

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

290 371

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1994 - 1248

(22) Přihlášeno: 17.11.1992

(30) Právo přednosti:

22.11.1991 US 1991/796506

20.11.1992 US 1992/979095

(40) Zveřejněno: 12.07.1995

(Věstník č. 7/1995)

(47) Uděleno: 17.05.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17.07.2002

(Věstník č. 7/2002)

(86) PCT číslo: PCT/US92/09855

(87) PCT číslo zveřejnění: WO 93/10083

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁷:

C 07 C 281/02

C 07 C 281/06

C 07 C 281/20

C 07 C 337/06

C 07 C 311/49

C 07 F 9/24

C 07 D 307/91

A 01 N 33/26

(73) Majitel patentu:

UNIROYAL CHEMICAL COMPANY, INC.,
Middlebury, CT, US;
UNIROYAL CHEMICAL CO./UNIROYAL
CHEMICAL CIE., Elmira, CA;

(72) Původce vynálezu:

Dekeyser Mark A., Waterloo, CA;
McDonald Paul T., Middlebury, CT, US;

(74) Zástupce:

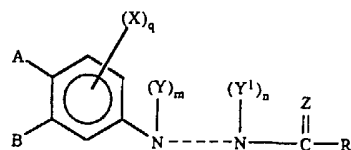
Všetečka Miloš JUDr. advokát, Hálkova 2, Praha 2,
12000;

(54) Název vynálezu:

**Fenylhydrazinové deriváty, pesticidní
prostředek obsahující tyto látky a způsob
kontrolování nežádoucího hmyzu**

(57) Anotace:

Fenylhydrazinové deriváty obecného vzorce IA, ve kterém N--N znamená skupinu N=N nebo N-N, Y¹ je atom vodíku, m a n jsou oba 0 nebo 1, q je číslo 1 až 5, Z je kyslík nebo síra a A a B, R, Y a X mají řadu významů. Tyto sloučeniny jsou účinné při kontrolování roztočů, nematodů (hlístů), jako Meloidogyne incognita, křísů, jako Sogatodes oryzicola, mūr, jako Heliothis virescens a mandelínek, jako Diabrotica undecimpunctata. Do rozsahu vynálezu rovněž náleží pesticidní prostředky obsahující tyto sloučeniny a způsob kontrolování nežádoucího hmyzu.



(IA)

CZ 290371 B6

Fenylhydrazinové deriváty, pesticidní prostředek obsahující tyto látky a způsob kontrolování nežádoucího hmyzu

5 Oblast techniky

Vynález se týká nových fenylhydrazinových derivátů, které projevují insekticidní, akaricidní a nematocidní účinek. Do rozsahu vynálezu rovněž náleží insekticidní, akaricidní a nematocidní prostředky obsahující tyto sloučeniny a rovněž tak způsob kontrolování škodlivého hmyzu, roztočů a nematodů, při kterém se používají uvedených sloučenin nebo prostředků.

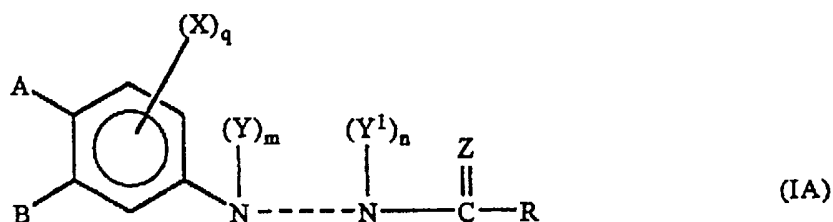
Dosavadní stav techniky

- 15 Potlačování a ničení škodlivého hmyzu, roztočů a nematodů (hlístů) představuje vážný problém v zemědělství. Existuje velké množství nejrůznějších kulturních plodin, které potřebují ochranu před působením různých druhů nematodů, roztočů a škodlivého hmyzu, přičemž do skupiny těchto kulturních plodin je možno zařadit například takové významné rostliny, jako je soja, obilniny, zejména kukuřice, podzemnice olejná, bavlna, vojtěška, rýže a tabák. Kromě toho může
20 nastat situace, že tuto ochranu před působením ničících účinků škodlivého hmyzu potřebují i různé druhy zeleniny, jako jsou například rajská jablíčka, brambory, cukrová řepa, mrkev, hrách, a rovněž i ovocné plodiny, ořechy, okrasné plodiny a plodiny pěstované na záhonech, jako jsou například jablka, broskve, mandle, citrusové plodiny a vinná réva.
- 25 Z výše uvedeného vyplývá, že v tomto oboru je zapotřebí vyvíjet stále nové a účinnější pesticidní prostředky, včetně insekticidních prostředků, akaricidních prostředků a nematocidních prostředků, což se skutečně stává předmětem intenzivní výzkumné činnosti. Konkrétně je možno uvést, že v tomto boru se stále pocítuje velký nedostatek takových pesticidních prostředků, které by byly účinné jak proti nakladeným vajíčkům tak i proti larvám, to znamená ovicidní
30 a larvicidní prostředky, které jsou stále předmětem zájmu nejrůznějších pěstitelů.

Pokud se týče dosavadního stavu techniky jsou v *Chemical Abstracts 108 (19): 163280d* uváděny alkylestery kyseliny fenylhydrazinkarboxylové, o kterých se zde uvádí, že představují akaricidní
35 prostředky. V patentu Spojených států amerických č. 4 725 302 jsou uváděny substituované fenylhydraziny a fenyloxadiazolinony, o kterých se zde uvádí, že jsou vhodnými pesticidními prostředky. V evropském patentu č. 0 067 471 jsou uváděny 7-substituované 2,3-dihydrobenzofurany, o kterých se uvádí, že projevují pesticidní účinek, přičemž rovněž je možno těchto
40 sloučenin použít jako meziproductů k přípravě dalších pesticidních prostředků a jiných chemických sloučenin. V *Derwent Abstract 88-312695/44* jsou uvedeny arylhydrazidy trifluorooctové kyseliny, které se zde popisují jako látky projevující fungicidní, baktericidní, akaricidní a antiseptický účinek. V *Chemical Abstract 105 (17): 152686c* se uvádí různé fenylhydraziny, které projevují účinek proti různým druhům hmyzu a roztočů.

45 Podstata vynálezu

Podstatu uvedeného vynálezu tvoří nové fenylhydrazinové deriváty obecného vzorce IA:



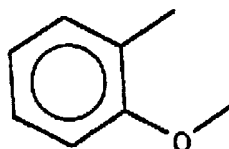
ve kterém:

N- - - N znamená skupinu N=N nebo N-N,

5 Y¹ je atom vodíku,

m a n jsou oba 0 nebo 1,

A a B znamenají oba X nebo skupinu vzorce:



10

Z je kyslík nebo síra,

X znamená

15 (a) atom vodíku,

(b) fenylovou skupinu, fenyloalkoxyskupinu obsahující v alkoxy části 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, přičemž fenylový kruh v každém uvedeném substituentu může být případně substituován jedním nebo více substituenty vybranými ze souboru zahrnujícího atomy halogenu, nitroskupinu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkokyskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo di-alkylaminoskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo

25 (c) jeden substituent ze skupiny (b) a jeden nebo více substituentů vybranými ze souboru zahrnujícího alkokyskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, atomy halogenu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

Y znamená atom vodíku, alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, di-alkoxyfosforylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminokarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkylsulfonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části,

35 q je číslo 1 až 5

R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkokyskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxyskupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyloalkoxyskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthioskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyloalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxyskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku,

45

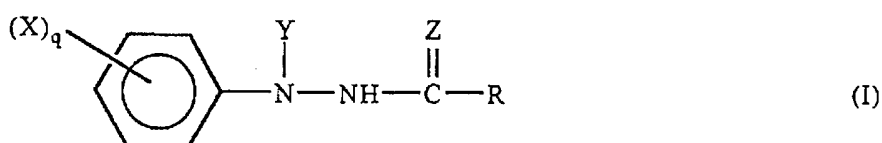
Z je kyslík nebo síra,

s tou podmínkou, že v případě, že X znamená fenylovou skupinu, potom R není alkylamino-skupina nebo alkoxykarbonylová skupina,

a s další podmínkou, že jestliže N- - -N znamená N=N, $\underline{m}$ a $\underline{n}$ jsou 0 a A a B jsou atom vodíku, potom X znamená atom vodíku, fenylovou skupinu, fenyalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, kde fenylová skupina v každém z uvedených substituentů může být substituována halogenem alkylovou skupinou obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinou obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkylthioskupinou obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

a s další podmínkou, že v případě, že N- - -N znamená N=N, $\underline{m}$ a $\underline{n}$ jsou 0 a A a B nejsou atom vodíku, potom X znamená atom vodíku nebo alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku.

Ve výhodném provedení podle vynálezu jsou těmito fenyldiazinovými deriváty sloučeniny obecného vzorce IA, ve kterém A a B znamenají atom vodíku, sloučeniny obecného vzorce I:



ve kterém:

X znamená

(a) fenylovou skupinu, fenyalkoxy skupinu obsahující v alkoxy části 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, přičemž fenylový kruh v každém uvedeném substituentu může být případně substituován jedním nebo více substituenty vybranými ze souboru zahrnujícího atomy halogenu, nitroskupinu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo di-alkylaminoskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo

(b) jeden substituent ze skupiny (a) a jeden nebo více substituentů vybraných ze souboru zahrnujícího alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, atomy halogenu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

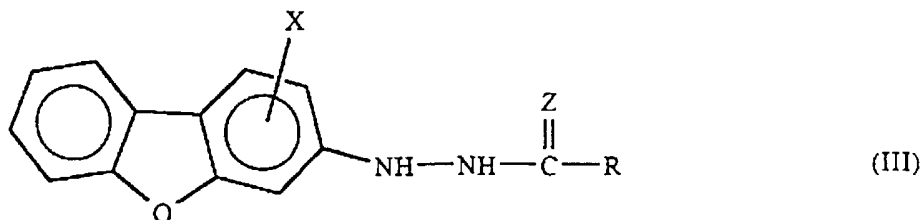
Y znamená atom vodíku, alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, di-alkoxyfosforylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminokarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkylsulfonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části,

q je číslo 1 až 5,

R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxy skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthio skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

R znamená skupiny CF_3 , alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku.

