,48	5,70	53,75	3,59	5,43
68	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	56,63	4,13	5,74	56,64	4,16	5,64
69	C ₂₃ H ₂₀ BrFN ₂ O ₃	2-F	0	3,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	58,61	4,28	5,94	58,59	4,54	5,79
70	C ₂₃ H ₁₉ BrClFN ₂ O ₃	2-Cl-6-F	0	3,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	54,62	3,79	5,54	54,66	3,82	5,50
71	C ₂₃ H ₁₉ BrF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	56,46	3,91	5,72	56,61	4,30	5,61
72	C ₂₃ H ₁₉ BrClFN ₂ O ₃	2,6-ClF	0	2,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	54,62	3,79	5,54	54,96	3,90	5,36
73	C ₂₃ H ₁₈ BrF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	2,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	56,46	3,91	5,72	56,76	4,07	5,59
74	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₃	2-Cl	0	2,5-(CH ₃) ₂	4-Br	2-CH ₃	56,63	4,13	5,74	56,64	4,20	5,64
75	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	2,5-(CH ₃) ₂	2-Cl	4-CH ₃	62,31	4,55	6,32	62,21	4,69	6,09
76	C ₂₃ H ₂₀ ClFN ₂ O ₃	2-F	0	2,5-(CH ₃) ₂	2-Cl	4-CH ₃	64,72	4,55	6,32	64,93	4,82	6,54

Tabel I (fortsat)

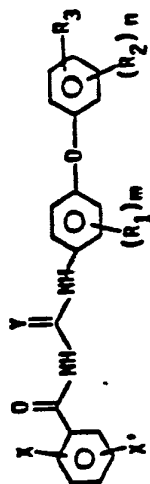
1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer



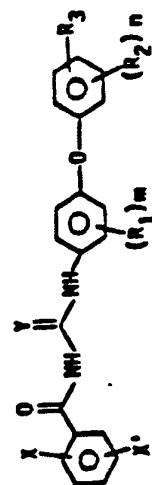
Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
77	C ₂₄ H ₂₃ ClN ₂ O ₃	2-CH ₃	0	2,5-(CH ₃) ₂	2-Cl	4-CH ₃	68,16	5,48	6,62	68,20	5,61	6,62
78	C ₂₄ H ₂₃ ClN ₂ O ₃	H ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	68,16	5,48	6,62	68,01	5,78	6,42
79	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₃	H ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-CH ₃	56,63	4,13	5,74	57,07	4,56	5,69
80	C ₂₄ H ₂₂ ClFN ₂ O ₃	2-F	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	5-CH ₃	65,38	5,03	6,35	65,74	5,17	6,25
81	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	5-CH ₃	63,03	4,85	6,12	63,14	5,13	6,06
82	C ₂₄ H ₂₁ ClFN ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	5-CH ₃	62,86	4,62	6,11	62,90	4,67	6,01
83	C ₂₅ H ₂₅ ClN ₂ O ₃	2-CH ₃	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	5-CH ₃	68,72	5,77	6,41	68,94	5,66	6,27
84	C ₂₆ H ₂₆ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	2-CH ₃ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	64,34	5,40	5,77	64,93	5,49	5,73
85	C ₂₆ H ₂₆ ClFN ₂ O ₃	2-F	0	2-CH ₃ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	66,59	5,59	5,97	66,81	5,72	5,91
86	C ₂₆ H ₂₅ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	2-CH ₃ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	64,13	5,18	5,75	64,36	5,24	5,72
87	C ₂₇ H ₂₉ ClN ₂ O ₃	2-CH ₃	0	2-CH ₃ -5-Cl	2-CH ₃	4-t-butyl	69,74	6,29	6,02	69,85	6,41	5,98
88	C ₂₄ H ₂₂ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	3-CH ₃	63,03	4,85	6,12	63,35	5,39	6,36
89	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2-Cl, 6-F	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	3-CH ₃	60,64	4,45	5,89	61,29	4,46	5,78

Tabel I (fortsat)

