



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

204961
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
A 01 N 57/00

(22) Přihlášeno 10 08 79
(21) (PV 5495-79)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 12. 08 78
(P 28 35 492.9)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 12 83

(72)
Autor vynálezu

MAURER FRITZ dr., WUPPERTAL, HOMEYER BERNHARD dr.,
LEVERKUSEN, HAMMANN INGEBORG dr., KÖLN a BEHRENS
WOLFGANG dr., OVERATH (NSR)

(73)
Majitel patentu

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, LEVERKUSEN (NSR)

(54) Insekticidní, akaricidní a nematocidní prostředky a způsob výroby účinné složky

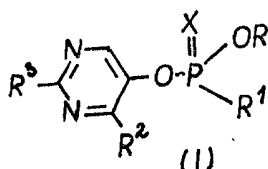
1

Vynález se týká insekticidních, akaricidních a nematocidních prostředků, které obsahují jako účinnou složku nové 2-cykloalkyl-5-pyrimidinylestery popřípadě -esteramidy [thio]fosforečné nebo -fosfonové kyseliny. Dále se vynález týká způsobu výroby těchto nových účinných látek.

Je již známo, že určité 2,6-dialkyl-4-pyrimidinylestery thiono[thiol]fosforečné kyseliny, jako například O,O-diethyl-O-(2-isopropyl-6-methyl-4-pyrimidinyl)ester thionofosforečné kyseliny a O-ethyl-S-n-propyl-O-(2-isopropyl-6-methyl-4-pyrimidinyl)-ester thionothiofosforečné kyseliny, jsou insekticidně a akaricidně účinné (srov. německý patentní spis č. 910 652 a DOS 2 360 877).

Účinek těchto sloučenin však není, zejména při nízkých aplikovaných množstvích a koncentracích, vždy zcela uspokojivý.

Nyní byly nalezeny nové 2-cykloalkyl-5-pyrimidinylestery, popřípadě esteramidy [thiono]fosforeční či -fosfonové kyseliny obecného vzorce I



2

v němž

R znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

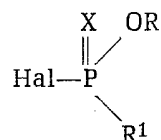
R¹ znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,

R² znamená vodík nebo methylovou skupinu,

R³ znamená cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 atomy uhlíku a

X znamená kyslík nebo síru.

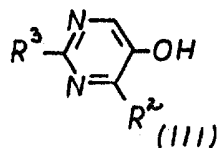
Tyto nové 2-cykloalkyl-5-pyrimidinylestery, popřípadě -esteramidy [thiono]fosforečné nebo -fosfonové kyseliny obecného vzorce I se získají tím, že se esterhalogenidy [thiono]fosforečné nebo -fosfonové kyseliny, popřípadě esteramidhalogenidy [thiono]fosforečné kyseliny obecného vzorce II



v němž

R, R¹ a X mají shora uvedený význam a Hal znamená chlor nebo brom,

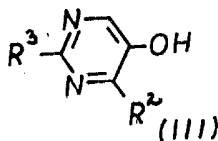
uvádějí v reakci s 5-hydroxypyrimidiny obecného vzorce III



v němž

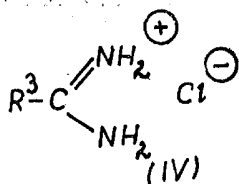
R^2 a R^3 mají shora uvedený význam, popřípadě v přítomnosti činidla vázajícího kyselinu a popřípadě v přítomnosti inertního ředidla.

5-hydroxypyrimidiny obecného vzorce III



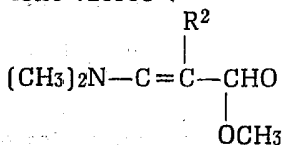
v němž

R^2 a R^3 mají shora uvedený význam, jsou novými sloučeninami. Tyto nové 5-hydroxypyrimidiny obecného vzorce III se získají tím, že se amidinhydrochloridy obecného vzorce IV



v němž

R^3 má shora uvedený význam, nechají reagovat s deriváty akroleinu obecného vzorce V



(V),

v němž

R^2 má shora uvedený význam, v přítomnosti báze a popřípadě v přítomnosti ředidla při teplotách mezi 0 a 100 °C a potom se po přidání vodného hydroxidu draselného v nadbytku reakční směs zahřívá několi hodin v autoklávu na teploty 180 až 200 °C.

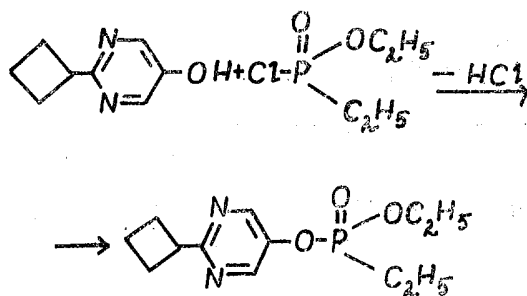
Nové sloučeniny obecného vzorce I se vyznačují silnou insekticidní, akaricidní a nematocidní účinností.

S překvapením vykazují 2-cykloalkyl-5-pyrimidinylestery, popřípadě -esteramidy (thiono)fosforečné nebo -fosfonové kyseliny

podle vynálezu lepší insekticidní, akaricidní a nematocidní účinek než odpovídající sloučeniny analogické struktury a stejného druhu účinku, které jsou známé ze stavu techniky.

Ze sloučenin obecného vzorce I podle vynálezu jsou výhodné ty, v nichž R , R^1 , R^2 , R^3 a X mají význam, který je jako výhodný definován u výchozích látek obecných vzorců II a III.

Použije-li se jako výchozích látek například 2-cyklobutyl-5-hydroxypyrimidin a O-ethylesterchloridu ethanfosfonové kyseliny, pak lze reakci podle vynálezu znázornit následujícím reakčním schématem:



Esterhalogenidy (thiono)fosforečné nebo -fosfonové kyseliny, popřípadě esteramidhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny, které se používají jako výchozí látky, jsou definovány vzorcem II.