Další výhodnou skupinu fenyldiazinových derivátů podle vynálezu tvoří sloučeniny obecného vzorce III:



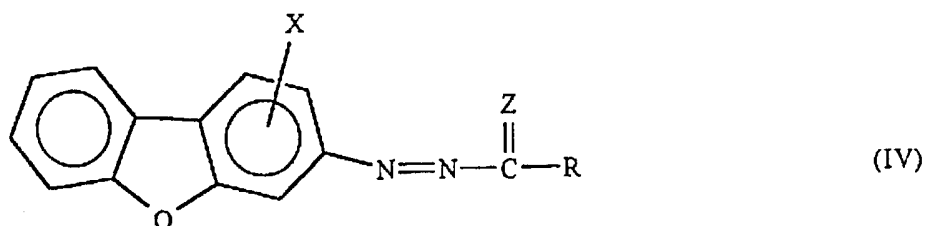
ve kterém:

X znamená atom vodíku nebo alkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

R znamená atom vodíku alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxykupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyloalkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthio- skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyloalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

Z je kyslík nebo síra.

Další výhodnou skupinu fenyldiazinových derivátů podle vynálezu tvoří sloučeniny obecného vzorce IV:



ve kterém:

X znamená atom vodíku nebo alkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

R znamená atom vodíku alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxykupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen- alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující Jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyloalkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthioskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyloalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxykupinu obsahující 1 až 6 atomů

uhlíku v alkoxy části, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

Z je kyslík nebo síra.

5

Do rozsahu předmětného vynálezu rovněž náleží pesticidní prostředek jehož podstata spočívá v tom, že obsahuje:

(a) pesticidně účinné množství fenylyhydrazinového derivátu obecného vzorce IA, případně výhodné fenylyhydrazinové deriváty obecného vzorce I, II, III nebo IV podle vynálezu, a

10

(b) přijatelnou nosičovou látku.

15

Do rozsahu uvedeného vynálezu rovněž náleží způsob kontrolování nejrůznějších druhů škodlivého hmyzu, roztočů nebo nematodů, jehož podstata spočívá v tom, že na místo výskytu tohoto hmyzu, na kterém je zapotřebí tento hmyz zničit, nebo na místo, které je zapotřebí chránit před působením tohoto škodlivého hmyzu, se aplikuje účinné množství sloučeniny obecného vzorce IA, nebo výhodných sloučenin obecného vzorce I, II, III nebo IV, nebo prostředku podle uvedeného vynálezu.

20

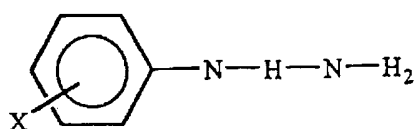
V případě sloučenin podle vynálezu je třeba uvést, že v případě, kdy X představuje substituent, který obsahuje fenylový kruh (jako je například fenylová skupina, fenylakoxyskupina, fenoxyskupina nebo benzylová skupina), potom může být tento fenylový kruh případně substituován jedním nebo více substituenty zvolenými ze souboru zahrnujícího atomy halogenů, nitroskupinu, nižší alkylové skupiny, nižší alkokyskupiny, nižší halogenalkylové skupiny a dialkylaminové skupiny.

25

Sloučeniny podle uvedeného vynálezu mají výše uvedený obecný vzorec IA, a výhodně patří mezi tyto sloučeniny fenylyhydrazinové deriváty obecných vzorců I, II, III nebo IV. Mezi výhodné sloučeniny podle uvedeného vynálezu patří ty látky, ve kterých Y představuje atom vodíku nebo skupin COCF_3 .

30

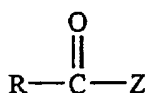
Výše uvedené sloučeniny obecného vzorce I je možno připravit reakcí substituovaného fenylyhydrazinu obecného vzorce V:



(V)

35

s acylačním činidlem obecného vzorce VI:

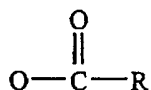


(VI)

ve kterém Z znamená halogen,

nebo se sloučeninou obecného vzorce VII:

40



(VII)

a s jedním ekvivalentem látky vážící HCL, jako je například pyridin, v rozpouštědle, jako je například toluen. Takto získaný produkt je potom možno dále acylovat nebo převést oxidací s oxidačním činidlem, jako je například systém Pd/vzduch, na sloučeninu obecného vzorce II.

5 Prostředky podle uvedeného vynálezu obsahují

(a) fenyldiazinový derivát výše uvedeného obecného vzorce IA, výhodně fenyldiazinový derivát obecného vzorce I, II, III nebo IV, a

10 (b) vhodnou nosičovou látku.

Touto vhodnou nosičovou látkou může být pevná látka nebo kapalná látka.

15 Mezi vhodné kapalně nosičové látky je možno zařadit vodu, alkoholy, ketony, fenoly, toluen a xyleny. Při přípravě těchto prostředků je možno použít kromě uvedených složek běžných přídavných látek používaných podle dosavadního stavu techniky, jako je například jedna nebo více povrchově aktivních látek a/nebo inertních ředidel, čímž se usnadní manipulace s těmito prostředky aplikování takto připraveného pesticidního prostředku.

20 Tyto pesticidní prostředky podle uvedeného vynálezu mohou v alternativním provedení obsahovat pevné nosičové látky, čímž se dosáhne toho, že tento pesticidní prostředek je ve formě poprašků, granulí, smáčitelných prášků, v pastovité formě, ve formě aerosolu, emulze, zemulgovatelného koncentrátu a pevné látky rozpustné ve vodě.

25 Například je možno uvést, že jestliže se tyto pesticidní sloučeniny podle uvedeného vynálezu smísí s práškovitým pevným nosičem nebo se absorbuje na tomto pevném nosiči, jako jsou například minerální křemičitany, například slída, mastek, pyrofylit a různé hlinky, potom je možno tyto pesticidní prostředky aplikovat ve formě poprašků, a kromě toho je možno je smíchávat společně s povrchově aktivními dispergačními látkami, čímž se získají smáčitelné
30 prášky, které je možno potom přímo aplikovat na místo, které je třeba ošetřit. V alternativním provedení je možno práškovité pevné nosičové látky obsahujícího přimíchanou sloučeninu podle vynálezu dispergovat ve vodě, čímž se získá suspenze, kterou je možno potom přímo aplikovat v této formě.

35 Prostředky v granulované formě, které obsahují sloučeninu podle uvedeného vynálezu a které je vhodné aplikovat rozptylováním, aplikací vedle řádků, vpravováním do půdy nebo k ošetřování semen, je možno vhodným způsobem připravit tak, že se použije granulované nebo peletizované formy nosičového materiálu, jako je například granulovaná hlínka, vermikulit, aktivní uhlí nebo dřeň kukuřičných klasů.

40 V alternativním provedení je možno pesticidní sloučeniny podle uvedeného vynálezu aplikovat ve formě kapalin nebo sprejů, přičemž se používá kapalných nosičových látek, jako jsou například roztoky obsahující kompatibilní rozpouštědlo, jako je například aceton, benzen, toluen nebo petrolej, nebo je možno tyto látky přímo dispergovat v ne-rozpouštědle, jako je například
45 voda.

Další metodou, pomocí které je možno na ošetřované místo aplikovat dané sloučeniny, je ošetření pomocí aerosolu, přičemž při této metodě se sloučenina podle vynálezu rozpustí v aerosolové nosičové látce, která je kapalná za tlaku, ovšem která přechází do plynného stavu při normální
50 okolní teplotě (jako například při teplotě 20 °C) a při atmosférickém tlaku. Aerosolové prostředky je možno rovněž připravit tak, že se nejprve daná sloučenina rozpustí v méně těkavém rozpouštědle a potom se smísí takto připravený roztok s vysoce těkavou kapalnou aerosolovou nosičovou látkou.

V případě ošetřování rostlin (přičemž tento termín rovněž zahrnuje části rostlin) za účelem odstranění nežádoucího hmyzu se sloučeniny podle uvedeného vynálezu ve výhodném provedení aplikují ve vodné emulzi obsahující povrchově aktivní dispergační činidlo, které může být neiontové, kationtové nebo aniontové povahy. Mezi vhodná povrchově aktivní činidla v tomto směru patří látky známé z dosavadního stavu techniky, jako jsou například látky uvedené v patentu Spojených států amerických č. 2 547 724 (sloupec 3 a 4). Sloučeniny podle uvedeného vynálezu je možno smíchávat s těmito povrchově aktivními dispergačními činidly společně s organickým rozpouštědlem nebo bez organického rozpouštědla, čímž se připraví koncentráty pro další ředění vodou. Tímto způsobem se získají vodné suspenze sloučenin podle vynálezu a požadované koncentraci.

Kromě toho je třeba poznamenat, že tyto sloučeniny podle vynálezu je možno použít v kombinaci s nosičovými látkami, které jsou sami o sobě pesticidně účinné, jako například insekticidní, akaricidní, fungicidní nebo baktericidní nosičové látky.

Předpokládá se jako samozřejmé, že množství pesticidně účinné sloučeniny v daném prostředku bude záviset na konkrétním škodlivém hmyzu, který je určen k potírání a rovněž tak na konkrétní chemické sloučenině a prostředku, který je k tomuto účelu použit, a dále na způsobu aplikování této sloučeniny nebo prostředku na místo, na kterém se provádí ošetřování, takže pesticidně účinné množství sloučeniny podle vynálezu se může pohybovat ve velice širokém rozmezí. Obecně je ovšem možno uvést, že koncentrace dané sloučeniny jako účinné složky pesticidně účinných prostředků, se může pohybovat v rozmezí od asi 0,1 do asi 95 procent hmotnostních. Sprejové prostředky mohou obsahovat pouze několik dílů dané sloučeniny na milion dílů prostředku, přičemž opačným extrémem jsou silné koncentráty obsahující sloučeniny podle vynálezu, které je možno vhodně aplikovat metodami pracujícími s ultranízkými objemy. V případě, že místem ošetření jsou rostliny, se koncentrace na jednotku plochy může pohybovat v rozmezí od asi 0,0012 g/m² až asi 5,6 g/m², přičemž ve výhodném provedení se používá koncentrace v rozmezí od asi 0,0112 g/m² až asi 1,12 g/m², což nastává v případě takových kulturních plodin jako je kukuřice, tabák, rýže a podobně.

Při potírání škodlivého hmyzu je možno spreje obsahující sloučeniny podle uvedeného vynálezu aplikovat přímo na daný hmyz a/nebo na rostliny, na kterých snáší vajíčka nebo kterými se živí. Tyto pesticidně účinné prostředky je možno rovněž aplikovat do půdy nebo do jiného média nebo na jiné médium, na kterém se tento škodlivý hmyz vyskytuje.