1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer



Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
90	C ₂₄ H ₂₁ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	3-CH ₃	62,82	4,61	6,10	63,04	4,89	6,21
91	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	58,61	4,30	5,70	58,87	4,53	5,70
92	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₃ FN ₂ O ₃	2-Cl,6-F	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	56,54	3,95	5,50	57,41	4,27	5,57
93	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	58,43	4,09	5,68	58,59	4,27	5,65
94	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	62,31	4,55	6,32	62,63	4,62	6,38
95	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₂ FN ₂ O ₃	2-Cl,6-F	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	59,88	4,15	6,07	60,54	4,54	6,06
96	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	3-CH ₃	62,10	4,30	6,30	62,55	4,62	6,27
97	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	58,61	4,30	5,70	58,47	4,30	5,63
98	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₃ FN ₂ O ₃	2-Cl,6-F	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	56,54	3,95	5,50	56,88	4,05	5,39
99	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	58,43	4,09	5,68	58,72	4,18	5,68
100	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	58,61	4,30	5,70	58,59	4,34	5,53
101	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	3-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	58,43	4,09	5,68	58,38	4,17	5,53
102	C ₂₄ H ₂₁ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4Br	3-CH ₃	53,75	3,95	5,22	53,72	4,03	5,53
103	C ₂₄ H ₂₀ BrCl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ -4Br	3-CH ₃	53,60	3,75	5,21	53,27	3,78	5,07
104	C ₂₃ H ₂₀ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4Br	3-CH ₃	56,63	4,13	5,74	56,52	4,22	5,76
105	C ₂₃ H ₁₉ BrF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4Br	3-CH ₃	56,46	3,91	5,72	56,65	4,09	5,94
106	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	62,31	4,55	6,32	62,17	4,65	6,30
107	C ₂₃ H ₁₉ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	62,10	4,30	6,30	61,95	4,42	6,19



Tabel I (fortsat)

1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer

Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
108	C ₂₄ H ₂₁ Br F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-(CH ₃) ₂	2-CH ₃ -4-Br	3-CH ₃	m.p. 194 ~ 197°C					
109	C ₂₆ H ₂₅ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-s-butyl	55,34	4,46	4,96	55,49	4,42	4,87
110	C ₂₆ H ₂₄ BrClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	4-Br	2-s-butyl	55,19	4,28	4,95	55,78	4,28	4,81
111	C ₂₅ H ₂₂ ClF ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	61,17	4,52	5,71	61,45	4,66	5,63
112	C ₂₅ H ₂₄ Cl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,70	5,13	5,94	63,64	5,24	6,03
113	C ₂₅ H ₂₃ ClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,4-(CH ₃) ₂	5-CH ₃	63,50	4,90	5,92	63,75	5,18	6,63
114	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl,4-CH ₃	5-CH ₃	58,61	4,30	5,70	59,19	4,68	5,60
115	C ₂₄ H ₂₀ Cl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-Cl,4-CH ₃	5-CH ₃	58,43	4,09	5,68	58,64	4,36	5,64
116	C ₂₃ H ₁₈ Cl ₄ N ₂ O ₄	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,4-Cl ₂	5-CH ₃	53,93	3,54	5,47	54,16	3,79	5,41
117	C ₂₃ H ₁₇ Cl ₃ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2,4-Cl ₂	5-CH ₃	53,77	3,34	5,45	53,57	3,42	5,58
118	C ₂₂ H ₁₆ BrCl ₃ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,5-Cl ₂	2-CH ₃ ,4-Br	5-CH ₃	48,69	2,97	5,16	49,39	3,01	5,07
119	C ₂₂ H ₁₅ BrCl ₂ F ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,5-Cl ₂	2-CH ₃ ,4-Br	5-CH ₃	48,56	2,78	5,15	49,05	2,86	5,08
120	C ₂₄ H ₂₁ BrCl ₂ N ₂ O ₃	2-Cl	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ ,4-Br	5-CH ₃	53,75	3,76	5,22	53,96	4,04	5,20
121	C ₂₄ H ₂₀ BrClF ₂ N ₂ O ₃	2,6-F ₂	0	3,6-(CH ₃) ₂ -5-Cl	2-CH ₃ ,4-Br	5-CH ₃	53,60	3,75	5,21	53,69	3,78	5,16
122	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	2-CH ₃ -5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	60,13	4,39	6,10	60,58	4,55	6,05
123	C ₂₂ H ₁₇ Cl ₃ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	2-CH ₃ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	55,07	3,57	5,84	55,86	3,61	5,64
124	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-CH ₃	S	2-CH ₃ -5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	60,13	4,39	6,10	60,14	4,32	6,08
125	C ₂₄ H ₂₃ Br N ₂ O ₂ S	2-CH ₃	S	3-CH ₃	2-CH ₃ ,4-Br	6-CH ₃	59,58	4,79	5,79	60,48	5,04	5,71