V tomto vzorci znamenají obecné symboly výhodně:

R znamená přímou nebo rozvětvenou alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R^1 znamená přímou nebo rozvětvenou alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, přímou nebo rozvětvenou alkokyskupinu nebo alkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v každém z alkylových zbytků nebo fenylovou skupinu,

X znamená kyslík nebo síru a

Hal znamená chlor.

Esterhalogenidy (thiono)fosforečné nebo -fosfonové kyseliny, popřípadě esteramidhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce II jsou známými sloučeninami. Jako příklady těchto sloučenin lze uvést:

O-methylesterchlorid,
O-ethylesterchlorid,
O-n-propylesterchlorid,
O-isopropylesterchlorid methan-, ethan-,
propan- popřípadě fenylo-fosfonové kyseliny a odpovídající thionoanalogy,

dále

O,O-dimethyldiesterchlorid,
O,O-diethyldiesterchlorid,
O,O-di-n-propyldiesterchlorid,
O-methyl-O-ethyldiesterchlorid,
O-methyl-O-n-propyldiesterchlorid,
O-methyl-O-isopropyldiesterchlorid,

Reakční teplota se může měnit v širokém rozmezí. Obecně se pracuje při teplotě mezi 0 a 80 °C, výhodně při 20 až 60 °C. Postup

podle vynálezu se obecně provádí při atmosférickém tlaku.

K provádění postupu dle vynálezu se vychází látky používají obvykle v ekvimolárním množství. Nadbytek jedné nebo druhé reakční složky nepřináší žádné podstatné výhody. Reakce se obecně provádí ve vhodném ředidle v přítomnosti činidla vázajícího kyseliny a reakční směs se míchá několik hodin při potřebné teplotě. Potom se přidá organické rozpouštědlo, jako například toluen, a organická fáze se zpracuje obvyklým způsobem promývání, vysušením a oddestilováním rozpouštědla.

Nové sloučeniny se získají ve formě olejů, které se z části nedají destilovat bez rozkladu, avšak tzv. „dodestilováním“, tj. delším zahříváním za sníženého tlaku na mírně zvýšené teploty se zbaví posledních těkavých podílů a tímto způsobem se čistí. K jejich charakterizování slouží index lomu.

Účinné látky mají dobrou snášenlivost pro rostliny a příznivou toxicitu pro teplokrevné, a hodí se k hubení škůdců, zejména hmyzu, sviluškovitých a nematodů v zemědělství, lesním hospodářství, při ochraně zásob a materiálů, jakož i v oblasti hygieny. Zmíněné látky jsou účinné proti normálně citlivým i rezistentním druhům, jakož i proti všem nebo jen jednotlivým vývojovým stadiím škůdců. K výše zmíněným škůdcům patří:

- z řádu stejnonožců (Isopoda), například
 - stínka zední (*Oniscus asellus*),
 - svinka obecná (*Armadillidium vulgare*),
 - stínka obecná (*Porcellio scaber*);
- z třídy mnohonožek (Diplopoda), například
 - mnohonožka slepá (*Blaniulus guttulatus*);
- z třídy stonožek (Chilopoda), například
 - zemivka (*Geophilus carpophagus*),
 - strašník (*Scutigera spec.*);
- z třídy stonožek (Symphyla), například
 - Scutigera immaculata*;
- z řádu šupinušek (Thysanura), například
 - rybenka domácí (*Lepisma saccharina*);
- z řádu chvostoků (Collembola), například
 - larvénka obecná (*Onychiurus armatus*);
- z řádu rovnokřídlých (Orthoptera), např.
 - šváb obecný (*Blatta orientalis*),
 - šváb americký (*Periplaneta americana*),
 - Leucophaea maderae*,
 - rus domácí (*Blattella germanica*),
 - cvrček domácí (*Acheta domestica*),
 - krtonožka (*Gryllotalpa spec.*),
 - saranče stěhovavá (*Lucusta migratoria migratorioides*),
 - Melanoplus differentialis*,
 - saranče pustinná (*Schistocerca gregaria*);

- z řádu škvorů (Dermaptera), například
 - škvor obecný (*Forficula auricularia*);
- z řádu všekazů (Isoptera), například
 - všekaz (*Reticulitermes spec.*);
- z řádu všů (Anoplura), například
 - mšička (*Phylloxera vastatrix*),
 - dutílka (*Pemphigus spec.*),
 - veš šatní (*Pediculus humanus corporis*),
 - Haematopinus spec.*,
 - Linognathus spec.*;
- z řádu všenek (Mallophaga), například
 - všenka (*Trichodectes spec.*),
 - Damalinea spec.*;
- z řádu třásnokřídlých (Thysanoptera), například
 - třásněnka hnědonohá (*Hercinothrips femoralis*),
 - třásněnka zahradní (*Thrips tabaci*);
- z řádu ploštic (Heteroptera), například
 - kněžice (*Eurygaster spec.*),
 - Dysdercus intermedius*,
 - sítěnka řepná (*Plesma quadrata*),
 - štěnice domácí (*Cimex lectularius*),
 - Rhodnius prolixus*,
 - Triatoma spec.*,
- z řádu stejnokřídlých (Homoptera), např.
 - molice zelná (*Aleurodes brassicae*),
 - Bemisia tabaci*,
 - molice skleníková (*Trialeurades vaporariorum*),
 - mšice bavlníková (*Aphis gossypii*),
 - mšice zelná (*Brevicoryne brassicae*),
 - mšice rybízová (*Cryptomyzus ribis*),
 - mšice maková (*Doralis fabae*),
 - mšice jabloňová (*Doralis pomi*),
 - vlnatka krvavá (*Eriosoma lanigerum*),
 - mšice (*Hyalopterus arundinis*),
 - Macrosiphum avenae*,
 - Myzus spec.*,
 - mšice chmelová (*Phorodon humuli*),
 - mšice střemchová (*Rhopalosiphum padi*),
 - pidikřísek (*Empoasca spec.*),
 - křísek (*Euscelis bilobatus*),
 - Nephotettix cincticeps*,
 - Lecanium corni*,
 - puklice (*Saissetia oleae*),
 - Laodelphax striatellus*,
 - Nilaparvata lugens*,
 - Aonidiella aurantii*,
 - štítenka břečťanová (*Aspidiotus hederae*),
 - červec (*Pseudococcus spec.*),
 - mera (*Psylla spec.*);
- z řádu motýlů (Lepidoptera), například
 - Pectinophora gossypiella*,
 - pídalka tmavoskvrnák (*Bupalus piniarius*),
 - Cheimatobia brumata*,

klíněnka jabloňová (*Lithocolletis blancardella*),
 mol jabloňový (*Hyponomeuta padella*),
 předivka polní (*Plutella maculipennis*),
 bourovec prstěnitý (*Malacosoma neustria*),
 bekyně pižmová (*Euproctis chrysorrhoea*),
 bekyně (*Lymantria spec.*),
Bucculatrix thurberiella,
 listovníček (*Phyllocnistis citrella*),
 osenice (*Euxoa spec.*),
Feltia spec.,
Earias insulana,
 šedavka (*Heliothis spec.*),
 blýskavka červivcová (*Laphygma exigua*),
 mûra zelná (*Mamestra brassicae*),
 mûra sosnokaz (*Panolis flammea*),
Prodenia litura,
Spodoptera spec.,
Trichoplusia ni,
Carpocapsa pomonella,
 bělásek (*Pieris spec.*),

Chilo spec.,
 zavíječ kukuřičný (*Pyrausta nubilalis*),
 mol moučný (*Ephestia kühniella*),
 zavíječ voskový (*Galleria mellonella*),
 obaleč (*Cacoecia, podana*),
Capua reticulana,
Choristoneura fumiferana,
Clysia ambiguella,
Homona magnanima,
 obaleč dubový (*Tortrix viridana*);

z řádu brouků (*Coleoptera*), například
 červotoč proužkovaný (*Anobium punctatum*),
 korovník (*Rhizopertha dominica*),
Bruchidius obtectus,
 zrnokaz (*Acanthoscelides obtectus*),
 tesařík krovový (*Hylotrupes bajulus*),
 bázlivec olšový (*Agelastica alni*),
 mandelinka bramborová (*Leptinotarsa decemlineata*),
 mandelika řeřišnicová (*Phaedon cochleariae*),
Diabrotica spec.,
 dřepčík olejkový (*Psylliodes chrysocephala*),
Epilachna varivestis,
 maločlenec (*Atomaria spec.*),
 lesák skladištní (*Oryzaephilus surinamensis*),
 květopas (*Anthonomus spec.*),
 pilous (*Sitophilus spec.*),
 lalokonosec rýhovaný (*Otiorrhynchus sulcatus*),
Cosmopolites sordidus,
 krytonosec šesulový (*Ceuthorrhynchus assimilis*),
Hypera postica,
 kožojed (*Dermestes spec.*),
Trogoderma spec.,
 rušník (*Anthrenus spec.*),
 kožojed (*Attagenus spec.*),
 hrbohlav (*Lyctus spec.*),
 blýskáček řepkový (*Meligethes aeneus*),

vrtavec (*Ptinus spec.*),
 vrtavec plstnatý (*Niptus hololeucus*),
Gibbium psyllioides,
 potemník (*Tribolium spec.*),
 potemník moučný (*Tenebrio molitor*),
 kovařík (*Agriotes spec.*),
Conderus spec.,
 vhrout obecný (*Melolontha melolontha*),
 chroustek letní (*Amphimallon solstitialis*),
Costelytra zealandica;

z řádu blanokřídlých (*Hymenoptera*), např.
 hřebenule (*Diprion spec.*),
 pilatka (*Hoplocampa spec.*),
 mravenec (*Lasius spec.*),
Monomorium pharaonis,
 sršeň (*Vespa spec.*);

z řádu dvoukřídlých (*Diptera*), například
 komár (*Aedes spec.*),
 anofeles (*Anopheles spec.*),
 komár (*Culex spec.*),
 octomilka obecná (*Drosophila melanogaster*),
 moucha (*Musca spec.*),
 slunilka (*Fannia spec.*),
 bzučivka obecná (*Calliphora erythrocephala*),
 bzučivka (*Lucilia spec.*),
Chrysomyia spec.,
Cuterebra spec.,
 střěček (*Gastrophilus spec.*),
Hyppobosca spec.,
 bodalka (*Oestrus spec.*),
 střěček (*Oestrus spec.*),
 střěček (*Hypoderma spec.*),
 ovád (*Tabanus spec.*),
Tannia spec.,
 muchnice zahravní (*Bibio hortulanus*),
 bzunka ječná (*Oscinella frit*),
Phorbia spec.,
 květilka řepná (*Pegomyia hyoscyami*),
 vrtule obecná (*Ceratitis capitata*),
Dacus oleae,
 tiplice bahenní (*Tipula paludosa*);
 z řádu Siphonaptera, například
 blecha morová (*Xenopsylla cheopis*),
 blecha (*Ceratophyllus spec.*);

z řádu Arachnida, například
Scorpio maurus,
 snovačka (*Latreutes mactans*);

z řádu roztočů (*Acarina*), například
 zákožka svrabová (*Acarus siro*),
 klíšťák (*Argas spec.*),
Ornithodoros spec.,
 čmelík kuří (*Dermanyssus gallinae*),
 vlnovník rybízový (*Eriophyes ribis*),
Phyllocoptruta oleivora,
 klíšť (*Boophilus spec.*),
 piják (*Rhipicephalus spec.*),
 piják (*Amblyomma spec.*),
Hyalomma spec.,
 klíště (*Ixodes spec.*),
 prašivka (*Psoroptes spec.*),
 strupovka (*Chorioptes spec.*),

Sarcoptes spec.,
 roztočik (*Tarsonemus spec.*),
 sviluška rybízová (*Bryobia praetiosa*),
 sviluška (*Panunychus spec.*),
 sviluška (*Tetranychus spec.*).

K nematodům škodícím rostlinám náleží rody:

hádátka (*Pratylenchus spec.*),
Radopholus similis,
 hádátka zhoubné (*Ditylenchus dipsaci*),
Tylenchulus semipenetrans,
 hádátka (*Heterodera spec.*),
Meloidogyne spec.,
 hádátka (*Aphelenchoides spec.*),
Longidorus spec.,
Xiphinema spec.,
Trichodorus spec.

Účinné látky se mohou převádět na obvyklé prostředky, jako jsou roztoky, emulze, suspenze, prášky, pěny, pasty, granuláty, aerosoly, přírodní a syntetické látky impregnované účinnými látkami, malé částice obalené polymerními látkami a obalovací hmoty pro osivo, dále na prostředky se zápalnými přísadami, jako jsou kouřové patroky, kouřové dózy, kouřové spirály, apod., jakož i na prostředky ve formě koncentrátů účinné látky pro rozptýl mlhou za studena nebo za tepla.

Tyto prostředky se připravují známým způsobem, například smísením účinné látky s plnidly, tedy kapalnými rozpouštědly, zkapalněnými plyny nacházejícími se pod tlakem nebo/a pevnými nosnými látkami, popřípadě za použití povrchově aktivních činidel, tedy emulgátorů nebo/a dispergátorů nebo/a zpěňovacích činidel. V případě použití vody jako plnidla je možno jako pomocná rozpouštědla používat například také organická rozpouštědla. Jako kapalná rozpouštědla přicházejí v podstatě v úvahu: aromáty, jako xylen, toluen nebo alkylnaftaleny, chlorované aromáty nebo chlorované alifatické uhlovodíky, jako chlorbenzeny, chlorethyleny nebo methylenchlorid, alifatické uhlovodíky, jako cyklohexan nebo parafiny, například ropné frakce, alkoholy, jako butanol nebo glykol, jakož i jejich ethery a estery, dále ketony, jako aceton, methylethylketon, methylisobutylketon nebo cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako dimethylformamid a dimethylsulfoxid, jakož i voda. Zkapalněnými plynými plnidly nebo nosnými látkami se míní takové kapaliny, které jsou za normální teploty a normálního tlaku plynné, například aerosolové propelanty, jako halogenované uhlovodíky, jakož i butan, propan, dusík a kysličník uhličitý. Jako pevné nosné látky přicházejí v úvahu: přírodní kamenné moučky, jako kaoliny, aluminy, mastek, křída, křemen, attapulgit, montmorillonit nebo křemelina, a syntetické kamenné moučky, jako vysoce disperzní kyselina křemičitá, kysličník hlinitý a křemičitany. Jako pevné nosné látky pro při-

pravu granulátů přicházejí v úvahu drcené a frakcionované přírodní kamenné materiály, jako vápenec, mramor, pemza, sepiolit a dolomit, jakož i syntetické granuláty z anorganických a organických mouček a granuláty z organického materiálu, jako z pilin, skořápek kokosových ořechů, kukuřičných palic a tabákových stonků. Jako emulgátory nebo/a zpěňovací činidla přicházejí v úvahu neionogenní a anionické emulgátory, jako polyoxyethylenestery mastných kyselin, polyoxyethylenethery mastných alkoholů, například alkylarylpolyglykolethar, alkylsulfonáty, alkylsulfáty, arylsulfonáty a hydrolyzáty bílkovin, a jak dispergátory například lignin, sulfitové odpadní louhy a methylcelulóza.

Prostředky podle vynálezu mohou obsahovat adheziva, jako karboxymethylcelulózu, přírodní a syntetické práškové, zrnité nebo latexové polymery, jako arabskou gumu, polyvinylalkohol a polyvinylacetát.

Dále mohou tyto prostředky obsahovat barviva, jako anorganické pigmenty, například kysličník železitý, kysličník titaničitý a ferrokyanidovou modř, a organická barviva, jako alizarinová barviva a kovová azo-ftalocyaninová barviva, jakož i stopové prvky, například soli železa, manganu, boru, mědi, kobaltu, molybdenu a zinku.

Koncentráty obsahují obecně mezi 0,1 a 95 % hmotnostními, s výhodou mezi 0,5 a 90 % hmotnostními, účinné látky.

Účinné látky podle vynálezu je možno používat ve formě obchodních preparátů nebo/a v aplikačních formách připravených z těchto preparátů.

Obsah účinné látky v aplikačních formách připravených z obchodních preparátů se může pohybovat v širokých mezích. Koncentrace účinné látky v aplikačních formách se může pohybovat od 0,0000001 až do 100 % hmotnostních, s výhodou od 0,01 do 10 % hmotnostních.

Aplikace se provádí běžným způsobem přizpůsobeným použité aplikační formě.

Při použití proti škůdcům v oblasti hygieny a proti skladištním škůdcům se účinné látky podle vynálezu vyznačují vynikajícím reziduálním účinkem na dřevě a hlině a dobrou stabilitou vůči alkáliím na vápených podkladech.

2-cykloalkyl-5-pyrimidinyl-estery, popřípadě -esteramidy (thiono)fosforečné či -fosfonové kyseliny podle vynálezu mají také dobrý systematický účinek (při přejímání účinné látky kořeny) vůči savému a kousavému hmyzu a roztočům.

Příklad A

Test mezní koncentrace (hmyz žijící v půdě)

pokusný hmyz:

květinka (*Phorbia antiqua*) — larvy žijící v půdě

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykol-
etheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se uvedené množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na požadovanou koncentraci.

Účinný prostředek se důkladně promísí s půdou. Koncentrace účinné látky v prostředku nehraje přitom prakticky žádnou roli, rozhodující je pouze množství účinné lát-

ky na jednotku objemu půdy, která se udává v ppm (= mg/litr). Ošetřenou půdou se naplní květináče, které se pak ponechají stát při teplotě místnosti.

Po 24 hodinách se do ošetřené půdy přeneše pokusný hmyz a po dalších 2 až 7 dnech se stanoví procentický stupeň účinku účinné látky spočtením mrtvých a živých exemplářů pokusného hmyzu. Při usmrcení všech exemplářů pokusného hmyzu je účinek 100%, 0 % pak znamená, že počet živých exemplářů hmyzu je stejný jako v kontrolním pokusu.

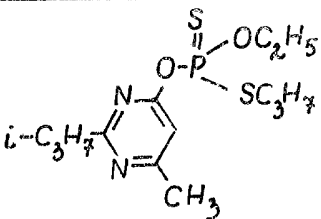
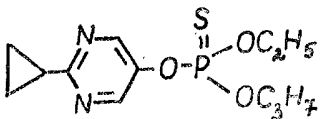
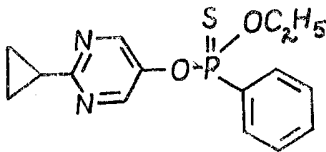
Účinné látky, použitá množství účinných látek a výsledky vyplývající z následující tabulky A:

Tabulka A

Test mezní koncentrace (*Phorbia antiqua* — larvy žijící v půdě)

účinná látka

mortalita v % při koncentraci
účinné látky 1,25 ppm

 [známá]	0 %
	100 %
	100 %

Příklad B

Test mezní koncentrace (hmyz žijící v půdě)

pokusný hmyz:

potemník moučný (*Tenebrio molitor*) —

larvy v půdě

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykol-
etheru.

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se udané množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

Účinný prostředek se důkladně promísí s půdou. Koncentrace účinné látky v pro-

středku přitom nehraje prakticky žádnou roli, rozhodující je pouze samotné množství účinné látky na jednotku objemu půdy, které se udává v ppm (= mg/litr). Ošetřenou půdou se naplní květináče a naplněné květináče se nechají stát při teplotě místnosti.

Po 24 hodinách se do ošetřené půdy přeneše pokusný hmyz a po dalších 2 až 7 dnech se stanoví procentický stupeň účinku účinné látky spočtením mrtvých a živých exemplářů pokusného hmyzu. Při usmrcení všech exemplářů je účinek 100%, 0 % pak znamená, že počet živých exemplářů hmyzu je stejný jako v kontrolním pokusu.

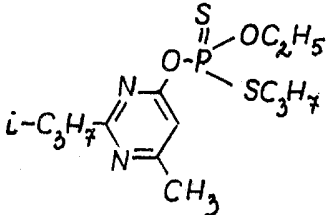
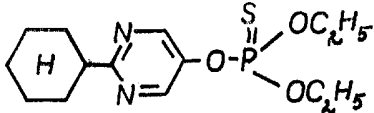
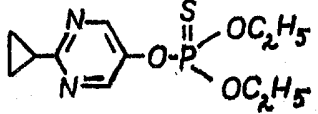
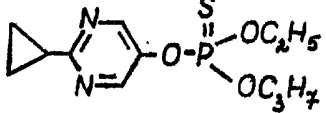
Účinné látky, použité množství účinných látek a výsledky vyplývají z následující tabulky B:

Tabulka B

Test mezní koncentrace (*Tenebrio molitor* v půdě)

účinná látka

mortalita v % při koncentraci
účinné látky 1,25 ppm

	0 %
	100 %
	100 %
	100 %

Příklad C

Test mezní koncentrace/systemický účinek
účinná látka přejímána kořeny]

pokusný hmyz:

mšice broskvoňová (*Myzus persicae*)
rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolglykoletheru.

K přípravě vhodného účinného prostředku se 1 hmotnostní díl účinné látky smísí s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se udané množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

Účinný prostředek se důkladně promísí s půdou. Koncentrace účinné látky v prostředku přitom nehraje prakticky žádnou roli, rozhodující je pouze spotřeba účinné látky na objemovou jednotku půdy, která se udává v ppm (mg/litr). Ošetřenou půdou se na-

plní květináče, do kterých se zasází kapusta (*Brassica oleracea*). Účinná látka je kořeny rostlin přejímána z půdy a transportována do listů.

Pro důkaz systemického účinku při přejímání účinné látky kořeny se po 7 dnech výlučně pouze listy pokusných rostlin obsadí shora uvedeným pokusným hmyzem. Po dalších 2 dnech se pokus vyhodnotí spočtením nebo odhadnutím počtu mrtvých exemplářů pokusného hmyzu. Ze zjištěných hodnot mortality se odvozuje systemický účinek testovaných sloučenin při jejich přejímání kořeny. 100% účinek znamená, že došlo k usmrcení všech exemplářů pokusného hmyzu, hodnota 0 % pak znamená, že přežívá stejný počet pokusného hmyzu jako v kontrolním pokusu prováděném s neošetřeno-

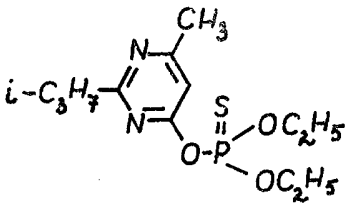
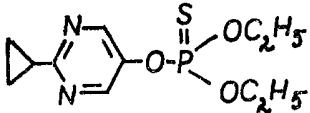
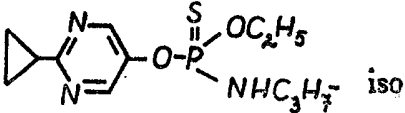
úspěšně. Účinné látky, použitá množství účinných látek a výsledky vyplývají z následující tabulky C:

Tabulka C

Test mezní koncentrace — účinná látka přejímána kořeny (Myzus persicae)

účinná látka

mortalita v % při koncentraci
účinné látky 20 ppm

	0 %
(známá)	
	100 %
	100 %

Příklad D

Test mezní koncentrace/systemický účinek
(účinná látka přejímána kořeny)

pokusný hmyz:

larvy mandelinky řeřišnicové (Phaedon
cochleariae)

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpoliglykol-
etheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se 1 hmotnostní díl účinné látky smísí s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se udané množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

Účinný prostředek se důkladně promísí s půdou. Koncentrace účinné látky v prostředí přitom nehraje prakticky žádnou roli, rozhodující je pouze spotřeba účinné látky na objemovou jednotku půdy, která se udá-

vá v ppm (mg/litr). Ošetřenou půdou se naplní květináče, do kterých se zasází kapusta (Brassica oleracea). Účinná látka je kořeny rostlin přejímána z půdy a transportována do listů.

Pro důkaz systemického účinku při přejímání účinné látky kořeny se po 7 dnech výlučně pouze listy pokusných rostlin obsadí shora uvedeným pokusným hmyzem. Po dalších 2 dnech se pokus vyhodnotí spočtením nebo odhadnutím počtu mrtvých exemplářů pokusného hmyzu. Ze zjištěných hodnot mortality se odvozuje systemický účinek testovaných sloučenin při jejich přejímání kořeny. 100% účinek znamená, že došlo k usmrcení všech exemplářů pokusného hmyzu, hodnota 0 % pak znamená, že přežívá stejný počet pokusného hmyzu jako v kontrolním pokusu prováděném s neošetřenou půdou.

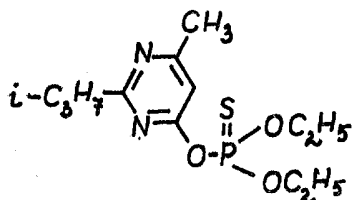
Účinné látky, použitá množství účinných látek a výsledky vyplývající z následující tabulky D:

Tabulka D

Test mezní koncentrace/systemický účinek [účinná látka přejímána kořeny] (Phaedon cochleariae)

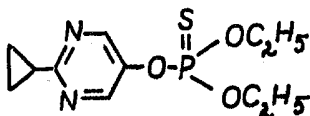
účinná látka

mortalita v % při koncentraci účinné látky 20 ppm

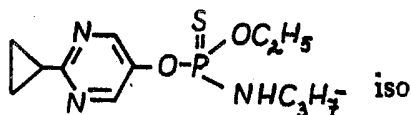


0 %

(známá)



100 %



100 %

Příklad E

Test mezní koncentrace/nematody
pokusný nematod:

hádátka *Meloidogyne incognita*
rozpuštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolglykol-
etheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se udané množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

Účinný prostředek se důkladně promísí s půdou silně zamořenou pokusnými nemato-

dy. Koncentrace účinné látky v prostředku nehraje prakticky žádnou roli, rozhodující je pouze množství účinné látky na jednotku objemu půdy, které se udává v ppm. Ošetřenou půdou se naplní květináče, do půdy se zasije salát a květináče se dále uchovávají ve skleníku při teplotě 27 °C.

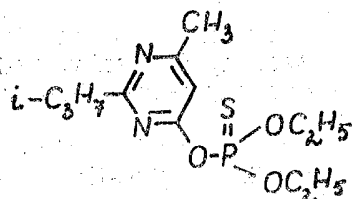
Po 4 týdnech se zjistí napadení kořínků salátu nematody (hálky na kořenech) a vyhodnotí se účinek účinné látky v %. Účinek je 100% v případě, že napadení je úplně zabráněno, a 0 % v případě, že napadení je přesně tak vysoké jako u kontrolních rostlin rostoucích v neošetřené, ale stejným způsobem zamořené půdě.

Účinné látky, použité množství účinných látek a výsledky vyplývají z následující tabulky E:

Tabulka E

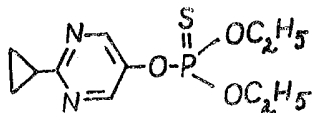
Test mezní koncentrace/nematody *Meloidogyne incognita*

účinná látka

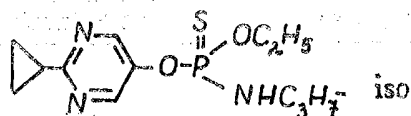
mortalita v % při koncentraci
účinné látky 5 ppm

0 %

[známá]



100 %



100 %

Příklad F

LD₁₀₀ — test

pokusný hmyz:

pilous černý (*Sitophilus granarius*)

počet testovaného hmyzu: 25

rozpuštědlo: aceton

2 hmotnostní díly účinné látky se rozpustí v 1000 objemových dílech rozpouštědla. Takto získaný roztok se zředí dalším rozpouštědlem na požadovanou koncentraci.

2,5 ml roztoku účinné látky se odpipetuje do Petriho misky. Na dně Petriho misky je položen kruhový filtrační papír o průměru asi 9,5 cm. Petriho miska zůstane otevřena

tak dlouho, dokud se rozpouštědlo zcela neodpaří. Podle koncentrace roztoku účinné látky je množství účinné látky na 1 m² filtračního papíru různě vysoké. Potom se do Petriho misky přenese uvedený počet exemplářů testovaného hmyzu a miska se přikryje skleněným víčkem.