Škodlivý hmyz, nematodi a roztoči napadají nejrůznější druhy rostlin, včetně jak okrasných rostlin tak i zemědělských plodin, přičemž způsobují poškození tím, že užívají kořeny a/nebo listoví, zbavují rostliny životně důležitých šťáv, vyměšují toxické látky a často rovněž přenášeni různé nemoci. Sloučeniny podle uvedeného vynálezu je možno výhodně účinným způsobem použít k minimalizování nebo zabránění poškození tohoto druhu. Konkrétní použitá metoda aplikace sloučenin podle vynálezu, stejně jako výběr a koncentrace těchto sloučenin bude samozřejmě záviset na okolnostech použití, jako je například geografická oblast, klima v dané oblasti, terén na místě použití, tolerance dané rostliny na danou látku, atd. Pro daný konkrétní případ může vhodnou sloučeninu, její koncentraci a způsob aplikace stanovit odborník pracující v daném oboru běžným rutinním způsobem obvykle používaným v obdobných jiných případech.

Sloučeniny podle uvedeného vynálezu jsou zejména vhodné jako insekticidní, nematocidní a akaricidní látky, které je možno aplikovat na listoví a/nebo do půdy.

Příklady provedení vynálezu

Sloučeniny podle uvedeného vynálezu, způsob kontrolování škodlivého hmyzu a jejich účinnost budou v dalším blíže objasněny pomocí konkrétních příkladů provedení, které pouze ilustrují vynálezu aniž by jej jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Příklad 1

- 5 Postup přípravy hydrochloridu (4-methoxy-[1,1'-bifeny]-3-yl)hydrazinu (meziprodukt).

Podle tohoto provedení bylo k 25 gramům 5-fenyl-o-anisidinu přidáno 250 mililitrů vody a 450 mililitrů koncentrované kyseliny chlorovodíkové, přičemž takto získaný promíchaný roztok byl potom ochlazen na teplotu 0 °C. Potom byl pomalým způsobem po kapkách k tomuto roztoku
 10 přidán roztok obsahující 8,6 gramu dusitanu sodného ve 20 mililitrech vody, přičemž teplota byla udržována na 0 °C. Po provedení tohoto přídavku byla vzniklá směs promíchávána při teplotě 0 °C po dobu 1 hodiny. K této reakční směsi byl potom přidán roztok obsahující 113 gramů chloridu cínatého ve 200 mililitrech koncentrované kyseliny chlorovodíkové, který byl ochlazen
 15 na teplotu -20 °C, přičemž potom byla tato reakční směs znovu promíchávána po dobu jedné hodiny. Získaná reakční směs byla potom zfiltrována za odsávání a pevný podíl byl ponechán sušit po dobu přes noc. Tento pevný podíl byl potom rozpuštěn v horné vodě, dále byla tato směs zfiltrována běžným gravitačním způsobem a filtrát byl ochlazen na ledu. Získaný krystalický pevný produkt byl potom odfiltrován za současného odsávání, přičemž produkt byl ponechán sušit po dobu přes noc. Tímto shora uvedeným způsobem bylo získáno 26 gramů hydrochloridu
 20 (4-methoxy-[1,1'-bifeny]-3-yl)hydrazinu.

Příklad 2

- 25 Postup přípravy 2-(4-methoxy-[1,2'-bifeny]-3-yl)hydrazidu kyseliny propanové (sloučenina 18).

Podle tohoto provedení bylo k 5 gramům produktu, získaného postupem podle příkladu 1, přidáno 100 mililitrů vody a 40 mililitrů 10%-ního roztoku hydroxidu sodného, přičemž takto
 30 získaná směs byla potom ponechána promíchávat po dobu 1 hodiny při teplotě místnosti. Takto vzniklá reakční směs byla potom extrahována etherem a etherový extrakt byl potom sušen za pomoci síranu sodného po dobu půl hodiny. Tento etherový extrakt byl potom zfiltrován a odpařen za sníženého tlaku, čímž bylo získáno 4,6 gramu (4-methoxy-[1,1'-bifeny]-3-yl)-hydrazinu jako meziproduktu.

35 V dalším postupu bylo ke 4,6 gramu výše uvedeného meziproduktu přidáno 150 mililitrů toluenu a 1,58 gramu pyridinu, přičemž získaný roztok byl potom promíchán a ochlazen na teplotu 0 °C. Dále bylo k tomuto roztoku přidáno 1,84 gramu propionylchloridu, což bylo provedeno po kapkách. Po dokončení přídavku tohoto propionylchloridu byl tento roztok promícháván po dobu
 40 1 hodiny při teplotě 0 °C. Získaný roztok byl potom dvakrát promyt, pokaždé 100 mililitry vody. Získaná vodná frakce byla shromážděna a extrahována toluenem. Toluénové frakce z extrakcí byly potom spojeny a tento spojený podíl byl odpařen za sníženého tlaku. Takto získaná výsledná pevná látka byla promyta hexanem a zfiltrována. Tímto shora uvedeným postupem byl získán požadovaný produkt, to znamená 2-(4-methoxy-[1,1'-bifeny]-3-yl)hydrazid kyseliny propano-
 45 vé.

Příklad 3

- 50 Postup přípravy 2-(4-methoxy-[1,1'-bifeny]-3-yl)-2-(trifluoracetyl)hydrazidu kyseliny propanové (sloučenina 73).

Podle tohoto příkladu bylo ke 2,25 gramu produktu, který byl získán postupem podle příkladu 2, přidáno 150 mililitrů methylenchloridu. Takto připravený roztok byl potom promíchán a ochlazen na teplotu 0 °C. Potom bylo v dalším postupu přidáno k tomuto roztoku 1,75 gramu anhydridu kyseliny trifluoroctové, což bylo provedeno po kapkách, načež byla nádoba uzavřena zátkou a reakční směs byla promíchávána po dobu přes noc. Použité rozpouštědlo bylo potom odpařeno za sníženého tlaku, čímž byla získána pevná látka, která byla promyta hexanem a zfiltrována. Postupem podle tohoto příkladu bylo připraveno 2,7 gramu požadovaného produktu, to znamená 2-(4-methoxy-[1,1'-bifenyl]-3-yl)-2-(trifluoracetyl)hydrazidu kyseliny propanové.

Teplota tání: 126 °C.

Příklad 4

Postup přípravy hydrochloridu (4-brom-[1,1'-bifenyl]-3-yl)hydrazinu (meziprodukt).

Podle tohoto provedení bylo k 4 gramům 4-brom-[1,1'-bifenyl]-3-aminu přidáno 25 mililitrů vody a 50 mililitrů koncentrované kyseliny chlorovodíkové, což bylo provedeno za míchání. Takto získaný roztok byl potom ochlazen na teplotu 0 °C. Potom byl pomalým způsobem po kapkách k tomuto roztoku přidán roztok obsahující 1,1 gramu dusitanu sodného v 6 mililitrech vody, přičemž teplota byla udržována na 0 °C. Po provedení tohoto přídatku byla vzniklá směs promíchávána při teplotě 0 °C po dobu 1 hodiny. K této reakční směsi byl potom přidán roztok obsahující 20 gramů chloridu cínatého ve 20 mililitrech koncentrované kyseliny chlorovodíkové, který byl ochlazen na teplotu -20 °C, přičemž potom byla tato reakční směs znovu promíchávána po dobu jedné hodiny.

Takto získaná sraženina byla potom zfiltrována za současného odsávání a pevný podíl byl ponechán sušit po dobu přes noc. Tímto způsobem byl získán požadovaný produkt, to znamená hydrochlorid (4-brom-[1,1'-bifenyl]hydrazinu, který byl použit pro další reakci bez dalšího přečišťování.

Příklad 5

Postup přípravy izopropylesteru kyseliny 2-(4-brom-[1,1'-bifenyl]-3-yl)hydrazinkarboxylové (sloučenina 139).

Podle tohoto provedení bylo k produktu získanému postupem podle příkladu 4 přidáno 100 mililitrů 10%-ního vodného roztoku hydroxidu sodného, přičemž takto získaná reakční směs byla potom promíchávána po dobu 30 minut při teplotě 10 °C. Takto vzniklá reakční směs byla potom extrahována etherem, sušena za pomoci síranu sodného po dobu 2 hodin a nakonec byla odpařena, čímž byly získány 3 gramy (4-brom-[1,1'-bifenyl]-3-yl)hydrazinu. V dalším postupu bylo ke 3 gramům výše uvedeného hydrazinu přidáno 100 mililitrů toluenu a 1,5 gramu pyridinu, přičemž takto získaná výsledná reakční směs byla potom ochlazená na ledové lázni. Dále bylo k tomuto roztoku přidáno dvanáct mililitrů 1 M roztoku izopropylchlormravenčanu v toluenu, přičemž tento přídatek byl proveden po kapkách. Po dokončení přídatku tohoto izopropylchlormravenčanu byl získaný reakční roztok ponechán promíchávat po dobu přes noc při teplotě místnosti. Tento roztok byl potom dvakrát promyt, pokaždé 100 mililitry vody, potom byl sušen síranem sodným po dobu 2 hodin a odpařen za sníženého tlaku.

Takto získaná výsledná pevná látka byla potom promyta hexanem a rekrystalována z toluenu. Tímto shora uvedeným postupem byl získán požadovaný produkt, to znamená izopropylester kyseliny 2-(4-brom-[1,1'-bifenyl]-3-yl)-hydrazinkarboxylové v množství 3 gramy.

Teplota tání: 107 až 108 °C.

5 Příklad 6

Postup přípravy izopropylesteru kyseliny (4-brom-[1,1'-bifeny]-3-yl)diazenkarboxylové.

Podle tohoto provedení bylo k 1,7 gramu produktu získaného postupem podle příkladu 4 přidáno
10 100 mililitrů toluenu a 0,4 gramu paladia na aktivním uhlí. Takto připravená reakční směs byla
potom promíchávána po dobu přes noc a při teplotě místnosti, načež byla zfiltrována a použitý
toluen byl odpařen za sníženého tlaku. Tímto shora uvedeným postupem byl získán požadovaný
produkt, to znamená izopropylester kyseliny (4-brom-[1,1'-bifeny]-3-yl)diazenkarboxylové ve
15 formě červeného oleje, přičemž výtěžek tohoto produktu byl 1,5 gramu.

15 Příklad 7

Postup přípravy 2-methoxy-3-dobenzofuranylhidrazinu (meziprodukt).

20 Podle tohoto provedení bylo k 10 gramům 3-amino-2-methoxydibenzofuranu přidáno
100 mililitrů vody a 50 mililitrů koncentrované kyseliny chlorovodíkové, což bylo provedeno za
míchání. Takto získaný roztok byl potom ochlazen na teplotu 0 °C. Potom byl pomalým
způsobem po kapkách k tomuto roztoku přidán roztok obsahující 3,5 gramu dusitanu sodného
25 v 15 mililitrech vody, přičemž teplota byla udržována na 0 °C. Po provedení tohoto přídatku byla
vzniklá směs promíchávána při teplotě 0 °C po dobu 1 hodiny. K této reakční směsi byl potom
přidán roztok obsahující 40 gramů chloridu cínatého v 50 mililitrech koncentrované kyseliny
chlorovodíkové, který byl ochlazen na teplotu -20 °C, přičemž potom byla tato reakční směs
30 znovu promíchávána po dobu jedné hodiny.