Tabel I (fortsat)
1-(Alkylphenoxyaryl)-3-benzoyl-urinstoffer

Eks. nr.	Molformel	XX'	Y	R ₁	R ₂	R ₃	Beregnet analyse			Fundet		
							C	H	N	C	H	N
126	C ₂₂ H ₁₇ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	2-CH ₃ , 5-Cl	4-Br	2-CH ₃	50,40	3,27	5,34	50,32	3,37	5,22
127	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Br	6-CH ₃	54,78	4,00	5,56	55,82	4,37	5,04
128	C ₂₄ H ₂₃ ClN ₂ O ₂ S	H ₂	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	65,67	5,28	6,38	66,57	5,41	6,35
129	C ₂₃ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	H ₂	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	4-Cl	2-CH ₃	60,13	4,39	6,10	60,39	4,69	6,13
130	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	3-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	56,76	4,17	5,52	56,96	4,25	5,57
131	C ₂₄ H ₂₁ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	2-CH ₃ -4-Br	3-CH ₃	52,19	3,83	5,07	52,61	3,92	4,91
132	C ₂₃ H ₂₀ BrClN ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Br	3-CH ₃	54,83	4,00	5,56	54,98	4,18	5,57
133	C ₂₀ H ₂₀ Cl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3-CH ₃	2-CH ₃ -4-Cl	5-CH ₃	60,13	4,39	6,10	60,62	4,61	6,13
134	C ₂₆ H ₂₅ BrCl ₂ N ₂ O ₂ S	2-Cl	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	4-Br	2-s-butyl	53,81	4,34	4,83	54,16	4,36	5,20
135	C ₂₄ H ₂₁ ClF ₂ N ₂ O ₂ S	2,6-F ₂	S	3,6-(CH ₃) ₂ , 5-Cl	2-CH ₃	4-CH ₃	60,69	4,46	5,90	60,35	4,57	5,98

0

Visse repræsentative eksempler for de her omhandlede nye forbindelser bedømmes til bestemmelse af deres aktivitet over for bestemte insekter, herunder en kålorm og en bille. De nye forbindelser afprøves også for phytotoksicitet ved påførelse på vigtige økonomiske afgrøder, herunder bønner, sojabønner, majs, tomat og bomuld. De omhandlede forbindelser bedømmes endvidere med hensyn til pattedyrstoksicitet.

Suspensioner af prøveforbindelserne fremstilles ved opløsning af 1 g af forbindelsen i 50 ml acetone, hvori der er opløst 0,1 g (10 vægtprocent af forbindelsen) af et alkoxyphenoxypolyethoxyethanol-overfladeaktivt middel som emulgeringsmiddel eller dispergeringsmiddel. Den herved fremkomne opløsning blandes i 150 ml vand, hvorved der fås rundt regnet 200 ml af en suspension indeholdende forbindelsen i findelt form. Den således fremstillede forrådssuspension indeholder 0,5 vægtprocent forbindelse. Prøvekoncentrationerne regnet i dele pr. million efter vægt (ppm), således som disse benyttes i de nedenfor beskrevne prøver, fås ved passende fortyndinger af forrådssuspensionen med vand. Prøveprocedurerne er som følger:

Løvsprøjteprøve/lokkemadsprøve mod hærorm

Larver af sydlig hærorm (*Spodoptera eridania* Cram) opdrættet på bønneplanter af sorten Tendergreen ved en temperatur på $26,7^{\circ}\text{C} \pm 2,8^{\circ}\text{C}$ og en relativ fugtighed på $50 \pm 5\%$ udgør prøveinsekterne.