Stav pokusného hmyzu se kontroluje za 3 dny od nasazení pokusu. Určuje se mortalita v %. Přitom znamená 100 % stav, kdy byla usmrcena všechna zvířata, zatímco 0 % znamená, že žádné z testovaných zvířat nebylo usmrceno.

Účinné látky, použitá množství účinných látek a výsledky vyplývají z následující tabulky F:

Tabulka F

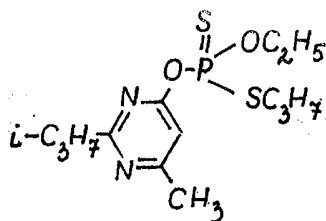
LD₁₀₀ — test (*Sitophilus granarius*)

účinná látka

koncentrace účinné
látky v roztoku v %

mortalita v %

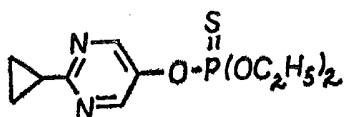
známá:



0,002

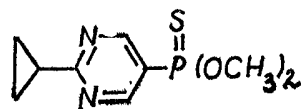
0

podle vynálezu:



0,002

100



0,002

100

Příklad G

Test na blýskavku (*Laphygma frugiperda*)

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykol-
etheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla a s uvedeným množstvím emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na požadovanou koncentraci.

Listy kapusty (*Brassica oleracea*) se ponořením do účinného prostředku žádané koncentrace ošetří a potom se obsadí housenkami blýskavky (*Laphygma frugiperda*) dokud jsou listy ještě vlhké.

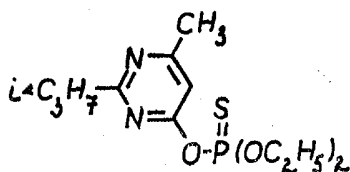
Po požadovaném čase se určí mortalita v %. Přitom znamená 100% stav, kdy byly usmrceny všechny housenky, zatímco 0 % znamená stav, kdy žádná z housenek nebyla usmrcena.

Účinné látky, použité množství účinných látek a výsledky vyplývající z následující tabulky G:

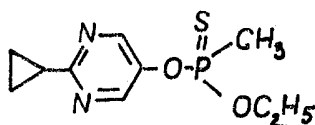
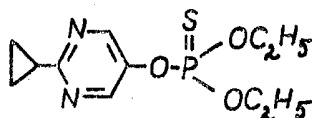
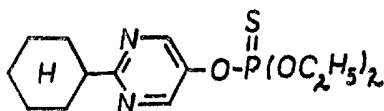
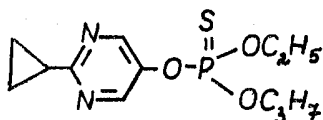
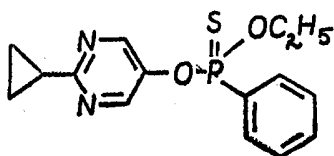
Tabulka G

Test na blýskavku (*Laphygma frugiperda*)

účinná látka

koncentrace účinné
látky v %mortalita v %
po 3 dnech0,01
0,001100
0

[známá]

0,01
0,001100
1000,01
0,001100
1000,01
0,001100
1000,01
0,001100
1000,01
0,001100
100

Příklad H

Test na rezistentní svilušku snovací (*Tetranychus urticae*)

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykol-etheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl příslušné účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla a uvedeným množstvím emulgátoru,

a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

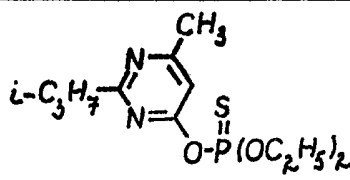
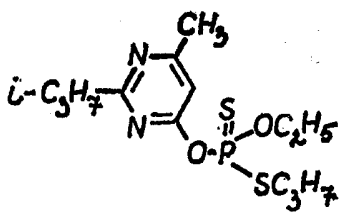
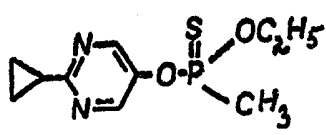
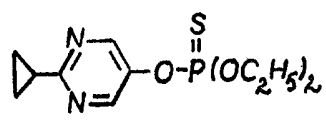
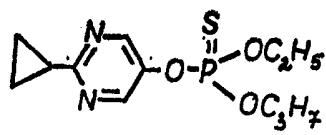
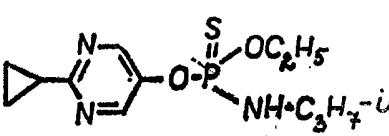
Rostliny fazolu obecného (*Phaseolus vulgaris*), silně zamořené všemi vývojovými stádii svilušky snovací (*Tetranychus urticae*), se ošetří ponořením do připraveného prostředku obsahujícího účinnou látku v zadané koncentraci.

Po příslušné době se zjistí mortalita v %. 100 % znamená, že byly usmrceny všechny svilušky, 0 % znamená, že žádná ze svlušek nebyla usmrcena.

Účinné látky, použitá množství účinných látek a výsledky vyplývají z následující tabulky H:

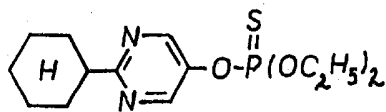
Tabulka H

Test na rezistentní kmen svilušky snovací (*Tetranychus urticae*)

účinná látka	koncentrace účinné látky v %	mortalita v % po 2 dnech
	0,1 0,01	95 0
[známá]		
	0,1 0,01	98 0
[známá]		
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 98
	0,1 0,01	100 90
	0,1 0,01	100 98

Příklady ilustrující způsob výroby účinné látky:

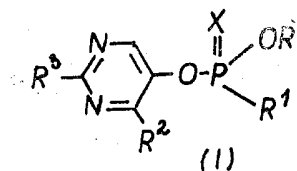
Příklad 1



Směs 300 mililitrů acetonitrilu, 17,8 g (0,1 mol) 2-cyklohexyl-5-hydroxypyrimidinu, uhličitanu draselného a 18,8 g (0,1 mol) O,O-diethyldiesterchloridu thionofosforečné kyseliny se míchá 2 hodiny při teplotě 45 °C. Potom se reakční směs vylíje do 400 ml toluenu a dvakrát se promyje vždy 300 ml vo-

dy. Toluenový roztok se vysuší síranem sodným a odpaří se ve vakuu. Zbytek se destiluje ve vysokém vakuu. Získá se 21,7 g (66 % teorie) O,O-diethyl-O-(2-cyklohexyl-5-pyrimidinyl)esteru thionofosforečné kyseliny ve formě hnědého oleje o indexu lomu $n_D^{25} = 1,5158$.