Takto získaná sraženina byla potom zfiltrována za současného odsávání, přičemž získaný pevný
podíl byl přidán do roztoku, který obsahovat 70 gramů hydroxidu sodného v 500 mililitrech vody
a který byl ochlazen na ledové lázni. Tato reakční směs byla potom extrahována etherem, sušena
síranem sodným po dobu 2 hodin a nakonec byla odpařena, čímž byla získána pevná látka. Tato
35 pevná látka byla potom promyta hexanem, čímž bylo získáno 7 gramů požadovaného produktu,
to znamená 2-methoxy-3-dibenzofuranylhidrazinu.

Teplota tání: 113 až 115 °C.

40

Příklad 8

Postup přípravy izopropylesteru kyseliny 2-(2-methoxy-3-dibenzofuranyl)hydrazinkarboxylové
(sloučenina 141).

45

Podle tohoto příkladu se postupovalo tak, že ke 2,3 gramu produktu získaného postupem podle
příkladu 7 bylo přidáno 100 mililitrů toluenu a 1 gram pyridinu, přičemž takto získaná výsledná
reakční směs byla potom ochlazená na ledové lázni. Potom bylo přidáno po kapkách k této
reakční směsi 10 mililitrů 1 M roztoku izopropylchlormravenčanu v toluenu. Po dokončení
50 tohoto přídatku byl získaný roztok ponechán promíchávat po dobu přes noc a při teplotě
místnosti.

V dalším postupu byl potom získaný roztok dvakrát promyt, pokaždé 100 mililitry vody, sušen
síranem sodným po dobu dvou hodin a nakonec byl odpařen za sníženého tlaku. Získaná pevná
55 látka byla promyta hexanem a rekrystalována z toluenu. Tímto způsobem byl připraven

požadovaný produkt, to znamená izopropylester kyseliny 2-(2-methoxy-3-dibenzofuranyl)-hydrazinkarboxylové v množství 2 gramy.

Teplota tání: 178 °C.

5

Příklad 9

Postup přípravy izopropylesteru kyseliny (2-methoxy-3-dibenzofuranyl)diazenkarboxylové (sloučenina 157).

10

Podle tohoto příkladu bylo ke 1,4 gramu produktu získaného postupem podle příkladu 7 přidáno 100 mililitrů toluenu a 0,3 gramu paladia na aktivním uhlí. Takto získaná reakční směs byla potom promíchávána po dobu přes noc a při teplotě místnosti, načež byla zfiltrována a použitý toluen byl odpařen za sníženého tlaku. Tímto způsobem byl získán požadovaný produkt, to znamená izopropylester kyseliny (2-methoxy-3-dibenzofuranyl)diazenkarboxylové ve formě červeného oleje a v množství 1,2 gramu.

15

Dále uvedené sloučeniny, souhrnně uvedené v následujících tabulkách 1 až 4B a očíslované od 1 do 161 byly připraveny v podstatě stejnými postupy, jako bylo uvedeno v předchozích příkladech. V těchto případech, kdy nebyly výchozí sloučeniny běžně obchodně dostupné, byly tyto sloučeniny připraveny běžnými syntetickými metodami známými z dosavadního stavu techniky. Každá z uvedených sloučenin je charakterizována hodnotami NMR.

20

K uvedeným hodnotám NMR platí pro následující tabulky 1 až 4B následující:

25

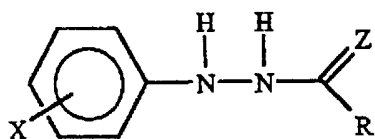
(1) s = singlet, d = dublet, t = triplet, q = kvartet, m = multiplot, bs = pás signletu

(2) číslo v závorce znamená počet protonů

30

(3) CDCl₃ je chloroform obsahující deuterium.

Tabulka č. 1



Sloučenina	X	R	Z	NMR hodnoty (CDCl ₃)
1	2-C ₆ H ₅	CH ₃	O	s (3) 1,9; m (10) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,9;
2	2-C ₆ H ₅	OCH ₃	O	s (3) 3,6; s (1) 6,5; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,1;
3	2-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₃	O	t (3) 1,2; q (2) 4,0; s (1) 6,5; m (9) 6,7 – 7,5; bs (1) 9,0;
4	2-C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₃	O	s (9) 1,2; m (10) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,7;
5	2-C ₆ H ₅	C ₃ H ₉ -c	O	m (8) 1,4 – 1,8; m (1) 2,4 – 2,8; d (1) 6,5; m (9) 6,7 – 7,5; d (1) 9,8;
6	2-C ₆ H ₅	OCH ₂ C ₆ H ₅	O	s (2) 5,1; s (1) 6,5; m (14) 6,8 – 7,5; s (1) 9,8;
7	2-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,2; m (1) 4,9; bs (1) 5,9; bs (1) 6,3; m (9) 6,8 – 7,5;
8	3-C ₆ H ₅	CH ₃	O	s (3) 2,0; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1,8), 8,7; bs (1) 9,7;

9	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ Cl	O	s (3) 3,8; s (2) 3,9; m (9) 6,9 – 7,6; bs (1) 9,8;
10	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₃	O	s (3) 3,7; s (2) 3,8; bs (1) 6,2; m (9) 6,7 – 7,5;
11	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₃	O	t (3) 1,2; s (3) 3,8; q (2) 4,2; bs (1) 6,3; bs (1) 6,4; m (8) 6,7 – 7,5;
12	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ CH ₂ CH ₃	O	t (3) 0,9; m (2) 1,5; t (2) 2,2; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,5; d (1) 9,8;
13	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 0,9; m (1) 2,9; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,8;
14	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₃	O	s (9) 1,1; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,8;
15	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ C ₆ H ₅	O	s (3) 3,8; s (2) 5,0; m (2) 6,4; m (8) 6,9 – 7,6;
16	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₃ OCH ₃	O	s (3) 3,3; s (3) 3,8; s (2) 4,0; bs (1) 6,5; m (8) 6,7 – 7,5; bs (1) 8,3;
17	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	C(CH ₃)=CH ₂	O	s (3) 2,0; s (3) 3,8; s (1) 5,2; s (1) 5,7; bs (1) 6,5; m (8) 6,7 – 7,5; bs (1) 8,3;

18	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ CH ₃	O	t (3) 1,2; q (2) 2,3; s (3) 3,8; bs (1) 6,5; m (8) 6,8 – 7,5; bs (1) 8,3;
19	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	O(CH ₂) ₃ CH ₃	O	t (3) 0,9; m (4) 1,5; s (3) 3,8; t (2) 4,1; bs (1) 6,5; m (8) 6,8 – 7,5;
20	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₂ CH ₃	O	t (3) 0,9; m (2) 1,6; s (3) 3,8; t (2) 4,1; bs (1) 6,3; m (8) 6,8 – 7,5;
21	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 0,9; m (1) 1,9; s (3) 3,8; d (2) 3,9; bs (1) 6,3; bs (1) 6,6; m (8) 6,8 – 7,5;
22	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	NHC ₃ H ₇	S	t (3) 1,0; m (2) 1,7; q (2) 3,6; s (3) 3,9; s (1) 6,5; m (9) 6,8 – 7,5; s (1) 8,5;
23	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CO ₂ CH ₂ CH ₃	O	t (3) 1,2; s (3) 3,8; q (2) 4,2; m (8) 6,8 – 7,5; bs (1) 8,3; bs (1) 9,8;
24	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	SCH ₂ CH ₃	O	t (3) 1,2; q (2) 2,7; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1) 9,5;

25	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH=CH ₂	O	s (3) 3,8; d (2) 4,6; m (3) 5,1 - 6,0; bs (1) 6,3; bs (1) 6,5; m (8) 6,8 - 7,5;
26	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,2; s (3) 3,8; m (1) 5,0; bs (1) 6,3; bs (1) 6,5; m (8) 6,8 - 7,5;
27	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ C(CH ₃) ₃	O	s (9) 1,0; s (2) 2,1; s (3) 3,8; bs (1) 6,5; m (8) 6,8 - 7,5;
28	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CF ₂ CF ₃	O	s (3) 3,8; m (8) 6,8 - 7,5; bs (2) 8,2;
29	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CF ₂ Cl	O	s (3) 3,8; bs (1) 6,0; m (8) 6,8 - 7,5; bs (1) 8,2;
30	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	2-C ₄ H ₃ S	O	s (3) 3,8; m (13) 6,7 - 7,9;
31	2-C ₆ H ₅	H	O	m (10) 6,7 - 7,5; bs (1) 8,1; bs (1) 9,9;
32	2-C ₆ H ₅	CF ₃	O	m (11) 6,7 - 7,5;
33	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	H	O	s (3) 3,9; m (9) 6,9 - 7,7; bs (1) 8,1; bs (1) 9,8;
34	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₃	O	s (3) 2,0; s (3) 3,8; m (10) 6,8 - 7,7;
35	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CF ₃	O	s (3) 2,0; s (3) 3,8; m (10) 6,8 - 7,7
36	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CHClCH ₃	O	d (3) 1,5; s (3) 3,9; q (1);

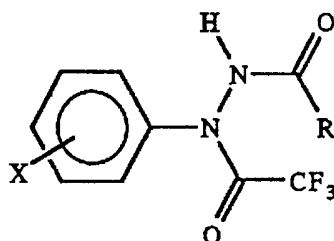
37	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ C ₆ H ₅	O	s (2) 3,5; s (3) 3,9; m (15) 5,8 – 7,4;
38	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	cyklohexyl	O	m (11) 1,1 – 1,8; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,5 bs (1) 9,8;
39	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	O	s (3) 3,3; t (2) 3,5; s (3) 3,8; t (2) 4,2; bs (1) 6,3; m (9) 6,8 – 7,5;
40	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCHClCH ₃	O	d (3) 1,8; s (3) 3,8; m (1) 6,5; m (10) 6,8 – 7,6;
41	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₆ H ₅	O	s (3) 3,8; m (15) 6,5 – 7,8;
42	2-C ₆ H ₅	OC ₃ H ₇	O	m (5) 0,8 – 1,7; m (2) 4,1; bs (1) 5,9; m (10) 6,7 – 7,5;
43	2-C ₆ H ₅	OC ₄ H ₉	O	m (7) 0,8 – 1,7; m (2) 4,1; bs (1) 5,9; m (10) 6,7 – 7,6;
44	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH=CH ₂	O	s (3) 3,8; m (2) 4,5 – 5,0; bs (1) 6,2; m (10) 6,7 – 7,6;
45	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC(CH ₃) ₂ CCl ₃	O	s (6) 1,9; s (3) 3,9; bs (1) 6,2; m (9) 6,8 – 7,6;
46	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	O-cyklohexyl-3-Cl	O	m (8) 1,0 – 2,2; s (3) 3,9; m (10) 6,5 – 7,5;
47	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₂ Cl	O	m (2) 3,6; s (3) 3,8; m (2) 4,3; bs (1) 6,2; m (9) 6,7 – 7,6;