De afprøvede forbindelser bringes på præparatform ved at fortynde forrådssuspensionen med vand, således at der fås en suspension indeholdende 500 dele prøveforbindelse pr. milliondele færdigt præparat, som anbringes på Tendergreen bønneplanterne, der har standardhøjde og -alder og befinder sig på et drejebord, hvor de oversprøjtes med 100-110 ml præparat indeholdende prøveforbindelsen ved anvendelse af en DeVilbiss-sprøjtepistol indstillet til et lufttryk på 2,8 ato. Denne påførelse,

0

som varer 25 sekunder, er tilstrækkelig til at fugte planterne til drypvådhed. Som kontrol anvendes 100-110 ml af en opløsning indeholdende vand/acetone/emulgator, men ingen prøveforbindelse, og som ligeledes sprøjtes på inficerede planter. Når planterne er tørre, adskilles bladparrene, og hvert enkelt blad anbringes i en petriskål med diameter 9 cm foret med fugtet filterpapir. Fem tilfældigt udvalgte larver indsættes i hver skål, og skålene lukkes. De lukkede skåle etiketteres og opbevares ved $26,7-29,5^{\circ}\text{C}$ i 3 dage. Selvom larverne let kan fortære hele bladet i løbet af 24 timer, gives de ikke mere føde. Larver, der er ude af stand til at bevæge sig kroppens længde, selv efter at stimuleres ved at prikkes med en nål, regnes for døde. Dødelighedsprocenten registreres for forskellige koncentrationsniveauer.

Løvsprøjteprøve mod mexikansk bønnebille

Larver på fjerde stadium af mexikansk bønnebille (*Epilachna varivestis*, Muls.) opdrættet på bønneplanter af sorten Tendergreen ved en temperatur på $27,6 \pm 2,8^{\circ}\text{C}$ og en relativ fugtighedsprocent på 50 ± 5 udgør forsøgsinsekterne.

Prøveforbindelserne bringes på præparatform ved, at forrådssuspensionen fortyndes med vand, således at der fås en suspension indeholdende 500 dele prøveforbindelse pr. milliondele færdigt præparat. Udpottede Tendergreen bønneplanter af standardhøjde og -alder anbringes på et roterende drejebord og oversprøjtes med 100-110 ml prøvepræparat under anvendelse af en DeVilbiss sprøjtepistol indstillet til et lufttryk på 2,8 ato. Denne påførelse, som varer 25 sekunder, er tilstrækkelig til at væde planterne til drypvådhed. Som kontrol oversprøjtes tilsvarende bønneplanter med 100-110 ml af en vand/acetone/-emulgatoropløsning, som imidlertid ingen prøveforbindelse indeholder. Når planterne er tørre, adskilles bladparrene

0 og anbringes hver for sig i en 9 cm petriskål foret
med fugtet filterpapir. Fem tilfældigt udvalgte larver
indsættes i hver skål, og skålene lukkes. De lukkede
skåle etiketteres og opbevares ved en temperatur
5 på $27,6 \pm 2,8^{\circ}\text{C}$ i 3 dage. Skønt larverne let kan
fortære bladet i løbet af 24-48 timer, gives de
ikke yderligere føde. Larver, som er ude af stand
til at bevæge sig kroppens længde, selv efter at være
stimuleret ved prikning med en nål, anses for at være
10 døde.

Løvsprøjteprøve/lokkemadprøve mod tobaks- og
bomuldsknoporm.

Larver af tobaksknopormen på andet stadium
(som vejer ca. 4,5 mg) (*Heliothis virescens*, E.) og
15 af bomuldsknoporm, (som vejer ca. 2,5 mg) (*Heliothis zea*
(Boddie)), der kan fås kommercielt og er opdrættet på
en kunstig diæt ved en temperatur på $27,6 \pm 2,8^{\circ}\text{C}$ og
en relativ luftfugtighed på $50 \pm 5\%$, udgør forsøgs-
insekterne.

20 Under anvendelse af en lignende fremgangsmåde
som anført ovenfor, men idet man anvender bomuldsplanter
i stedet for bønner, indsættes de behandlede og tørrede
bomuldsblade i 9 cm petriskåle organiseret i grupper
med 10 skåle pr. sæt. En tilfældigt larve indsættes i
25 hver skål af de ti i et sæt, og skålene lukkes. De
lukkede skåle etiketteres og opbevares ved $27,6 \pm 2,8^{\circ}\text{C}$
i 5 dage.

De biologiske egenskaber hos visse repræsentative
forbindelser fremstillet ifølge ovenstående synteseeksempler
30 tjener til illustration af forbindelserne ifølge
opfindelsen, således som det fremgår af resultaterne
i nedenstående tabel II.

0

Tabel IIBiologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstoffer

5

<u>Eks.nr.</u>	<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
	<u>SAW</u> ⁽¹⁾	<u>MBB</u> ⁽²⁾
1	A	A
2	A	A
10 3	A	A
4	A	A
5	A	A
6	A	A
7	A	A
15 8	A	A
9	A	A
10	A	A
11	A	A
12	A	A
20 13	A	A
14	A	A
15	A	A
16	A	A
17	A	A
25 18	A	A
19	A	A
20	A	A

30

(1) Hærorm

(2) Mexikansk bønnebille

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

35

Tabel II (fortsat)

Biologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstoffer

Eks.nr	<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
	<u>SAW⁽¹⁾</u>	<u>MBB⁽²⁾</u>
21	A	A
22	A	A
23	A	A
24	A	A
25	A	A
26	A	A
27	A	A
28	A	A
29	A	A
30	A	A
31	A	A
32	A	A
33	A	A
34	A	A
35	A	A
36	A	A
37	A	A

(1) Hærorm

(2) Mexikansk bønnebill

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

0

Tabel II (fortsat)Biologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstoffer

		<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
5	<u>Eks.nr.</u>	<u>SAW⁽¹⁾</u>	<u>MBB⁽²⁾</u>
	56	A	A
	57	A	A
	58	A	A
10	59	A	C
	60	A	A
	61	A	A
	63	B	B

15

(1) Hørorm_

(2) Mexikansk bønnebille

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

20

25

30

35

0

Tabel II (fortsat)Biologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstoffer

		<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
<u>Eks.nr.</u>		<u>SAW</u> ⁽¹⁾	<u>MBB</u> ⁽²⁾
5	64	A	A
	65	A	A
	66	A	B
	67	A	A
	68	A	A
10	69	A	A
	70	A	A
	71	A	A
	72	A	A
	73	A	A
15	74	A	A
	75	A	A
	76	A	A
	77	A	C
	78	A	A
20	79	A	C
	80	A	A
	81	A	A
	82	A	A
	83	A	A
25	84	A	A
	85	A	A
	86	A	A
	87	A	A

30

(1) Hærorm

(2) Mexikansk bønnebill

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

35

0

Tabel II (fortsat)Biologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstofferAktivitet ved 500 ppm

	<u>Eks.nr.</u>	<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
		<u>SAW⁽¹⁾</u>	<u>MBB⁽²⁾</u>
5	88	A	A
	89	A	A
	90	A	A
	91	A	A
	92	A	A
10	93	A	A
	94	A	A
	95	A	A
	96	A	A
	97	A	A
15	98	A	A
	99	A	A
	100	A	A
	101	A	A
	102	A	A
20	103	A	A
	104	A	A
	105	A	A
	106	A	A
	107	A	A
25	108	A	A

(1) Hærorm

(2) Mexikansk bønnebille

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

30

35

0

Tabel II (fortsat)Biologiske egenskaber hos repræsentative benzoylurinstoffer

		<u>Aktivitet ved 500 ppm</u>	
	<u>Eks.nr.</u>	<u>SAW⁽¹⁾</u>	<u>MBB⁽²⁾</u>
5	109	A	A
	110	A	A
	111	A	A
	112	A	A
	113	A	A
10	114	A	A
	115	A	A
	116	A	A
	117	A	A
	118	A	A
15	119	A	A
	120	A	A
	121	A	A
	122	A	A
	123	A	A
20	124	A	A
	126	A	A
	128	A	A
	129	C	A
	130	A	A
25	131	A	A
	132	A	A
	133	A	A
	134	A	C
	135	A	A

(1) Hærorm

(2) Mexikansk bønnebille

(3) A = Totaludryddelse

B = Moderat bekæmpelse

C = ingen virkning

35

0

For at demonstrere den forøgede eller forbedrede biologiske aktivitet overfor hærorm sammenlignes visse repræsentative benzoylurinstoffer ifølge opfindelsen med kendte produkter. Resultaterne er anført i nedenstående tabel III:

Tabel III

Sammenligning af repræsentative benzoylurinstoffer med nært beslægtede, kendte forbindelser over for hærorm

10

Forbindelse	Påførelsesmængde (ppm)	Udryddelses % efter 5 dage
1-(4-chlorphenyl)-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof (1)	10 5	100 40
15 1-[4-(4-methylphenylthio)-phenyl]-3-(2,6-dichlorbenzoyl)urinstof (2)	500 125 31	40 30 10
1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3-chlorphenyl]-3-(2-chlorbenzoyl)urinstof (3)	125 31 8	100 30 20
20 1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2-chlorbenzoyl)urinstof	2 1 (eks. 8)	100 100
1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2-chlorbenzoyl)thiourinstof	2 1 (eks. 16)	100 90
25 1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3,5-dimethylphenyl]-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof	8 2 (eks. 4)	100 100

(1) "Dimilin"[®], en kendt forbindelse.