Analogickým způsobem se mohou vyrobit následující sloučeniny obecného vzorce I

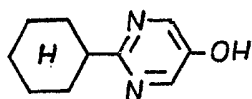


příklad č.	R	R ¹	R ²	R ³	X	výtěžek (% teorie)	fyzikální data (index lomu, teplota tání °C)
2	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	H		S	51	n _D ²³ = 1,5246
3	CH ₃	OCH ₃	H		S	64	n _D ²³ = 1,5287
4	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H		S	78	n _D ²⁴ = 1,5142
5	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	H		S	62	49
6	CH ₃	OCH ₃	H		S	43	n _D ²⁴ = 1,5390
7	C ₃ H ₇ -n	OC ₂ H ₅	H		S	71	n _D ²⁵ = 1,5128
8	C ₂ H ₅	NH-C ₂ H ₅	H		S	74	n _D ²⁶ = 1,5310
9	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H		S		
10	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃		S		
11	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H		S	80	n _D ²³ = 1,5164
12	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -n	H		S		
13	C ₂ H ₅	CH ₃	H		S	72	n _D ²⁵ = 1,5428
14	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H		O		
15	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	H		O		

příklad č.	R	R ¹	R ²	R ³	X	výtěžek (% teorie)	fyzikální data [index lomu, teplota tání °C]
16	C ₂ H ₅		H		S	74	n _D ²⁵ = 1,5815
17	C ₂ H ₅				S		
18	C ₂ H ₅	NH-C ₂ H ₅	H		S	66	n _D ²⁵ = 1,5329
19	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H		S		
20	CH ₃	C ₂ H ₅	H		S		
21	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H		S	67	n _D ²⁶ = 1,5233
22	CH ₃	NH-C ₃ H ₇ -iso	H		S		
23	CH ₃	NH-CH ₃	H		S	66	n _D ²⁶ = 1,5460
24	C ₂ H ₅	NH-CH ₃	H		S		
25	CH ₃	NH-C ₂ H ₅	H		S		
26	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	H		S	55	n _D ²⁵ = 1,5247

5-hydroxypyrimidiny, které se používají jako výchozí látky, se mohou vyrábět například následujícím způsobem:

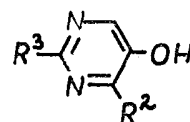
Příklad a



Ke směsi 116,2 g (0,72 mol) cyklohexylamidinhydrochloridu, 150 ml methanolu a 0,8 mol roztoku methoxidu sodného v methanolu se přidá při teplotě místnosti 83,8 g (0,65 mol) 2-methoxy-3-dimethylaminoakroleinu (přípravu viz H. Plumpe a E. Schegk, Archiv der Pharmazie **300** /1967/, str. 704 až 708). Reakční směs se vaří 5 hodin pod zpětným chladičem, ochladí se na teplotu místnosti a vyloučená sůl se odfiltruje. Promyje se 100 ml methanolu, k filtrátu se při-

dá roztok 56 gramů (1 mol) hydroxidu draselného ve 100 mililitrech vody a reakční směs se zahřívá v autoklávu 4 hodiny na 190 °C. Potom se oddestiluje ve vakuu, ke zbytku se přidá 50 mililitrů ledové vody a roztok se za chlazení přidáním koncentrované chlorovodíkové kyseliny upraví na pH 4,5. Po 30 minutách se vykrystalovaný produkt odfiltruje a tak se získá 96 g (83 % teorie) 2-cyklohexyl-5-hydroxypyrimidinu ve formě slabě hnědě zbarveného krystalického prášku s teplotou tání 163 °C.

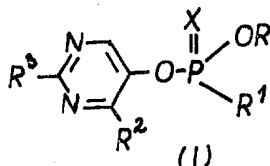
Analogickým způsobem se mohou vyrobit následující sloučeniny obecného vzorce



příklad číslo	R ²	R ³	výtěžek (% teorie)	teplota tání (°C)
b	H		85	185
c	H			
d	H		67	220
e	CH ₃			

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Insekticidní, akaricidní a nematocidní prostředky, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahují alespoň jeden 2-cykloalkyl-5-pyrimidinylester popřípadě -esteramid (thiono)fosforečné(fosfonové) kyseliny obecného vzorce I



v němž

R znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R¹ znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,

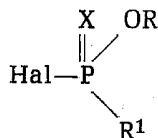
R² znamená vodík nebo methylovou skupinu,

R³ znamená cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 atomy uhlíku a

X znamená kyslík nebo síru.

2. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1 obecného vzorce I, vyznačující se tím, že se na esterhalogenidy (thiono-fosforeč-

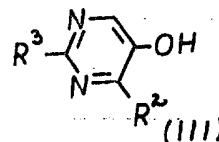
né nebo -fosfonové kyseliny popřípadě na esteramidhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce II



v němž

R, R¹ a X mají shora uvedený význam a Hal znamená chlor nebo brom,

působí 5-hydroxypyrimidiny obecného vzorce III



v němž

R² a R³ mají shora uvedený význam, popřípadě v přítomnosti činidla vázajícího kyselinu a popřípadě v přítomnosti inertního ředidla.