48	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CCl ₃	O	s (3) 3,9; m (10) 6,8 – 7,8;
49	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH-CH ₂	O	d (2) 4,5; m (3) 5,0 – 6,0; m (11) 6,7 – 7,6;
50	3-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,2; m (1) 4,9; bs (1) 6,0; m (10) 6,7 – 7,5;
51	3-C ₆ H ₅	OC ₂ H ₅	O	t (3) 1,2; q (2) 4,1; bs (1) 5,9; m (10) 6,7 – 7,6;
52	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	O	m (9) 1,2 – 1,6; m (2) 4,0 – 4,3; m (1) 4,8 – 5,2; bs (1) 6,4; m (9) 6,8 – 7,6;
53	2-C ₆ H ₅	OC ₅ H ₁₁	O	m (9) 0,8 – 1,7; m (2) 3,9 – 4,2; bs (1) 5,9; m (10) 6,7 – 7,5;
54	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₅ H ₁₁	O	m (9) 0,8 – 1,7; s (3) 3,8; t (2) 4,1; bs (1) 6,3; m (9) 6,7 – 7,5;
55	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₆ H ₁₃	O	m (11) 0,8 – 1,7; s (3) 3,9; t (2) 4,1; bs (1) 6,3; m (9) 6,7 – 7,5;
136	3-OCH ₂ C ₆ H ₅	C ₂ H ₅	O	t (3) 1,2; q (2) 4,1; s (2) 5,0; bs (2) 6,3; m (9) 6,9 – 7,4;
137	3-OCH ₂ C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,3; m (1) 5,0; s (2) 5,1; bs (2) 6,5; m (9) 6,9 – 7,5;

138	3-OC ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	s (9) 1,4; bs (2) 6,5; m (8) 6,9 – 7,5;
139	2-Br 5-C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂		d (6) 1,3; m (1) 5,0; bs (1) 6,3; m (8) 6,9 – 7,5
140	3-OC ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,3; m (1) 5,0; bs (2) 6,6; m (9) 6,9 – 7,5;
143	3-OCH ₂ C ₆ H ₅	CH ₃	O	s (3) 3,8; s (2) 5,0; bs (2) 6,5; m (9) 7,0 – 7,5;
144	3-OCH ₂ C ₆ H ₅	CH ₂ CH-CH ₂	O	d (2) 4,5; m (3) 5,1 – 6,0; bs (2) 6,5; m (9) 6,9 – 7,5;
145	2-CH ₂ C ₆ H ₅	C ₃ H ₇	O	t (3) 0,8; m (2) 1,5; s (2) 3,8; m (2) 3,9; bs (2) 6,4; m (9) 6,9 – 7,3;
146	2-CH ₂ C ₆ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	O	s (2) 3,9; d (2) 4,5; m (3) 5,0 – 5,8; bs (2) 6,6; m (9) 6,8 – 7,3;
147	3-OCH ₂ C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₃	O	s (9) 1,4; s (2) 5,0; bs (2) 6,5; m (9) 6,9 – 7,4;
148	2-CH ₂ C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₂	O	s (9) 1,4; s (2) 3,9; bs (2) 6,2; m (9) 6,9 – 7,3;
149	3-OC ₆ H ₅	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	O	t (3) 0,8; d (3) 1,2; m (2) 1,5; m (1) 4,8; bs (2) 6,5; m (9) 6,9 – 7,4;

150	2-SCH ₃ 5-C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,2; s (3) 2,4; m (1) 4,9; bs (2) 6,6; m (8) 7,0 – 7,5;
154	2-CH ₃ 5-C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,2; s (3) 2,2; m (1) 4,9; bs (1) 5,8; bs (1) 6,6; m (8) 7,0 – 7,6;
155	2-OCH ₃ 5-OC ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	O	d (6) 1,3; s (3) 3,8; m (1) 4,9; m (10) 6,5 – 7,4;

Tabulka č. 2



5

Sloučenina	X	R	NMR hodnoty (CDCl ₃)
56	2-C ₆ H ₅	H	bs (1) 5,8; m (9) 6,8 – 7,5; bs (1) 8,1;
57	2-C ₆ H ₅	CH ₃	s (3) 2,5; bs (1) 6,0; m (9) 6,8 – 7,5;
58	2-C ₆ H ₅	OCH ₃	s (3) 3,7; bs (1) 5,7; m (9) 7,3 – 7,6;
59	2-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₃	t (3) 1,2; q (2) 4,2; m (9) 7,3 – 7,7; bs (1) 9,7;
60	2-C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₃	s (9) 1,2; m (10) 6,8 – 7,6;
61	2-C ₆ H ₅	C ₅ H ₉ -c	m (8) 1,7; m (10) 6,8 – 7,6;

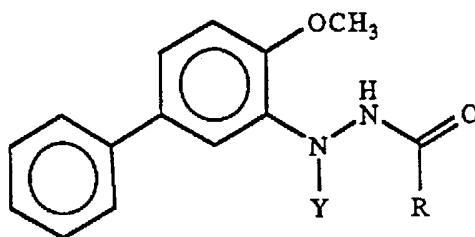
62	2-C ₆ H ₅	OCH ₂ C ₆ H ₅	s (2) 5,2; bs (1) 6,9; m (9) 7,3 – 7,6;
63	3-C ₆ H ₅	CH ₃ =	s (3) 2,0; m (9) 7,3 – 7,9; bs (1) 8,5;
64	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	H	s (3) 3,9; bs (1) 5,5; m (8) 7,0 – 7,7; bs (1) 8,3;
65	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₃	s (3) 2,0; s (3) 3,8; bs (1) 6,1; m (8) 6,9 – 7,7;
66	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₃	s (3) 3,7; s (3) 3,9; bs (1) 4,2; m (8) 7,3 – 7,8;
67	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₃	t (3) 1,1; s (3) 3,8; q (2) 4,1; m (9) 7,2 – 7,8;
68	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	NCH ₃	s (6) 3,0; s (3) 3,9; m (9) 7,0 – 7,9;
69	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ CH ₂ CH ₃	t (3) 1,0; m (2) 1,7; t (2) 3,0; s (3) 3,9; m (8) 7,0 – 7,7; bs (1) 8,2;
70	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH(CH ₃) ₂	d (6) 1,0; m (1) 2,5; s (3) 3,9; bs (1) 5,4; m (8) 7,0 – 7,9;
71	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	C(CH ₃) ₃	s (9) 1,2; s (3) 3,9; s (3) 3,9; m (8) 7,0 – 7,9; bs (1) 8,3;

72	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ C ₆ H ₅	s (3) 3,8; s (2) 5,18; m (8) 7,1 – 7,8; bs (1) 9,5;
73	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ CH ₃	t (3) 1,1; q (2); s (3) 3,8; m (8) 7,0 – 7,8; bs (1) 8,1;
74	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	m (7) 0,8 – 1,7; s (3) 3,9; t (2) 4,1; m (9) 7,0 – 7,8;
75	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	C(CH ₃)=CH ₂	s (3) 2,0; s (3) 3,9; m (2) 5,4 – 5,7; m (8) 7,0 – 7,8; bs (1) 8,3;
76	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CF ₃	s (3) 3,9; m (9) 7,1 – 7,8;
77	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	N(CH ₂ CH ₃) ₂	t (6) 1,2; m (4) 3,3; s (3) 3,8; m (9) 7,0 – 8,0;
79	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	SCH ₂ CH ₃	t (3) 1,2; q (2) 2,8; s (3) 3,9; m (9) 7,2 – 7,8;
78	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CO ₂ CH ₂ CH ₃	t (3) 1,3; s (3) 3,8; q (2) 4,2; m (8) 7,0 – 7,9; bs (1) 9,5;
80	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH=CH ₂	s (3) 3,9; d (2) 4,6; m (3) 5,1 – 5,8; m (9) 7,0 – 7,7;
81	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	d (6) 1,2; s (3) 3,8; m (1) 4,9; m (9) 7,0 – 7,7;

82	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ C(CH ₃) ₃	s (9) 1,0; s (2) 2,2; s (3) 3,9; m (8) 7,0 – 7,8; bs (1) 8,6;
83	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CF ₂ Cl	s (3) 3,9; m (9) 7,0 – 8,0;
84	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	2-C ₄ H ₃ S	s (3) 3,9; m (12) 7,0 – 8,0;
85	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	2-C ₄ H ₃ O	s (3) 3,9; bs (1) 6,5; m (11) 7,0 – 8,0;
86	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₃	m (6) 1,3; m (4) 4,2; m (9) 7,0 – 7,8;
87	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ Cl	s (3) 3,9; s (2) 4,0; m (9) 6,9 – 7,7;
88	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ C ₆ H ₅	s (2) 3,7; s (3) 3,8; m 1(4) 6,8 – 7,9;
89	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	cyklohexyl	m (11) 1,1 – 1,9; s (3) 3,9; m (9) 6,8 – 7,9;
90	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₃ H ₇	t (3) 1,9; m (2) 1,6; s (3) 3,9; t (2) 4,1; m (9) 6,9 – 7,8;
91	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₂ OCH ₃	s (3) 3,4; s (3) 3,9; s (2) 4,0; m (9) 6,9 – 7,9;
92	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH(CH ₃) ₂	d (6) 0,9; m (1) 1,8; s (3) 3,9; d (2) 4,0; m (9) 6,9 – 7,8;

93	2-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH(CH ₃)	d (6) 0,9; m (1) 1,8; d (2) 3,9; bs (1) 6,1; m (9) 7,2 – 7,7;
94	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	CH ₃	t (3) 1,5; s (3) 2,0; s (3) 4,1; m (8) 6,9 – 7,8; bs (1) 8,3;
95	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	d (6) 1,3; m (1) 5,0; m (9) 7,3 – 7,8; bs (1) 10,7;
96	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH ₂ CH ₂ Cl	t (3) 3,7; s (3) 3,9; t (2) 4,3; m (9) 6,9 – 7,8;
97	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₆ H ₅	s (3) 3,9; m (14) 6,8 – 6,9;
98	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₄ H ₉	m (7) 0,8 – 1,7; m (2) 4,1; bs (1) 6,2; m (9) 7,2 – 7,6;
99	2-C ₆ H ₅	OC ₃ H ₇	m (5) 0,8 – 1,6; m (2) 4,0; bs (1) 6,2; m (9) 7,0 – 7,7;
100	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OCH-CH ₂	s (3) 3,9; m (2) 4,5 – 5,0; s (1) 6,2; m (10) 6,8 – 7,8;
101	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₅ H ₁₁	m (9) 0,8 – 1,6; s (3) 3,8; m (2) 4,1 – 6,2; m (9) 6,8 – 7,7;
102	2-CH ₃ O 5-C ₆ H ₅	OC ₆ H ₁₃	m (11) 0,8 – 1,6; s (3) 3,8; m (2) 4,1; m (9) 6,8 – 7,7;

Tabulka č. 3



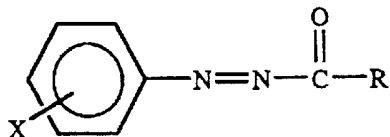
Sloučenina	X	R	NMR hodnoty (CDCl ₃)
103	COCH ₃	CF ₃	s (3) 2,0; s (3) 3,9;
104	COCH ₂ Cl	CH ₃	s (3) 2,3; s (3) 3,9; s (2) 4,5;
105	COCF ₂ CF ₃	CH ₃	s (3) 2,5; s (3) 3,9; m (9) 7,0 – 7,6;
106	COCF ₂ CF ₃	OCH ₃	s (3) 3,4; s (3) 3,9; s (2) 4,0; m (8) 7,0 – 8,0; bs (1) 8,8;
107	COCH ₂ CH ₃	CF ₃	t (3) 1,0; m (2) 2,2; s (3) 3,9; m (8) 7,0 – 7,9; bs (1) 9,0;
108	CO ₂ CH ₂ CH ₃	CF ₃	t (3) 1,2; s (3) 3,9; q (2) 4,2; m (9) 7,0 – 7,8;
109	CONHCH ₃	OCH ₂ CH ₃	t (3) 1,2; d (3) 2,9; s (3) 3,9; m (10) 7,0 – 7,8;
110	COCH ₃	CH ₃	s (3) 2,0; s (3) 3,4; s (3) 3,9; m (8) 6,9 – 7,7; bs (1) 9,8;

111	COCF_2Cl	CH_3	s (3) 2,0; s (3) 3,9; m (9) 6,7 – 7,8;
112	COCH_3	CF_2CF_3	s (3) 2,0; s (3) 3,9; m (8) 6,9 – 7,8; bs (1) 8,9;
113	COCH_3	CF_2Cl	s (3) 2,0; s (3) 3,9; m (8) 6,9 – 7,8; bs (1) 8,7;
114	COCF_2CF_3	CF_3	s (3) 3,9; m (9) 6,9 – 7,9;
115	COCF_2Cl	CF_3	s (3) 3,9; m (9) 6,9 – 7,9;
116	$\text{PO}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	CF_3	t (6) 1,3; s (3) 3,8; q (4) 4,2; m (9) 6,8 – 7,5;
117	COCH_2Cl	CF_3	s (3) 3,9; s (2) 4,1; m (9) 6,8 – 7,8;
118	COCF_2CF_3	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,2; s (3) 3,9; m (1) 4,9; m (9) 6,9 – 7,8;
119	COCF_2Cl	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,2; s (3) 3,8; m (1) 4,9; m (9) 6,9 – 7,8;
120	CONHCH_3	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,2; d (3) 2,8; s (3) 3,8; m (1) 4,9; m (1) 5,3; m (9) 6,9 – 7,8;
121	COCCl_3	CF_3	s (3) 3,9; m (9) 6,8 – 7,7;
122	$\text{NOC}(\text{CH}_3)_2$	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,4; s (6) 2,7; s (3) 3,9; m (1) 5,0; m (9) 6,8 – 7,8;

123	COCF_2CF_3	CF_2Cl	d (3) 3,8; m (8) 6,8 – 7,8; bs (1) 8,5;
124	COCF_2CF_3	CF_3	d (3) 3,8; m (8) 6,8 – 7,7; bs (1) 8,6;
125	SO_2CF_3	CF_3	d (3) 3,8; m (8) 6,8 – 7,8;
126	CO_2CH_3	CF_3	s (3) 3,8; s (3) 3,9; m (9) 6,8 – 7,8;
127	COCF_2CF_3	$\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5$	s (3) 3,8; s (2) 5,0; m (14) 6,8 – 7,8;
128	CONHCH_3	CF_3	bs (3) 2,7; s (3) 3,8; bs (1) 5,5; m (8) 6,8 – 7,8; s (1) 9,2;
129	COCH_3	OCH_2	s (3) 3,7; s (3) 3,8; m (9) 6,8 – 7,8;
130	CONHC_2H_5	CF_3	t (3) 1,1; m (2) 3,1; s (3) 3,8; bs (1) 5,8; m (9) 6,8 – 7,8;
131	CONHC_2H_5	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	m (9) 1,2; m (2) 3,2; s (3) 3,8; m (1) 4,9; m (9) 6,8 – 7,8;
132	COCH_3	$\text{OCH}=\text{CH}_2$	s (3) 2,0; s (3) 3,8; m (2) 4,4 – 4,9; m (1) 6,5; m (9) 6,8 – 7,8;
133	$\text{PO}(\text{OCH}_3)_2$	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	m (12) 1,3; s (3) 3,9; m (4) 4,1; m (1) 5,0; m (9) 6,8 – 7,7;

134	$\text{PO}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	OCH_2CH_3	m (9) 1,2; s (3) 3,8; q (6) 4,1; m (9) 6,8 – 7,7;
-----	--------------------------------------	---------------------------	--

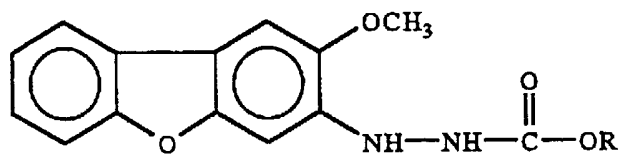
Tabulka č. 4



5

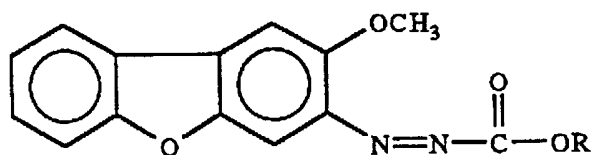
Sloučenina	X	R	NMR hodnoty (CDCl_3)
135	2- CH_3O 5- C_6H_5	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,5; s (3) 4,0;
156	3- OC_6H_5	$\text{OC}(\text{CH}_3)_2$	s (9) 1,6; m (9) 7,0 – 7,9;
158	3- $\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5$	OC_2H_5	t (3) 1,4; q (2) 4,4; s (2) 5,0; m (9) 7,1 – 7,5;
159	2- CH_3 5- C_6H_5	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,5; s (3) 2,7; m (1) 5,2; m (8) 7,2 – 7,8;
160	2- OCH_3 5- OC_6H_5	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,4; s (3) 4,0; m (1) 5,2; m (8) 6,9 – 7,4;
161	2- Br 5- C_6H_5	$\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$	d (6) 1,5; m (1) 5,3; m (8) 7,0 – 7,7.

Tabulka č. 4A



Sloučenina	R	NMR hodnoty (CDCl ₃)
141	CH(CH ₃) ₂	d (6) 1,2; s (3) 3,9; m (1) 5,0; bs (2) 6,5; m (6) 7,0 – 7,6;
142	C(CH ₂) ₃	s (9) 1,5; s (3) 4,0; bs (2) 6,5; m (6) 7,1 – 7,6;
151	CH ₂ CH=CH ₂	s (3) 4,0; d (2) 4,7; m (3) 5,1 – 5,8; bs (2) 6,5; m (6) 7,1 – 7,6;
151	CH ₃	s (3) 3,8; s (3) 4,0; bs (2) 6,5; m (6) 7,0 – 7,6;
153	C ₃ H ₇	t (3) 1,0; m (2) 1,6; s (3) 4,0; m (2) 4,2; bs (2) 6,6; m (6) 7,1 – 7,6.

Tabulka č. 4B



Sloučenina	R	NMR hodnoty (CDCl ₃)
157	CH(CH ₃) ₂	d (6) 1,4; s (3) 4,1; m (6) 7,1 – 7,7.

5

Příklad 10

Příprava testovaných prostředků.

- 10 Další příklady se týkají použití sloučenin podle uvedeného vynálezu jako pesticidních prostředků. Ve všech těchto příkladech byly použity zásobní roztoky obsahující sloučeniny podle vynálezu připravené podle předchozích příkladů o koncentraci 3000 ppm, přičemž tyto zásobní roztoky byly připraveny rozpuštěním 0,3 gramu testované sloučeniny v 10 mililitrech acetonu a přidáním 90 mililitrů destilované vody a čtyř kapek ethoxylovaného monolaurátsorbitanu nebo podobného
- 15 jiného smáčecího činidla. Tyto zásobní roztoky byly použity v každém z následujících příkladů, přičemž podle potřeby bylo provedeno v konkrétním případě požadované zředění. Všechny testy uváděné v následujících příkladech, při kterých bylo prováděno ošetření pomocí sloučenin podle vynálezu, byly vždy opakovány s kontrolními vzorky, při kterých nebyla použita účinná sloučenina podle vynálezu, za účelem získání porovnávacích výsledků na jejichž základě byl
- 20 vypočítán procentuální kontrolní účinek.

Příklad 11

- 25 Test prováděný na dospělých roztočích a s vajíčky/larvami roztočů (adulticidní a ovicidní/-larvicidní test).

Při postupu podle tohoto testu bylo použito popínavé rostliny „tanglefoot“, která byla stočena do tvaru číslice 8 a potom aplikována na každý ze dvou zárodečných listů viny, odebraných ze dvou rostlin pěstovaných v květináči. U každé konfigurace byl kruh bližší stonku použit pro test na vajíčka/larvy roztoče a kruh vzdálenější od stonku byl použit pro test na dospělé roztoče.

- Jeden den před provedením testu byly skupiny dospělých roztočů *Tetranychus urticae* Koch přemístěny do kruhů k provedení testu na vajíčka, přičemž samičky byly ponechány ukládat vajíčka až do okamžiku jedné hodiny před provedením testu a potom byly přemístěny. Rostliny byly postříkány až do stavu stékání aplikovaného spreje roztokem o koncentraci účinné látky 1000 ppm, který byl získán zředěním zásobního roztoku o koncentraci 3000 ppm.

- Jeden den po provedení ošetření byly skupiny přibližně po 25 dospělých roztočích přemístěny do kruhů k provedení testu na dospělé roztoče. Po pěti dnech byly tyto druhy otestovány na počet živých roztočů vyskytujících se na listech. Procentuální kontrolní účinek byl odhadnut na základě počtu roztočů, kteří přežili na kontrolních rostlinách.

- Devět dnů po ošetření byl zjištěn v kruzích k testování vajíček/larev počet vylihnutých vajíček a počet nevyvinutých žijících roztočů. Procentuální kontrolní účinek testované sloučeniny byl odhadnut na základě počtu vylihnutých vajíček a nevyvinutých roztočů na kontrolních rostlinách. V případě účinku týkajícího se vajíček byly kontrolní pokusy označeny jako ovicidní (O) a v případě účinku ošetření na nevyvinuté jedince byly kontrolní pokusy označeny jako larvicidní (L).

10

Výsledky těchto testů na dospělé roztoče (MI) a testů na vajíčka /larvy (MIOLV) jsou uvedeny v následující tabulce č. 5.

Tabulka č. 5

Sloučenina č.	MI	MIOLV
1	50	80 (L)
2	100	100
3	100	100 (L)
4	100	100 (L)
5	30	80 (L)
6	100	100 (L)
7	100	100 (O)
8	70	0
9	70	0
10	100	100 (O/L)
11	100	100 (O/L)
12	95	90 (L)
13	70	70 (L)
14	100	100 (L)
15	100	100 (L)
16	100	100 (L)
17	70	0
18	98	100 (L)
19	100	100 (O)
20	100	100 (O)
21	100	100 (O)
22	100	20 (L)
23	70	0
24	100	70 (L)
25	100	100 (O)
26	100	100 (O)
27	99	50 (L)
28	100	100 (L)
29	80	80 (L)
30	50	50 (L)
39	100	100 (L)
40	50	0
41	80	50 (L)
42	100	100 (O)
43	100	100 (O)
44	50	30 (L)
45	70	50 (L)
46	100	30 (L)
47	100	100 (O)
50	100	100 (O)
51	100	100 (O)

52	100	100 (O)
53	100	100 (L)
54	100	100 (O)
55	100	100 (O)
56	70	0
57	90	95 (L)
58	100	30
59	100	0
60	100	100 (L)
62	98	50 (L)
63	100	70 (L)
64	100	100 (L)
65	100	100 (L)
66	70	50 (L)
67	90	95 (L)
68	100	100 (L)
69	100	100 (L)
70	100	100 (L)
72	0	50 (L)
73	100	100 (L)
74	99	30 (L)
75	100	100 (L)
76	100	100 (L)
77	100	100 (L)
78	100	100 (L)
79	70	10 (L)
80	100	70 (L)
81	99	90 (L)
82	95	30 (L)
83	100	100 (L)
84	100	100 (L)
85	100	100 (L)
86	100	100 (L)
93	100	80 (L)
94	100	100 (L)
95	100	100 (L)
96	100	100 (L)
97	70	30 (L)
98	100	100 (L)
99	100	100 (L)
101	70	80 (L)
102	70	0
105	95	0
107	100	50 (L)
108	100	100 (O)
109	100	100 (O)
112	60	0
114	100	100 (O)
115	100	100 (L)
116	100	100 (L)
117	100	100 (L)
118	100	100 (L)
119	100	100 (L)
120	100	100 (L)

121	100	100 (L)
122	100	100 (O)
124	100	100 (L)
125	80	30 (L)
126	100	100 (L)
128	100	100 (L)
130	100	50 (L)
131	100	100 (L)
133	100	100 (O)
135	100	100 (O)
136	98	100 (L)
137	100	100 (L)
138	100	98 (L)
139	100	100 (L)
140	100	100 (L)
141	70	100 (L)
142	50	80 (L)
143	70	30 (O)
144	30	0
145	100	90 (L)
146	70	50 (L)
147	100	100 (L)
148	70	30 (L)
149	30	0
150	80	0
151	0	0
152	0	0
153	100	90 (L)
154	100	100 (L)
155	0	0
156	98	0
157	30	80 (L)
158	100	98 (O)
159	100	100 (O)
160	100	10 (O)
161	100	100 (O)

Poznámka: MI = test na dospělé roztoče
MIOLV = test na vajíčka/larvy roztočů

5

Příklad 12

Test na roztoče *Panonychus ulmi*.

10

Podle tohoto testu byly jabloně pěstovány v sadu, které byly napadeny červenými roztoči (*Panonychus ulmi*), postříkány vodnými roztoky zemulgovatelných koncentrátů obsahujících jednotlivé testované sloučeniny. Při použití sloučenin označených čísly 103, 10, 11, 19, 20, 25, 26 a 82 bylo dosaženo více než 75 procentního kontrolního účinku při aplikaci odpovídajících účinných sloučenin o koncentraci 150 ppm.

15

Příklad 13

Test na nematody (hlísty).

- 5 Podle tohoto testu byl roztok o koncentraci 3000 ppm zředěn na 1000 ppm. Každá sloučenina byla testována tak, že 25 mililitrů roztoku obsahující testovanou sloučeninu bylo aplikováno na 500 gramů půdy v květináči infikované vajíčky hlístů (*Meloidogyne incognita*), takže koncentrace v půdě byla 50 ppm sc.
- 10 Jeden den po ošetření byly do každého květináče zasazeny dvě rostlinky rajského jablíčka. Devatenáct dnů po zasazení těchto rostlin byly prozkoumány kořínky na výskyt uzlíků nebo nepravidelných malformací (nádorů), přičemž procentuální kontrolní účinek byl odhadnut na základě úrovně zamoření u kontrolních rostlin.
- 15 Získané výsledky těchto testů na nematody (označení NE) jsou uvedeny v následující tabulce č. 6.

Příklad 14

20

Test na křísy *Sogatodes oryzae* provedený na listech rýže.

- Podle tohoto testu byl zásobní roztok o koncentraci 3000 ppm zředěn na 1000 ppm. Jeden květináč obsahoval přibližně 20 rýžových sazenic druhu Mars, které byly ošetřeny prostředky obsahující sloučeninu podle vynálezu postřikem provedeným postřikovým atomizérem.
- 25 Jeden den po ošetření byly rostlinky uzavřeny do trubkového obalu a do každého obalu bylo převedeno dvacet dospělých kusů delphacidae *Sogatodes oryzae*. Pět dnů po tomto přemístění byl zjištěn počet přežilých křísů v každém květináči a na základě těchto výsledků byl stanoven procentuální kontrolní účinek.

30

Získané výsledky s tímto hmyzem (označení RPH) jsou uvedeny v následující tabulce č. 6.

Příklad 15

35

Test na můru *Heliothis virescens* vyskytující se na tabáku.

- Pro tyto testy byl použit zásobní roztok o koncentraci 3000 ppm. V případě každé sloučeniny bylo odpipetováno 0,2 mililitru tohoto roztoku na povrch každé z pěti nádobek, přičemž kapalina
- 40 byla ponechána rozlít po povrchu a schnout po dobu dvou hodin. Potom byly do každé z těchto nádobek přemístěny larvy můry *heliothis virescens* ve druhém instaru. Po 14 dnech byl stanoven počet živých larev v případě každé sloučeniny a na základě tohoto počtu byl stanoven procentuální kontrolní účinek, který byl korigován podle Abbotovy rovnice.

- 45 Výsledky testů s tímto hmyzem (označení TB) jsou rovněž uvedeny v následující tabulce č. 6.

Příklad 16

- 50 Test na mandelinku *Diabrotica undecimpunctata*.

- Při provádění tohoto testu byl zásobní roztok o koncentraci 3000 ppm zředěn na 100 ppm. V případě každé sloučeniny bylo odpipetováno 2,5 mililitru a tento podíl byl přenesen na filtrační papír (*Whatman #3*) umístěný na dno petriho misky o průměru 100 mililitrů. Potom byly dvě
- 55 sazenice kukuřice ponechány nasávat v tomto roztoku o koncentraci 100 ppm po dobu 1 hodiny,

načež byly přeneseny do petriho misky. Po 24 hodinách bylo do každé misky umístěno 5 larev mandelinky *Diabrotica undecimpunctuata* ve druhém instaru. Po pěti dnech byl zaznamenán počet živých larev, přičemž byl zjištěn procentuální kontrolní účinek, který byl korigován podle Abbotovy rovnice, viz. *J. Economic Entypology*, 18, 265–267 (1925)

5

Získané výsledky (označené SCR) jsou uvedeny v následující tabulce č. 6.

Tabulka č. 6

10

Sloučenina č.	Procentuální kontrola			
	NE	RPH	TB	SCR
1	0	30	100	0
2	30	100	79	75
3	0	100	58	50
4	70	100	100	100
5	0	0	100	0
6	0	100	100	0
7	0	100	100	100
8	50	PT	0	0
9	85	0	0	0
10	0	50	20	0
11	0	10	100	0
12	50	0	20	0
13	0	5	100	0
14	70	0	0	0
17	70	0	0	0
18	0	0	80	0
19	70	60	0	14
20	0	0	80	0
23	95	0	75	0
24	0	80	0	0
25	30	0	56	0
26	20	0	100	0
27	0	0	56	0
28	70	0	40	6
31	50	55	100	15
33	0	20	100	0
34	50	15	0	0
35	100	20	0	0
36	50	0	0	20
37	PT	25	80	17
38	0	0	80	0
42	0	100	100	100
43	0	100	100	80
45	0	0	100	0
47	80	50	0	20
48	50	25	0	0
49	0	80	0	0
50	30	100	0	100
51	30	100	100	0
53	0	100	100	0
54	0	95	80	0
55	0	70	40	0
57	0	35	100	37

58	0	25	100	0
59	50	20	100	75
60	0	40	60	-
62	0	0	100	0
64	70	25	0	21
65	60	0	0	0
67	0	10	100	0
74	0	0	80	0
78	95	0	0	14
80	0	0	78	0
81	0	50	78	0
83	30	50	73	16
84	0	50	20	6
87	50	0	0	0
88	50	0	100	0
89	0	0	60	33
90	0	0	100	0
91	0	70	80	0
92	0	0	75	0
95	0	25	100	100
96	30	0	50	20
99	0	80	0	100
100	70	60	0	0
102	70	0	0	0
103	0	0	100	0
105	0	0	100	0
106	30	55	0	0
108	70	0	0	0
110	0	30	100	0
111	0	0	100	20
112	50	0	0	0
113	0	0	100	6
115	70	50	16	0
116	60	0	0	60
117	50	0	55	33
119	0	40	78	0
121	50	40	0	0
125	98	25	0	0
127	50	50	0	0
128	70	30	0	0
129	50	25	0	0
130	70	15	0	16
131	70	25	0	16
132	70	50	0	0
133	0	55	60	0
134	70	60	0	0
135	-	55	-	-
136	100	30	20	0
137	100	25	0	100
138	0	90	0	0
139	0	98	0	40
140	0	0	0	0
141	100	0	60	0
142	0	0	60	0

143	PT	0	20	20
144	0	0	0	80
145	0	0	0	80
146	0	PT	0	20
147	0	0	0	100
148	0	0	0	100
149	50	0	0	60
150	0	0	36	0
151	0	0	60	20
152	0	0	60	0
153	50	0	37	0
154	0	80	58	0
155	—	0	75	0
156	0	0	0	0
157	100	0	40	0
158	—	—	—	—
159	0	100	58	0
160	—	0	0	0
161	—	100	100	60

Poznámka:

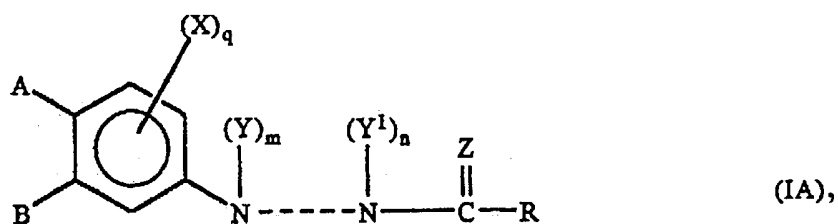
- 5 NE = nematodi (hlísti) *Meloidogyne incognita*
 RPH = hřísi *Sogatodes oryzae*
 TB = mûra *Heliothis virescens*
 SCR = mandelinka *Diabrotica undecimpunctata*
 PT = fytotoxický účinek; rostlina odumřela, nebyla zaznamenána žádná hodnota.

10

PATENTOVÉ NÁROKY

15

1. Fenyldiazinové deriváty obecného vzorce IA:



ve kterém:

20

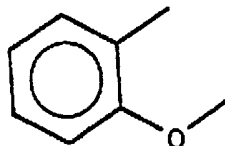
N— — —N znamená skupinu N=N nebo N—N,

Y¹ je atom vodíku,

25

m a n jsou oba 0 nebo 1,

A a B znamenají oba X nebo skupinu vzorce:



Z je kyslík nebo síra,

X znamená

5

(a) atom vodíku,

(b) fenylovou skupinu, fenyloalkoxy skupinu obsahující v alkoxy části 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, přičemž fenylový kruh v každém uvedeném substituentu může být případně substituován jedním nebo více substituenty vybranými ze souboru zahrnujícího atomy halogenu, nitroskupinu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo di-alkylaminoskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo

(c) jeden substituent ze skupiny (b) a jeden nebo více substituentů vybraných ze souboru zahrnujícího halogenu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

Y znamená atom vodíku, alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, dialkoxyfosforylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminokarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkylsulfonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části,

q je číslo 1 až 5,

R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxy skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyloalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthio skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyloalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku,

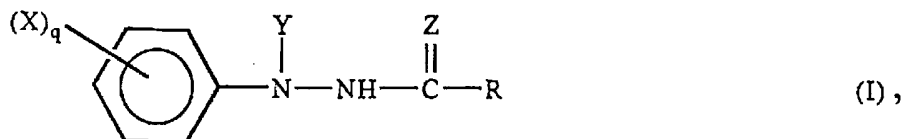
Z je kyslík nebo síra,

s tou podmínkou, že v případě, že X znamená fenylovou skupinu, potom R není alkylaminoskupina nebo alkoxykarbonylová skupina,

a s další podmínkou, že jestliže N- - - -N znamená N=N, m a n jsou 0 a A a B jsou atom vodíku, potom X znamená atom vodíku, fenylovou skupinu, fenyloalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, kde fenylová skupina v každém z uvedených substituentů může být substituována halogenem alkylovou skupinou obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinou obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

a s další podmínkou, že v případě, že N - - - -N znamená N=N, m a n jsou 0 a A a B nejsou atom vodíku, potom X znamená atom vodíku nebo alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku.

2. Fenyldiazinové deriváty podle nároku 1 obecného vzorce IA, ve kterém A a B znamenají atom vodíku, přičemž touto sloučeninou je sloučenina obecného vzorce I:



5 ve kterém:

X znamená

10 (a) fenylovou skupinu, fenyloalkoxy skupinu obsahující v alkoxy části 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, přičemž fenylový kruh v každém uvedeném substituentu může být případně substituován jedním nebo více substituenty vybranými ze souboru zahrnujícího atom halogenu, nitroskupinu, alkylové skupiny obsahující 1 a 6 atomů uhlíku, alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo dialkylaminoskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo

15

(b) jeden substituent ze skupiny (a) a jeden nebo více substituentů vybraných ze souboru zahrnujícího alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, atomy halogenu, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

20

Y znamená atom vodíku, alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkanoylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, dialkoxyfosforylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminokarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkylsulfonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části,

25

q je číslo 1 až 5,

30

R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxy skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenyloalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthioskupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenyloalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, halogenalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

35

Z je kyslík nebo síra,

40

s tou podmínkou, že v případě, že X znamená fenylovou skupinu, potom R není alkylamino-skupina nebo alkoxykarbonylová skupina.

45

3. Fenyldiazinové deriváty podle nároku 2, obecného vzorce I, ve kterém:

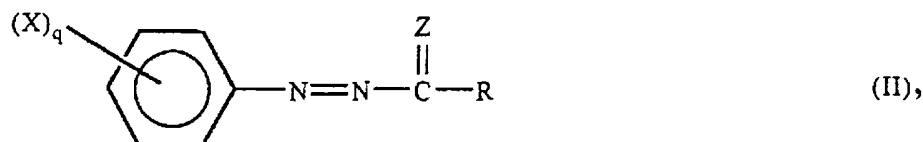
X znamená fenylovou skupinu nebo fenyloalkoxy skupinu obsahující 1 až 4 atomy v alkoxy části,

Y znamená atom vodíku nebo skupinu COCF₃,

R znamená skupinu CF_3 , alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

Z je atom kyslíku.

4. Fenyldiazinové deriváty podle nároku 1 obecného vzorce IA, ve kterém A a B znamenají atom vodíku, přičemž touto sloučeninou je sloučenina obecného vzorce II:



ve kterém:

X znamená:

(a) atom vodíku, fenylovou skupinu, fenyloalkoxy skupinu obsahující v alkoxy části 1 až 6 atomů uhlíku, fenoxyskupinu nebo benzylovou skupinu, kde fenylová skupina v každém uvedeném substituentu může být substituována substituentem vybraným ze souboru zahrnujícího halogeny, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku nebo alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo

(b) jeden substituent ze skupiny (a) a jeden nebo více substituentů vybraných ze souboru zahrnujícího alkoxy skupiny obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, atomy halogenů, alkylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku a alkylthioskupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

q je číslo 1 až 5,

R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, halogenalkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

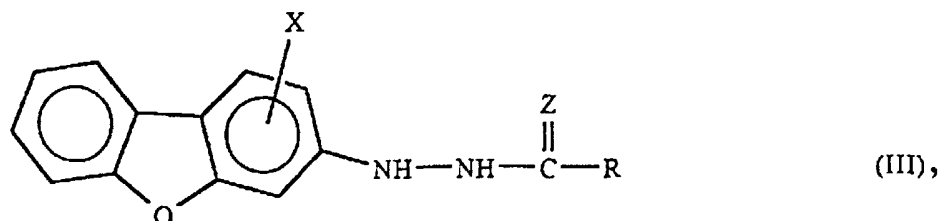
Z znamená atom kyslíku.

5. Fenyldiazinové deriváty obecného vzorce II podle nároku 4, ve které:

X znamená fenylovou skupinu nebo alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, a

R znamená skupinu CF_3 , alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku.

6. Fenyldiazinové deriváty podle nároku 1, přičemž touto sloučeninou je sloučenina obecného vzorce III:



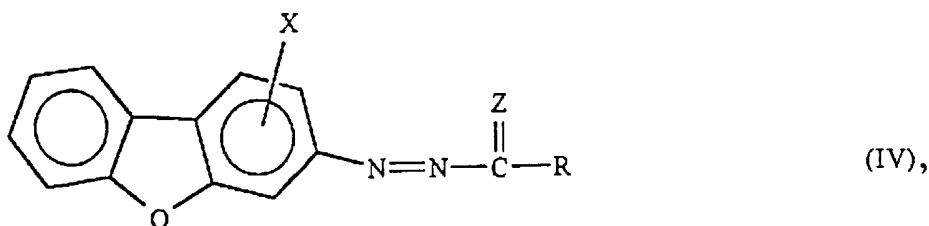
ve kterém:

X znamená atom vodíku nebo alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

R znamená atom vodíku alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxy skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak
 5 v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenylalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthio-
 skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů
 10 uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části, thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenylalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku
 v alkylové části, halogenalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, fenoxys-
 skupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

Z je kyslík nebo síra.

15 7. Fenyldiazinové deriváty podle nároku 1, přičemž touto sloučeninou je sloučenina obecného vzorce IV:



X znamená atom vodíku nebo alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

20 R znamená atom vodíku alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, cykloalkoxy skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, halogen-
 alkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu obsahující jak
 v alkoxy části tak v alkylové části 1 až 6 atomů uhlíku, fenylalkoxy skupinu obsahující 1 až
 6 atomů uhlíku v alkoxy části, alkenylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkylthio-
 25 skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů
 uhlíku v alkoxy části, alkylaminovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkylové části,
 thienylovou skupinu, furylovou skupinu, fenylalkylovou skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku
 v alkylové části, halogenalkoxy skupinu obsahující 1 až 6 atomů uhlíku v alkoxy části, fenoxys-
 skupinu nebo cykloalkylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, a

30

8. Způsob kontrolování nežádoucího hmyzu a škůdců, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se na místo, které se má chránit, aplikuje pesticidně účinné množství fenyldiazinového derivátu obecného vzorce IA podle nároku 1.

35 9. Pesticidní prostředek, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje:

(a) pesticidně účinné množství fenyldiazinového derivátu obecného vzorce IA podle nároku 1, a

40 (b) přijatelnou nosičovou látku.

45

Konec dokumentu