(2) Forbindelsen kendt fra DE 2.901.334.

(3) Forbindelsen kendt fra DE 3.104.407 (EP 57.888)

30

35

0

For at demonstrere den forbedrede biologiske aktivitet overfor *Heliothis* sammenlignes repræsentative benzoylurinstoffer med kendte produkter. Resultaterne er anført i nedenstående tabeller IV og V:

5

Tabel IV

Sammenligning af repræsentative benzoylurinstoffer med nært beslægtede kendt forbindelser overfor *Heliothis zea*

10

Forbindelse	LD ₅₀ (ppm) <i>Heliothis zea</i>
1-(4-chlorphenyl)-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof ⁽¹⁾	500
15 1-[4-(4-methylphenylthio)phenyl]-3-(2,6-dichlorbenzoyl)urinstof ⁽²⁾	>100
1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3-chlorphenyl]-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof ⁽³⁾	>100
20 1-[4-(2,4,5-trimethylphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof (eks. 113)	0,4
1-[4-(2,5-dimethyl-4-chlorphenoxy)-3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof (eks. 99)	0,7

25

- (1) "Dimilin" ®, kendt forbindelse.
 (2) Forbindelsen kendt fra DE 2.901.334.
 (3) Forbindelsen kendt fra DE 3.104.407 (EP 57.888)

30

35

0

Tabel V

Sammenligning af representative benzoylurin-
stoffer med nært beslægtede kendte forbindelser
mod *Heliothis virescens*

5

Forbindelse	LD ₅₀ (ppm) <i>Heliothis virescens</i>
1-(4-chlorphenyl-3- -(2,6-difluorbenzoyl)urinstof ⁽¹⁾	31
10 1-[4-(4-methylphenylthio)phenyl]-3- -(2,6-dichlorbenzoyl)urinstof ⁽²⁾	>100
1-[4-(2,4-dimethylphenoxy)-3-chlor- phenyl]-3-(2,6-difluorbenzoyl)urinstof ⁽³⁾	>100
1-[4-(2,5-dimethyl-4-chlorphenoxy)- -3,6-dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2,6- -difluorbenzoyl)urinstof (eks. 99)	0,63
15 1-[4-(2-methyl-4-t-butylphenoxy)-3,6- -dimethyl-5-chlorphenyl]-3-(2,6- -difluorbenzoyl)urinstof (eks. 40)	2,4

(1) "Dimilin" ®, kendt forbindelse.

(2) Forbindelsen kendt fra DE 2.901.334.

20

(3) Forbindelsen kendt fra DE 3.104.407
(EP 57.888)

25

30

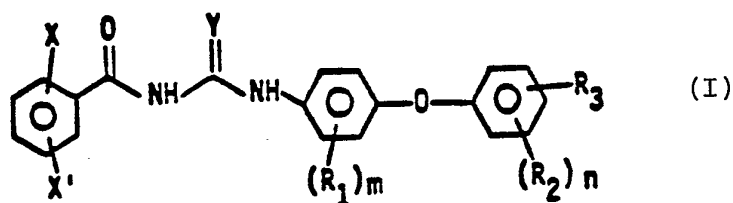
35

0

P A T E N T K R A V

1. 1-(alkylphenoxyaryl)-3-benzoylurinstof,
k e n d e t e g n e t ved, at det har den almene formel

5



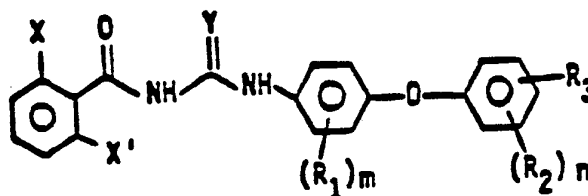
10

hvor i X og X' indbyrdes uafhængigt er hydrogen eller halogen,
Y er oxygen eller svovl, m og n er hver for sig 0 til 4, R₁
betegner halogen eller C₁-C₄ alkyl, R₂ betegner halogen
eller C₁-C₄ alkyl, R₃ betegner C₁-C₁₂ alkyl,
dog med den forudsætning af m ikke kan være 0 eller 1, når
n er mindre end 2.

15

2. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den har formlen

20

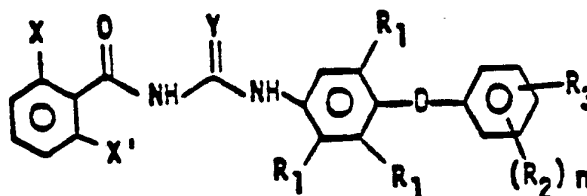


hvor i X, X', Y, R₁, R₂, R₃, m og n er som anført i
krav 1.

25

3. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den har formlen

30



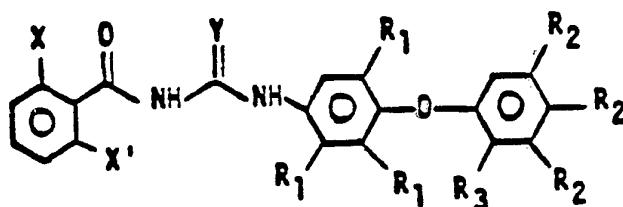
35

0

hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 , R_3 og n er som anført i krav 1.

4. Forbindelse ifølge krav 1, kendetegneth ved, at den har formelen

5

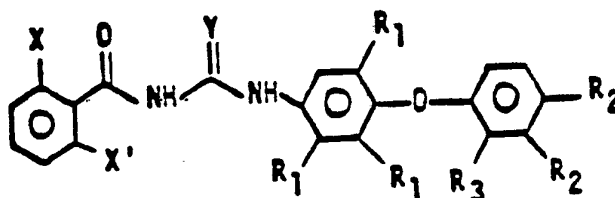


10

hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som anført i krav 1.

5. Forbindelse ifølge krav 1, kendetegneth ved, at den har formelen

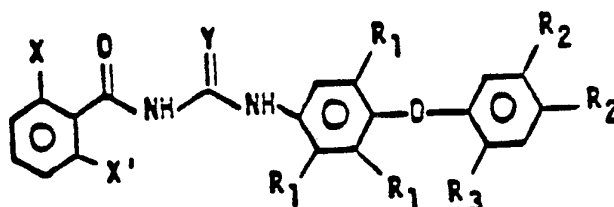
15



hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som anført i krav 1.

6. Forbindelse ifølge krav 1, kendetegneth ved, at den har formelen

20

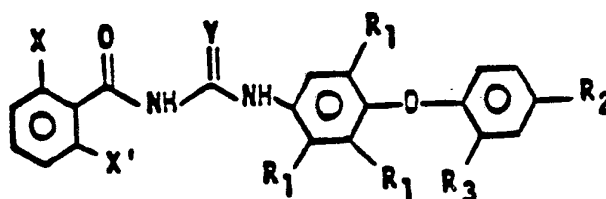


25

hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som anført i krav 1.

7. Forbindelse ifølge krav 1, kendetegneth ved, at den har formelen

30



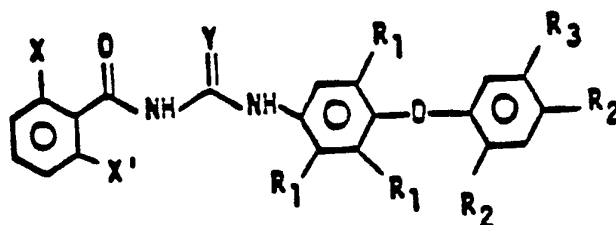
hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som anført i krav 1.

35

0

8. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den har formelen

5



10

hvor X , X' , Y , R_1 , R_2 og R_3 er som anført i krav 1

15

9. Insekticidt middel, k e n d e t e g n e t ved, at det udover en acceptabel bærer indbefatter en insekticidt effektiv mængde af en forbindelse ifølge ethvert af kravene 1-8.

10. Fremgangsmåde til bekæmpelse af insekter, k e n d e t e g n e t ved, at man udsætter disse for en insekticidt effektiv mængde af en forbindelse ifølge krav 1-8.

20

25

30

35