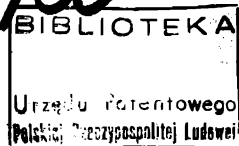


Opis wydany drukiem dnia 18 grudnia 1963 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47833

Kl. 45 I, 9/36
Kl. internat. A 01 n

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Srodek owadobójczy

Patent trwa od dnia 9 grudnia 1961 r.

Pierwszeństwo: 20 czerwca 1961 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Wynalazek dotyczy nowego, skutecznego, łatwo dostępnego środka owadobójczego, zawierającego substancję czynną o wzorze przedstawionym na rysunku. Jak wiadomo, łatwo dostępny chlorek nitrylu, otrzymany przez wkroplenie kwasu chlorosulfonowego do chłodzonej mieszaniny oleum i stężonego kwasu azotowego, reaguje bardzo łatwo w niższych temperaturach z olefinami z wytworzeniem biologicznie czynnych związków chloronitrowych (opis patentowy Stanów Zjednoczonych Ameryki Nr 2.511.915/1950 r. J. Amer. chem. Soc. 74, 3052/1952; Bl. 1956, 804; J. chem. Soc. (London) 1958, 438, 1955).

Związki te nie wykazują jednak bardzo silnego działania owadobójczego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: dr Żaki El-Hewehi i Manfred Born.

Obecnie stwierdzono, że doskonałym środkiem owadobójczym jest środek zawierający jako substancję czynną produkt, otrzymany przez wprowadzenie gazowego chlorku nitrylu do chłodzonego roztworu fosforanu dwumetylodwuchlorowinyłowego w obojętnym, bezwodnym rozpuszczalniku jak eter, chloroform albo czterochlorek węgla i następnie przemyć wodą i usunięcie rozpuszczalnika w próżni. Produktem tym jest fosforan dwumetylotrójchloronitroetyłowy o wzorze przedstawionym na rysunku. Jako produkt uboczny otrzymuje się przy tym fosforan 1, 2, 2'-trójchlorowinyłowy, który tworzy się przez częściowe odszczepienie HNO_2 z fosforanu dwumetylotrójchloronitroetyłowego. Środek według wynalazku odznacza się bardzo silnym działaniem owadobójczym.

W niżej podanych przykładach opisano najpierw sposób wytwarzania substancji czynnej

(przykład I) a następnie opisano wyniki doświadczeń, w których porównywano działanie środka według wynalazku z działaniem znanych środków owadobójczych.

Przykład I. 300 g 20%-owego oleum wkrapla się do 250 g stężonego kwasu azotowego ($D = 1,495$). Do tej mieszaniny wkrapla się w temperaturze od -5° do 0°C 400 g kwasu chłorosulfonowego w ciągu 2 i $\frac{3}{4}$ godzin. Uchodzący gazowy chlorek nitrylu wprowadza się do roztworu, zawierającego 221 g fosforanu dwumetylodwuchlorowinyłowego (DDVP) w 250 ml absolutnego eteru, ochłodzonego do temperatury od -10° do -5°C . Po odstaniu przez 30 godzin w temperaturze pokojowej przemywa się brunatny roztwór 5 litrami wody i oddziela zieloną eterową warstwę, suszy za pomocą bezwodnego siarczanu sodowego i po oddzieleniu od soli przesącza uwalnia od rozpuszczalnika przez destylację w temperaturze 20°C w próżni i przez kilkugodzinne przedmuchiwanie powietrzem.

Otrzymuje się 190 g fosforanu dwumetylotrójchloronitroetyłowego (63,3% wydajności teoretycznej).

Właściwości: zielonożółty olej; $D_{20} = 1,565$; $n_D^{24} : 1,465$. Produkt można destylować w próżni. Otrzymuje się żółtawą ciecz; temperatura wrzenia $110-120^{\circ}\text{C}/2\text{ mm}$; $n_D^{23} = 1,472$.

