



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) 172093

(13) B

(51) Int Cl⁵ A 01 N 37/20, 43/40, C 07 D 211/20

Styret for det industrielle rettsvern

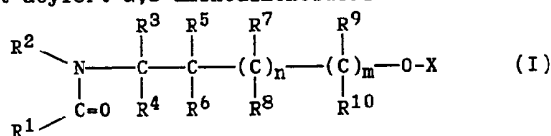
(21) Søknadsnr	881109	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	11.03.88	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	11.03.88	(30) Prioritet	12.03.87, DE, 3708033
(41) Alm. tilgj.	13.09.88		
(44) Utlegningsdato	01.03.93		

(71) Patentsøker Bayer Aktiengesellschaft, D-5090 Leverkusen, Bayerwerk, DE
(72) Oppfinner Bernd-Wieland Krüger, Wuppertal, DE
Klaus Sasse, Bergisch-Gladbach, DE
Franz-Peter Hoefer, Köln, DE
Günther Nentwig, Köln, DE
Wolfgang Behrenz, Overath, DE
(74) Fullmektig Jan Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) Benevnelse **Insekt- og middfrastøtende middel, dets anvendelse samt acylerte α , ω -aminoalkoholderivater**

(56) Anførte publikasjoner Ingen

(57) Sammendrag Insekt- og middbeskyttende midler som har et innhold av minst et acylert α , ω -aminoalkoholderivat med formel I



hvor

X betyr hydrogen, COOR¹¹, COOR¹² eller R¹³,

R¹ betyr eventuelt substituerte alkyl- eller alkenylrester,

R², R¹¹ og R¹³ er like eller forskjellige og betyr eventuelt substituerte alkyl- eller alkenylrester,

R³ til R¹⁰ er like eller forskjellige og betyr hydrogen eller eventuelt substituerte alkylrester og idet R² og R³ sammen med atomene hvortil de er bundet også kan danne en eventuelt substituert monocyklisk ring,

n og m er like eller forskjellige og betyr 0 eller 1,

med den forholdsregel, at

X ikke betyr hydrogen eller R¹³, når

n og m betyr 0.

Foreliggende oppfinnelse angår insekt- og middfrastøtende midler, anvendelsen av disse midler for bekjempelse av insekt og/eller midd samt acylerte α, ω -aminoalkoholderivater.

5 Midler som frastøter insekter og midd (repellent), har den oppgave å fraholde skadelige eller belastende leddfotdyr fra berøring, så vel som stikking og suging eller biting på overflater som virker tillokkende for dem, eksempelvis huden hos dyr og mennesker, når disse på forhånd ble behandlet med
10 slike midler.

Som repellenter er det allerede foreslått tallrike virksomme stoffer (se for eksempel K.H. Büchel i "Chemie der Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel"; utgiver: R. Wegler,
15 bind 1, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1970, side 487 og følgende).

Spesielt kjent og i lengre tid i bruk er 3-metyl-benzosyredietylamid (DEET), dimetylfталat og 2-etyl-heksandiol-1,3, hvorav fremfor alt DEET i praksis har fått en betraktlig betydning, (se for eksempel R.K. Kocher, R.S. Dixit, C.I. Somaya; "Indian J. Med. Res.", 62, 1 (1974)).
20

En betraktlig ulempe ved de kjente repellenter er deres delvis relativt korte (bare få timer) permanentvirkning.
25

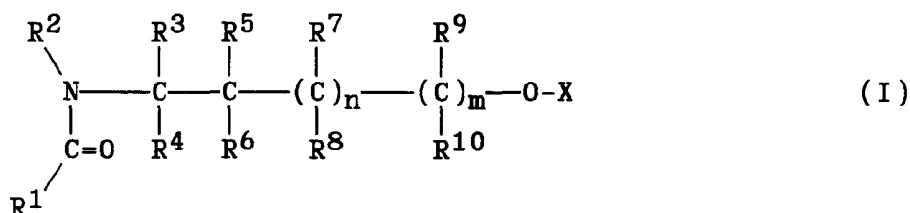
En del av de ved nedenstående formel (I) definerte forbindelser er kjent.

30 Tilsvarende polyhydroksyaminer er kjent for eksempel fra "Chemical Abstracts", 83 (25): 205/791 u.

Videre er N-alkanoyl- og -alkenoyl-hydroksyalkylpiperidiner kjent fra US-PS 3 178 439. Ytterligere piperidiner er kjent fra "Tetrahedron Suppl.", 8/del 1 (1966) side 113-121.
35

En insekt- og middavvisende virkning av disse forbindelser er imidlertid tidligere ikke vært kjent.

Det er nu funnet at de delvis kjente acylerte α,ω -aminoalkoholderivater med formel I



der

X betyr hydrogen, COR¹¹ eller R¹³,

R¹ betyr C₁₋₇-alkyl eller C₃₋₇-alkenyl,

R², R¹¹ og R¹³ er like eller forskjellige og betyr C₁₋₆-alkyl,

R³-R⁸ er like eller forskjellige og betyr hydrogen eller C₁₋₆-alkyl, hvorved R² og R³ sammen med atomene hvortil de er bundet kan danne en 5- eller 6-leddet monocyklisk ring,

n er 1 og

m er 0,

har en sterk insekt- og middfrastøtende virkning (repellent-virkning).

Repellentvirkninger er betraktlig bedre enn den til de fra teknikkens stand kjente repellenter. De ifølge oppfinnelsen virksomme stoffer er således en verdifull berikning av teknikken.

Foreliggende oppfinnelse angår i henhold til dette insekt- og middfrastøtende midler som karakteriseres ved et innhold av minst et acylert α,ω -aminoalkoholderivat med den ovenfor angitte formel I.

Som antydnet innledningsvis angår oppfinnelsen også anven-

delsen av slike acylerte α,ω -aminoalkoholderivater med formel I for bekjempelse av insekter og/eller midd.

Midlene ifølge oppfinnelsen inneholder et derivat med formel I, kan også inneholde ytterligere insektbeskyttende midler. Her kommer på tale alle praktisk vanlige repellenter (se for eksempel K.H. Büchel, supra).

I tilfelle av repellentkombinasjoner anvendes fortrinnsvis de acylerte α,ω -aminoalkoholer med den generelle formel I sammen med repellenter som karboksylsyreamider, 1,3-alkandiol- og karboksylsyreestere. I detalj skal det nevnes: 3-metylbenzoesyredietylamid (DEET), 2-etyl-heksandiol-1,3 (Rutgers 612) og ftalsyredimetylester.

De i formel I angitte rester har fortrinnsvis følgende betydning:

Det foretrekkes forbindelser, hvori R^1 betyr C_{1-7} -alkyl eller C_{3-7} -alkenyl, X betyr COR^{11} eller R^{13} , R^2 og R^{11} er like eller forskjellige og betyr C_{1-6} -alkyl, R^3 til R^8 er like eller forskjellige og betyr hydrogen eller C_{1-6} -alkyl, R^{13} betyr C_{1-6} -alkyl og n betyr 1 og m betyr 0.

Helt spesielt foretrukket anvendes forbindelsene med den generelle formel I som repellenter, der

m = 0 og

n = 1,

R^1 betyr C_{1-4} -alkyl,

R^2 , R^{11} og R^{13} er like eller forskjellige og betyr C_{1-6} -alkyl,

R^3 - R^8 betyr hydrogen, og

X betyr hydrogen, COR^{11} eller R^{13} , idet R^{11} og R^{13} har ovennevnte betydning.

Videre anvendes helt spesielt foretrukket forbindelser med den generelle formel I som repellenter, der

m = 0 og

n = 1,

R¹ betyr C₃₋₄-alkyl,

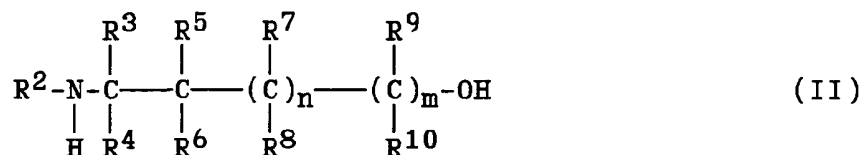
R² og R³ danner sammen med atomene hvortil de er bundet en 6-leddet ring,

R⁴-R⁸ betyr hydrogen, og

X betyr hydrogen og R¹³, idet R¹³ betyr C₁₋₄-alkyl.

Forbindelsene med den generelle formel I er enten kjent eller kan fremstilles etter kjente metoder og fremgangsmåter (se for eksempel Cesare Ferri, "Reaktionen der organischen Synthese", Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1978, side 223 og side 450).

Man får følgelig forbindelsene med formel I, når de i og for seg kjente eller etter kjente fremgangsmåter fremstillbare α,ω-aminoalkoholer (se for eksempel Cesare Ferri, supra, side 211 ff henholdsvis 496-497) med formel II



der R² til R¹⁰ og n og m har den under formel I angitte betydning,

først omsettes med i og for seg kjente karboksylsyreklorider med formel III



idet

R¹ har den under formel I kjente betydning,

eventuelt i nærvær av en syreakseptor som for eksempel trietylamin eller kalsiumkarbonat og eventuelt under anvendelse av et fortynningsmiddel som for eksempel toluen,

CH₂Cl₂, tetrahydrofuran eller acetonitril, ved temperaturer mellom -40 og 110°C.

For fremstillingen av forbindelser med den generelle formel I der X er forskjellig fra hydrogen, foregår da i et andre reaksjonstrinn, eventuelt etter isolering av mellomproduktet med fri OH-gruppe, den videre acylering/alkylering med i og for seg kjente karboksylsyreklorider med formel IV



for fremstilling av forbindelser med formel I med X = COR¹¹;

klorkarbonsyreestere med formel V



for fremstilling av forbindelser med formel I med X = COOR¹²;

eller alkylhalogenider med formel VI



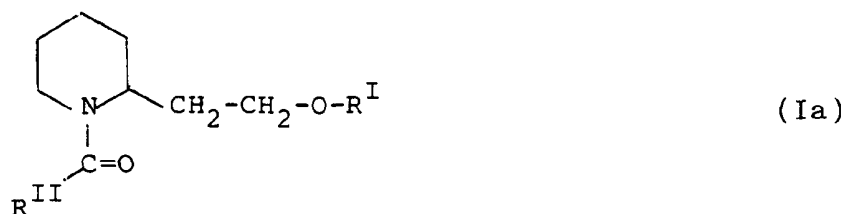
for fremstilling av forbindelser med formel I med X = R¹³, idet i formlene IV, V, VI, Y betyr klor, brom eller jod, fortrinnsvis brom eller jod, og R¹¹ til R¹³ har ovennevnte betydning,

eventuelt i nærvær av en syreakseptor som for eksempel trietylamin eller kaliumkarbonat eller en base som natriumhydrid, eventuelt under anvendelse av et fortynningsmiddel som for eksempel toluen, tetrahydrofuran eller acetonitril, ved temperaturer mellom 0 og 110°C. Opparbeidelsen foregår etter vanlige metoder, for eksempel ved ekstrahering av produktene med metylenklorid eller toluen fra den med vann fortynnete reaksjonsblanding, vasking av den organiske fase med vann, tørking og destillering, eller såkalt "pådestil-

En ytterligere rensing kan foregå ved kromatografi på kiselgel med for eksempel heksan:aceton = 7:3 som elueringsmiddel.

Til karakterisering av forbindelsene tjener brytningsindeks, smeltepunkt, R_f-verdi eller kokepunkt.

Oppfinnelsen vedrører også nye acylerte α,ω -aminoalkoholderivater som karakteriseres ved formel



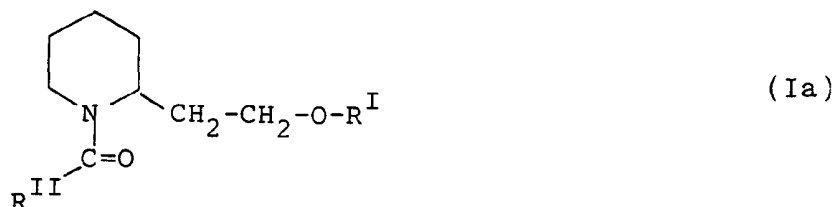
der

R^I betyr hydrogen, COR¹¹ eller R¹³,

idet R¹¹ og R¹³ er like eller forskjellige, og betyr C₁₋₆-alkyl, og

R^{II} betyr C₂₋₆-alkyl eller C₃₋₆-alkenyl.

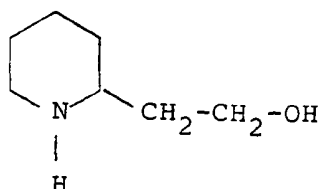
Man får de acylerte α,ω -aminoalkoholderivater med formel



der

R^I og R^{II} har den ovenfor angitte betydning,

ved at α,ω -aminoalkoholen med formel

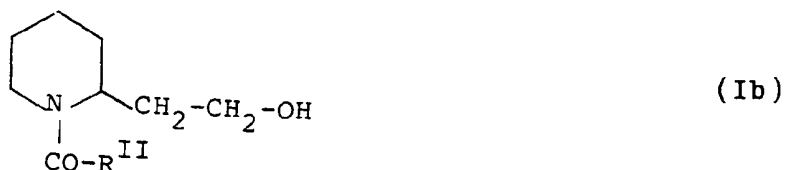


omsettes med et karboksylsyreklorid med formel



der R^{II} har den ovenfor angitte betydning,

eventuelt i nærvar av en syreakseptor som trietylamin eller kaliumkarbonat og eventuelt under anvendelse at et organisk fortynningsmiddel som toluen, metylenklorid, tetrahydrofuran eller acetonitril ved temperaturer mellom -40 og 110°C , forbindelsene med formel



eventuelt isoleres og eventuelt omsettes videre i et andre reaksjonstrinn, idet den videre acylering/-alkylering med i og for seg kjente karboksylsyrehalogenider (spesielt karboksylsyreklorider) med formel



til oppnåelse av forbindelser med formel Ia med $\text{R}^{\text{I}} = \text{COR}^{\text{II}}$ eller med klorkarbonsyreestere med formel



til oppnåelse av forbindelser med formel Ia med $\text{R}^{\text{I}} = \text{COOR}^{12}$;

eller med alkylhalogenider med formel



til oppnåelse av forbindelser med formel Ia med $\text{R}^{\text{I}} = \text{R}^{13}$

idet

R^{11} og R^{13} har den ovenfor angitte betydning og

Y betyr klor, brom eller jod, fortrinnsvis brom eller jod,

gjennomføres i nærvær av en syreakseptor som trietylamin

eller kaliumkarbonat eller en base som natriumhydrid,

eventuelt under anvendelse av et organiske fortynningsmiddel

som toluen, tetrahydrofuran eller acetonitril, fortrinnsvis

ved temperaturer mellom 0 og 110°C.

Opparbeidelsen av forbindelsen ifølge oppfinnelsen med formel

Ia foregår på analog måte, som omtalt ovenfor ved fremstill-

ing av forbindelsene med formel I.

Virkingen av repellentene med den generelle formel I varer

lenge.

De kan derfor med godt resultat anvendes til beskyttelse av skadelige eller belastende, sugende og bitende insekter og midd.

Til de sugende insekter hører i det vesentlige stikkmygg (for eksempel Aedes-, Culex- og Anopheles-typer), sommerfuglmygg (Phlebotomen), nisser (Culicoides-typer), myldremygg (Simulium-typer), stikkfluer (for eksempel Stomoxys calci-trans), Tsetsefluer (Clossina-typer), bremses (Tabanus-, Haematopota- og Chrysops-typer), stuefluer (for eksempel Musca domestica og Fannia canicularis), kjøttfluer (for

eksempel *Sarcophaga carnaria*), Myiasis-frembringende fluer (for eksempel *Lucilia cuprina*, *Chrysomya chloropyga*, *Hypoderma bovis*, *Hypoderma lineatum*, *Dermatobia hominis*, *Oestrus ovis*, *Gasterophilus intestinalis*, *Cochliomyia hominivorax*), vamsere (for eksempel *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma infestans*), lus (for eksempel *Pediculus humanus*, *Haemotopinus suis*, *Damalina oris*), lusfluer (for eksempel *Melaphagus orinus*), flott (for eksempel *Pulex irritans*, *Ctenocephalides canis*, *Xenopsylla cheopis*) og sandflott (for eksempel *Dermatophilus penetrans*).

Til de bitende insekter hører i det vesentlige kakerlakker (for eksempel *Blatella germanica*, *Periplaneta americana*, *Blatta orientalis*, *Supella superllectilium*), biller (for eksempel *Sitophilus granarius*, *Tenebrio molitor*, *Dermestes lardarius*, *Stegobium paniceum*, *Anobium punctatum*, *Hylotrupes bajulus*), termitter (for eksempel *Teticulitermes lucifugus*) og maur (for eksempel *Lasius niger*).

Til midd hører flott (for eksempel *Ornithodoros moubata*, *Ixodes ricinus*, *Boophilus microplus*, *Amblyomma hebreum*) og midd i snevrere forstand (for eksempel *Sarcoptes scabiei*, *Dermanyssus gallinae*).

De virksomme stoffer som anvendes i midlene ifølge oppfinnelsen kan anvendes ufortynnet eller fortrinnsvis fortynnet og lar seg overføre til de for repellenter vanlige formuleringer. De lar seg anvende i alle i kosmetikken vanlige administreringsformer, for eksempel oppløsninger, emulsjoner, geler, salver, pastaer, kremer, pulvere, stifter, sprays eller aerosoler fra forstøvningsbokser.

For anvendelsen i det ikke-kosmetiske området lar det virksomme stoffet seg innarbeide for eksempel i granulater, oljeforstøvningsmidler eller "slow-release"-formuleringer.

Tilberedningene fremstilles på kjent måte ved sammenblanding eller fortynning av de virksomme stoffer med oppløsningsmidlet (for eksempel xylen, klorbenzener, paraffiner, metanol, etanol, isopropanol, vann), bærere (for eksempel
5 kaoliner, leirjord, talkum, kritt, høydispers kiselsyre, silikater), emulgeringsmidler (for eksempel polyoksyetylenfettsyreester, polyoksyetylenfettalkoholetere, alkylsulfonater, arylsulfonater) og dispergeringsmidler (for eksempel ligninsulfittavler, metylcellulose).

10 De virksomme stoffer kan blandes med hverandre i formuleringene eller også anvendes i blanding med andre kjente virksomme stoffer (for eksempel solbeskyttelsesmidler). Tilberedningene inneholder vanligvis mellom 0,1 og 95 vekt-%
15 virksomt stoff, fortrinnsvis mellom 0,5 og 90%.

For beskyttelse mot blodsugende insekter eller midd påføres midlene ifølge oppfinnelsen med virksomme stoffer enten på den menneskelige eller dyriske hud, eller man behandler
20 bekledningsstykker eller andre gjenstander med midlene.

Også som tilsetning av impregneringsmidler, for eksempel ved tekstilbaner, bekledningsstykker, forpakkingsmateriale, samt som tilsetning til polerings-, pusse- og vindusrensemidler
25 er de virksomme stoffer egnet.

De følgende eksempler på tilberedninger og anvendelse av de virksomme stoffer skal illustrere oppfinnelsen videre.

30 Eksempel 1

Et repellentmiddel i form av en lotion til anvendelse på huden fremstilles ved sammenblanding av 30 deler av et av de virksomme stoffer, 1,5 deler parfyme og 68,5 deler isopropanol. Isopropanol kan erstattes med etanol.

Eksempel 2

Et repellentmiddel i form av en aerosol til påsprøyting på huden fremstilles idet man formulerer en 50 %-ig stoffoppløsning bestående av 30 deler av et av de virksomme stoffer, 1,5 deler parfyme og 68,5 deler isopropanol med 50% Frigen 11/12 (= halogenert hydrogen som drivgass) som forstøvningsbokspreparat.

Eksempel 3

En annen forstøvningsdose er sammensatt av 40 %-ig stoffoppløsning med 20 deler av en av de virksomme stoffer, 1 del parfyme, 79 deler isopropanol og 60% propan:butan i forholdet 15:85.

Det ble fremstilt individuelle formuleringer tilsvarende eksemplene 1, 2 og 3 under anvendelse av følgende virksomme stoffer ifølge fremstillingseksemplene nr. 1, 2, 3, 8 og 15.

De følgende eksempler av biologisk virkning viser overlegenheten av stoffene i forhold til teknikkens stand (dietyltoluamid = DEET):

Eksempel A

Repellentprøve på marsvin.

Prøvedyr: *Aedes aegypti* (Imagines)

Antall prøvedyr: ca. 5 000

Oppløsningsmiddel: etanol (99,8%)

3 vektdeler virksomt stoff opptas i 100 volumdeler oppløsningsmiddel.

Et marsvin, hvis rygg har blitt barbert i et område på 50 cm² fikseres i et trangt bur (boks) således, at bare den barberte flate er tilgjengelig for myggen. Etter behandling av flaten med 0,4 ml virksomt stoffoppløsning stilles marsvinet etter fordamping av oppløsningsmidlet, samt boks, i et bur som

måler 60 cm x 60 cm x 60 cm og som inneholder kun med sukkervann forede prøvedyr av begge kjønn.

I 10 minutter observerer man hvor mange mygg som stikker marsvinet. Prøven gjentas etter en time. Forsøket gjennomføres i maksimalt 14 timer eller så lenge inntil virkningen opphører.

Ved denne prøve viser for eksempel følgende forbindelser fra fremstillingseksempelene overlegen virkning i forhold til teknikkens stand (dietyltoluamid = DEET):

(1), (2), (3), (8), (15), (23).

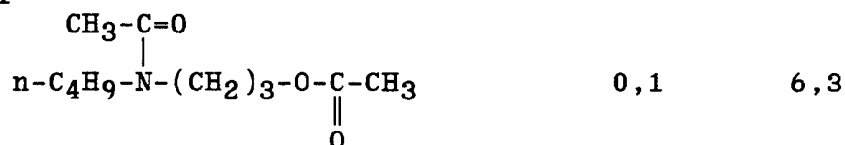
Tabell A

Repellentprøve på marsvin.

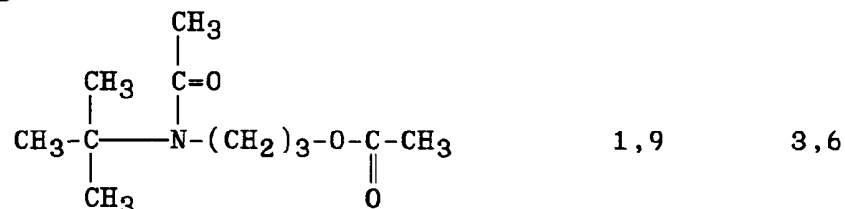
Preparat	Antall stikk etter: 0 ^h -6 ^h	7 ^h -14 ^h
----------	---	---------------------------------

Ifølge oppfinnelsen:

Fremstillings-
eksempel nr. 1

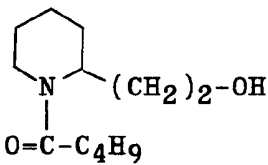
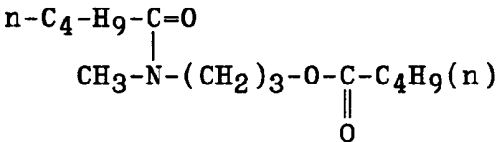
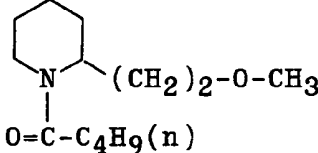
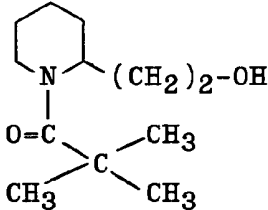
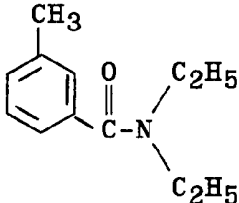


Fremstillings-
eksempel nr. 8



(forts.)

Tabell A, (forts.)

Preparat	Antall stikk etter: 0 ^h -6 ^h 7 ^h -14 ^h	
5 Fremstillings- eksempel nr. 2		
	0,1	0,6
10 Fremstillings- eksempel nr. 15		
	0,3	1,6
20 Fremstillings- eksempel nr. 3		
	0,1	3,5
25 Fremstillings- eksempel nr. 29		
	0,1	2,4
30 Kjent:	DEET	
		
35	2,4	11,6

Eksempel B

Repellentprøve på marsvin

Prøvedyr: *Culex pipiens fatigans*

5 Antall prøvedyr: ca. 1 000

Oppløsningsmiddel: etanol (99,8%)

3 vektdeler virksomt stoff opptas i 100 volumdeler oppløsningsmiddel.

10 Et marsvin, hvis rygg er blitt barbert i et område på 50 cm² fikseres i et lite bur (boks), således at bare den barberte flate av ryggen er tilgjengelig. Etter behandling av flaten med 0,4 ml virksomt stoffoppløsning, plasseres marsvinet
15 etter fordampning av oppløsningsmidlet samt boks, i et bur av dimensjoner 60 cm x 60 cm x 60 cm, som inneholder kun med sukkervann forede prøvedyr av begge kjønn.

Det iakttas over 10 minutter hvor mange mygg som stikker marsvinet.

20 Derefter tas dette ut og prøven gjentas etter 1 time. Forsøket gjennomføres maksimalt i 10 timer eller inntil virkningen opphører.

25 Ved denne prøve viser for eksempel følgende forbindelser fra fremstillingseksempelene overlegen virkning i forhold til teknikkens stand (dietyltoluamid = DEET):
(3), (8), (15), (29).

30

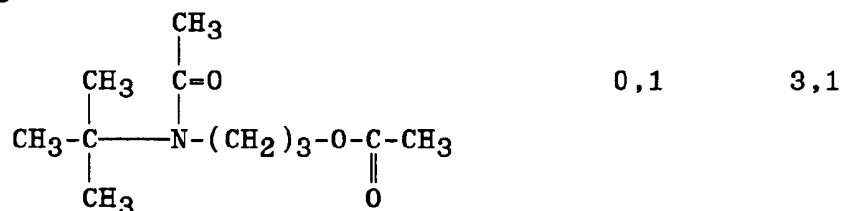
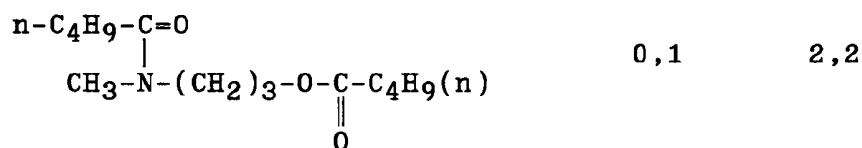
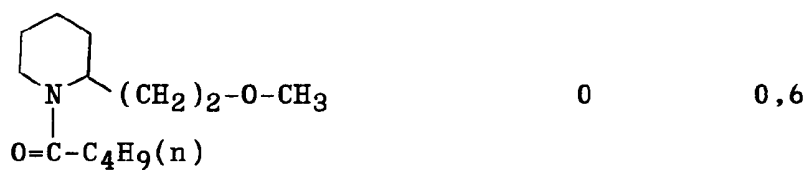
35

Tabell B

Repellentprøve på marsvin

Preparat	Antall stikk efter	
	0 ^h -6 ^h	7 ^h -10 ^h

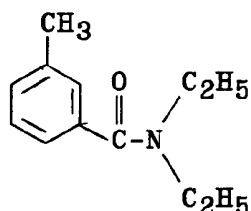
Ifølge oppfinnelsen:

Fremstillings-
eksempel nr. 8Fremstillings-
eksempel nr. 15Fremstillings-
eksempel nr. 3Fremstillings-
eksempel nr. 29

Tabell B, forts.

Kjent:

DEET



0,1

4,9

FREMSTILLINGSEKSEMPLER

Fremstillingseksempel 1

N,O-bis-acetyl-N-butyl-aminopropanol-1,3

40 g (0,3 mol) N-butyl-aminopropanol-1,3 og 100 ml trietylamin (0,72 mol) oppløses i 1 liter tetrahydrofuran og blandes ved 20°C med 50 ml acetylklorid (0,7 mol). Man oppvarmer 1 dag under tilbakeløp og frafiltrerer derefter det faste stoff. Man tilsetter metylenklorid og vasker den organiske fase vaskes med vann. Derefter tørkes den organiske fase med magnesiumsulfat, oppløsningsmidlet avdestilleres på rotasjonsfordamper og destilleres i kulerørovn (Kokepunkt_{0,6} 135-140°C). For ytterligere rensing kromatograferes stoffet over 1 kg kieselgel (elueringsmiddel: cykloheksan:aceton = 7:3).

Utbytte: 52,2 g = 81% av det teoretiske.

Fremstillingseksempel 2

1-pentanoyl-2-(2-hydroksyetyl)-piperidin

65 g (0,5 mol) 2-(2-hydroksyetyl)-piperidin og 90 ml trietylamin (0,64 mol) oppløses i 1 liter tetrahydrofuran og blandes med -20°C med 80 ml (0,67 mol) valeriansyreklorid. Man oppvarmer i 1 dag ved 20°C og fjerner derefter oppløsningsmiddel best mulig på rotasjonsfordamper, tar opp med metylenklorid, vasker med 1N NaOH-oppløsning, tørker den organiske

fase og fjerner oppløsningsmidlet destillativt på rotasjonsfordamper. For å fjerne forurensninger i form av bis-acylerte forbindelser tas det hele opp i 200 ml etanol og oppvarmes i 1 time ved 50°C med 200 ml 1N natronlut. Resten dampes igjen inn i en rotasjonsfordamper, ekstraheres med CH₂Cl₂/H₂O, den organiske fase tørkes, dampes nok en gang inn i rotasjonsfordamper og destilleres i kulerørovn (Kokepunkt_{0,2} = 165°C).

Utbytte: 65,4 = 61% av det teoretiske.

Fremstillingseksempel 3

1-pentanoyl-2-(2-metoksyetyl)-piperidin

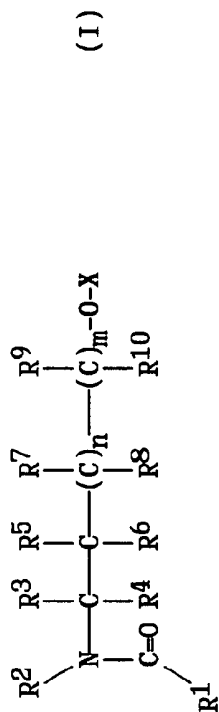
32 g (0,15 mol) 1-pentanoyl-2-(2-hydroksyetyl)-piperidin oppløses i 300 ml tetrahydrofuran og blandes ved 20°C med 5,9 g (0,197 mol) natriumhydrid (80%-ig i paraffin). Man oppvarmer i 4 timer under tilbakeløp, og tilsetter derefter 20 ml metylenjodid (0,32 mol).

Derefter oppvarmes i 8 timer under tilbakeløp, derefter blandes ved 20°C med 100 ml ammoniumkloridoppløsning, ekstraheres med metylenklorid, den organiske fase tørkes med magnesiumsulfat og innroteres. Efter kromatografisk rensing (elueringsmiddel CH₂Cl₂:i-C₃H₇OH = 1:1; kiselgel) dampes resten inn i rotasjonsfordamper og destilleres i kulerørovn (kokepunkt_{0,2} : 160°C).

Utbytte: 27,7 g = 81% av det teoretiske.

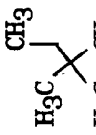
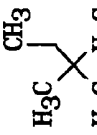
Analogt til de ovennevnte fremstillingseksempler 1 til 3 ble det de nedenfor tabellarisk oppførte ytterligere fremstillingseksempler fremstilt.

Generell formel:



Frams. eks.nr.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	R ⁹	R ¹⁰	n	m	x	Fys.data (n ²⁰ _D)	
4	C ₂ H ₅	n-C ₄ H ₉	H	H	H	H	-	-	-	-	0	0	0	COC ₂ H ₅	1,455
5	CH ₃	n-C ₄ H ₉	H	H	H	H	-	-	-	-	0	0	0	COCH ₃	1,457
6	CH ₃	n-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H	H	H	H	1	1	1	COCH ₃	1,4565
7	CH ₃	C ₂ H ₂ ₅	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4532
8	CH ₃	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4565
9	CH ₃	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4540
10	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4530
11	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H	1,4660
12	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4770
13	CH ₃	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4780
14	CH ₃	1-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃	1,4549
15	n-C ₄ H ₉	CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	CO-C ₄ H ₉ - (n)	1,4526
16	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COOC ₂ H ₅	1,4650
17	n-C ₄ H ⁹	n-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H	1,4655
18	n-C ₅ H ₁₁	n-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H	1,4649
19	C ₂ H ₅	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H	1,4960

(forts.)

Frams. eks.nr.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	R ⁹	R ¹⁰	n	m	X	Fys.data (n ²⁰ _D)
20	CH ₃	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4990
21	n-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4905
22	n-C ₄ H ₉	CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	CH ₃	1,4510
23	n-C ₅ H ₁₁	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4995
24	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	C ₂ H ₅	1,4730
25	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	n-C ₃ H ₇	1,4711
26	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	n-C ₄ H ₉	1,4713
27	n-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₃	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4854
28	CH ₃		H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	COCH ₃	1,4625
29	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4873
30	CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,4852
31	CH ₃		H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	COOC ₄ H ₉	1,4588
32	CH=CH-C ₂ H ₅	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,5159
33	C=CH-CH ₃ CH ₃	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,5034
34	CH=CH-CH ₃	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	H	1,5200

(forts.)

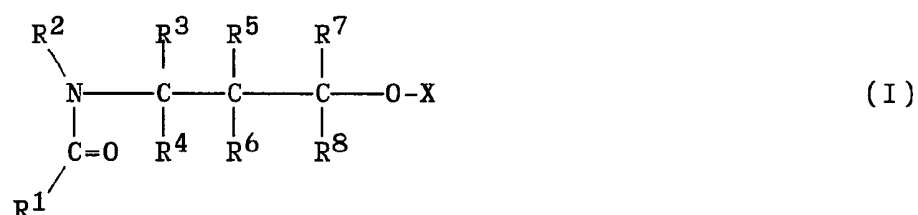
Frams. eks.nr.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	R ⁹	R ¹⁰	n	m	x	Fys.data (n _D ²⁰)
35	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H (-)-form: [α] ₃₆₅ = 127,1° (C=1,5;THF)
36	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄		H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H (+)-form: [α] ₃₆₅ = 125,0° (C=1,5;THF)
37	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COC ₄ H ₉ -t 1,4700 (n _D ²⁰)
38	C(CH ₃) ₂ C ₂ H ₅	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	1,4906 (n _D ²⁰)
39	C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄	-	H	H	H	H	H	-	-	0	0	0	COCH ₃ 1,4747 (n _D ²⁰)
40	CH ₃	CH ₂ -CH=CH-CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	COCH ₃
41	CH ₃	CH ₂ -CH=CH-CH ₃	H	H	H	H	H	H	-	-	1	0	0	H

THF = tetrahydrofuran

P a t e n t k r a v

1.

Insekt- og middfrastøtende middel, k a r a k t e r i-
s e r t v e d et innhold av minst et acylert α,ω -amino-
alkoholderivat med formel (I):



der

X betyr hydrogen, COR¹¹ eller R¹³,R¹ betyr C₁₋₇-alkyl eller C₃₋₇-alkenyl,R², R¹¹ og R¹³ er like eller forskjellige og betyr C₁₋₆-alkyl,R³-R⁸ er like eller forskjellige og betyr hydrogen eller

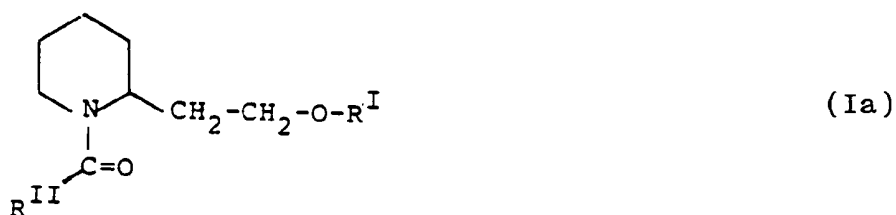
C₁₋₆-alkyl, hvorved R² og R³ sammen med atomene hvortil
de er bundet kan danne en 5- eller 6-leddet monocyklisk
ring.

2.

Anvendelse av acylerte α,ω -aminoalkoholderivater med formel
(I) for bekjempelse av insekter og/eller midd.

3.

Acylerte α,ω -aminoalkoholderivater, k a r a k t e r i-
s e r t v e d formelen:



der

R^I betyr hydrogen, COR^{11} eller R^{13} ,

idet R^{11} og R^{13} er like eller forskjellige, og betyr

C_{1-6} -alkyl, og

5 R^{II} betyr C_{2-6} -alkyl eller C_{3-6} -alkenyl.

4.

Acylerte α,ω -aminoalkoholderivater med formel (Ia) ifølge
krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d a t

10 R^I betyr hydrogen eller resten R^{13} , der R^{13} betyr

C_{1-6} -alkyl, og

R^{II} betyr C_{2-6} -alkyl eller C_{3-6} -alkenyl.

15

20

25

30

35