Przykład II. 1%-owym roztworem środka czynnego w ilości 0,3 ml traktuje się sącdek o średnicy 5,5 cm i w kolbie stożkowej o pojemności 100 ml styka z muchami (*Musca domestica*).

Substancja czynna	Niezdolność do lotu po czasie w min.
-------------------	--------------------------------------

Ester dwumetyłowy kwasu 1-oksy-2, 2, 2-trójchloroetylofosfonowego	20,3
fosforan dwumetylo- α , β -dwubromoetyłowy	4,7
fosforan dwumetylodwuchlorowinyłowy	3,0
fosforan dwumetylotrójchloronitroetyłowy	7,2

Przykład III. Sącdek o średnicy 9 cm zadaje się 0,8 ml 1%-owego roztworu środka czynnego i na płytkach Petriego styka z wołkiem zbożowym (*Calandra granaria*).

Substancja czynna	Śmiertelność w proc.		
	po 3 godz.	5 godz.	24 godz.

Ester dwumetyłowy kwasu 1-oksy-2, 2, 2-trójchloroetylofosfonowego	49,2	65,3	77,5
fosforan dwumetylo- α , β -dwubromoetyłowy	75,0	75,0	77,7
fosforan dwumetylodwuchlorowinyłowy (DDVP)	75,0	75,2	79,3
fosforan dwumetylotrójchloronitroetyłowy	75,0	75,8	80,8

Przykład IV. Mąkę pszenną miesza się dokładnie z substancją czynną użytą w ilości 0,01 i 0,005% i umieszcza w miseczkach porcelanowych, do których wprowadza się chrzączcza ryżowego (*tribolium confusum*). Badanie śmiertelności przeprowadzono w ciągu dziesięciu dni, przy czym wartość początkowa według tablicy oznacza przeciętną śmiertelność po 1-szym i 2-gim dniu badań a wartość końcowa — śmiertelność po ostatnim 10-tym dniu badań.

Substancja czynna	Stęż. w %	Śmiert. w %	
		wart. pocz.	wart. końc.
Fosforan dwumetylo- α , β -dwubromoetyłowy	0,001	21,2	27,5
fosforan dwumetylodwuchlorowinyłowy (DDVP)	0,005	75,9	100,0
fosforan dwumetylotrójchloronitroetyłowy	0,001	73,8	97,5
	0,005	76,7	100,0
	0,001	76,3	100,0
	0,005	78,3	99,2

Przykład V. Sącdek o średnicy 5 cm traktuje się 0,2 ml 10%-owego roztworu substancji czynnej w miseczkach na owady styka z bezskrzydłowymi mszycami (*Aphis fabae*).

Preparat	Stęż. w %	Śmiert. w %		
		po 2 godz.	4 godz.	6 godz.

Fosforan dwumetylotrójchloronitroetyłowy	0,025	81,0	97,0	99,4
(10%-owy roztwór substancji czynnej)	0,05	89,1	99,7	99,7
	0,1	98,3	100,0	100,0

Przykład VI. Rośliny *Phaseolus vulgaris*, *Senecio cruentus*, *Solanum lycopersicum*, *Solanum tuberosum*, *Tradescantia fluminensis* oraz *Vicia faba* spryskano w szklarni 10%-owym roztworem substancji czynnej w ilości 0,025, 0,05, 0,1 i 0,2%. W 10-tym dniu po spryskaniu nie stwierdzono żadnych uszkodzeń roślinnych.

Zastrzeżenie patentowe

Środek owadobójczy w postaci emulsji, zawieszin płynów do rozpylania, aerozoli, środków do spryskiwania, posypywania lub napyłania, znamienny tym, że jako substancję czynną zawiera fosforan dwumetylo- α , β , β -trójchloro- β -nitroetylowy otrzymany na przykład przez reakcję chlorku nitrylu z fosforanem dwumetylodwuchlorowinylowym przy niskich

temperaturach, zwłaszcza w temperaturach od -10 — -5°C w środowisku obojętnych i bezwodnych rozpuszczalników, takich jak eter, chloroform i czterochlorek węgla.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy

