



[12] 发明专利申请公开说明书

[11] CN 87 1 00628 A

CN 87 1 00628 A

[43] 公开日 1988年3月2日

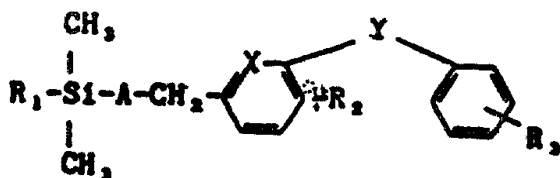
[21] 申请号 87 1 00628
 [22] 申请日 87.2.11
 [30] 优先权
 (32)86.8.19 (33)JP (31)194730/86
 (32)86.12.6 (33)JP (31)PCT/620/86
 [71] 申请人 大日本除虫菊株式会社
 地址 日本大阪
 [72] 发明人 胜田纯郎 广部肇 南手良裕

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
 代理部
 代理人 张元忠 王 杰

[54] 发明名称 有机硅化合物的生产方法和以其为活性成分的杀虫剂和杀螨剂

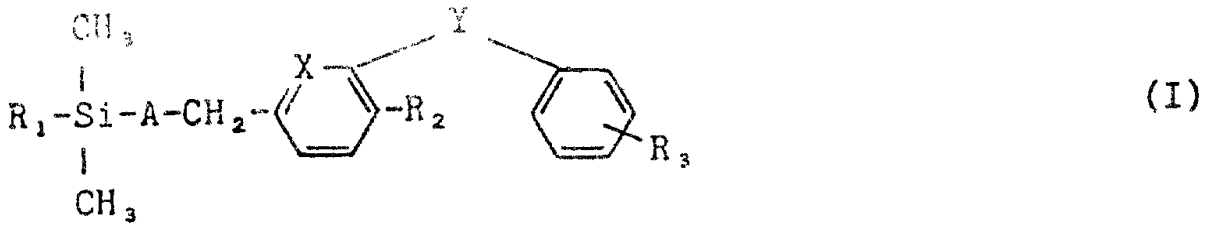
[57] 摘要

本发明涉及通式(I)所示的一类新有机硅化合物及其生产方法,含这种有机硅化合物(作为活性成分)与稀释剂,载体和 / 或助剂(例如昆虫生长调节剂)的杀虫剂和杀螨剂。



881A01183 / 20_106

一类以通式 (I) 代表的有机硅化合物,

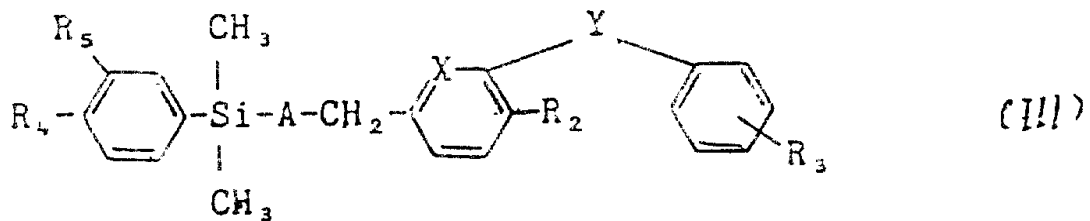


其中 A 代表 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 基, $-\text{CH}=\text{CH}-$ 基或 $-\text{CH}_2-\text{O}-$ 基; R_1 代表甲基或以通式 (II) 表示的基团:



(式中 R_4 和 R_5 可以相同或不同, 各自代表氢原子、卤原子、1-4 个碳原子的烷基、1-3 个碳原子的烷氧基、1-2 个碳原子的卤代烷基或 1-2 个碳原子的卤代烷氧基, R_4 和 R_5 可以结合在一起形成一个亚甲基二氧基); X 代表氮原子或次甲基; Y 代表氧原子, 亚甲基, 氨基, 甲氨基, 甲酰氨基或羰基; R_2 代表氢原子或氟原子, R_3 代表氢原子, 卤原子或甲基。

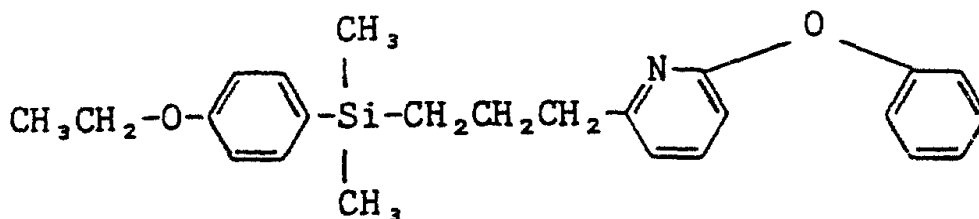
2. 权利要求 1 规定的有机硅化合物, 是通式 (III) 所表示的化合物,



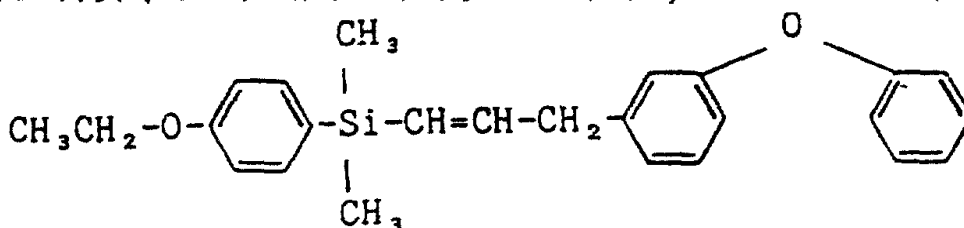
其中 A 代表 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 基, $-\text{CH}=\text{CH}-$ 基或 $-\text{CH}_2-\text{O}-$ 基; R_4 和 R_5 可以相同或不同, 各自代表氢原子, 卤原子、1-4 个碳原子的烷基、1-3 个碳原子的烷氧基, 1-2 个碳原子的卤代烷基或 1-2 个碳原子的卤代烷氧基, R_4 和 R_5 可以连在一起形成一个亚甲基二氧基; X 代表氮原子或次甲基; Y 代表氧原子, 亚甲基, 氨基, 甲氨基, 甲酰氨基或羰基; R_2

代表氢原子或氟原子；R₃ 代表氢原子，卤原子或甲基。

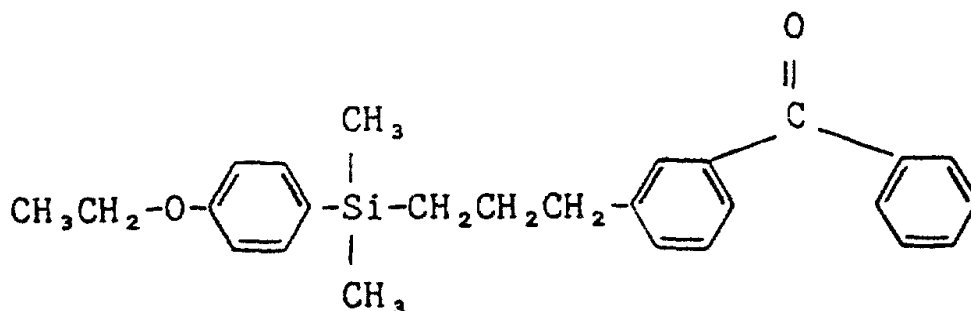
3. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学所表示的化合物。



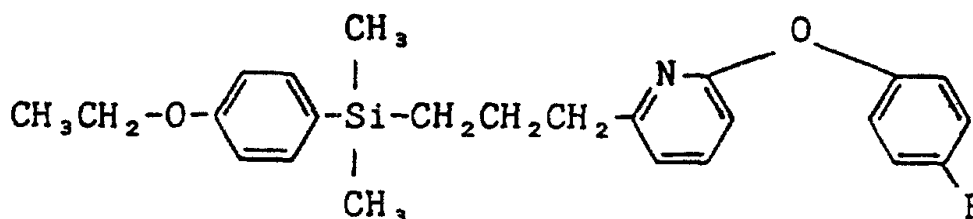
4. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学式所表示的化合物。



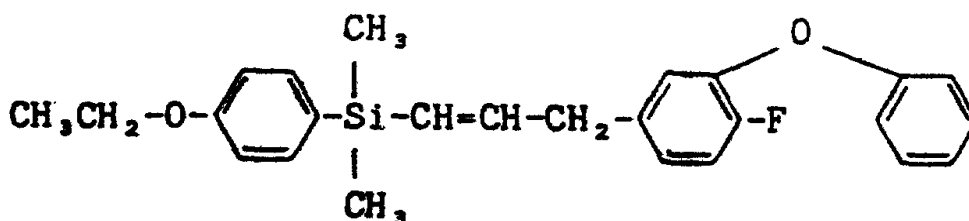
5. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学式所表示的化合物。



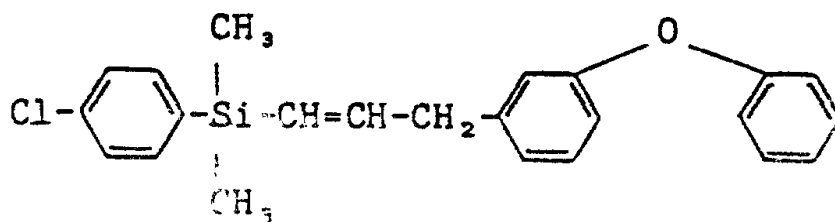
6. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学式所表示的化合物。



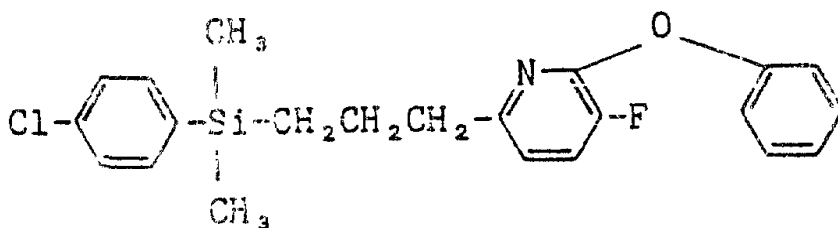
7. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学式所表示的化合物。



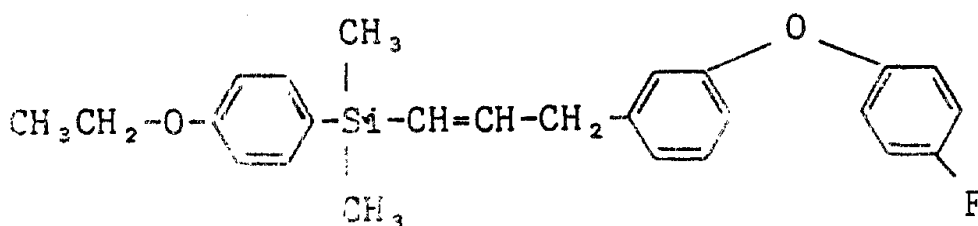
8. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物，是下面化学式所表示的化合物。



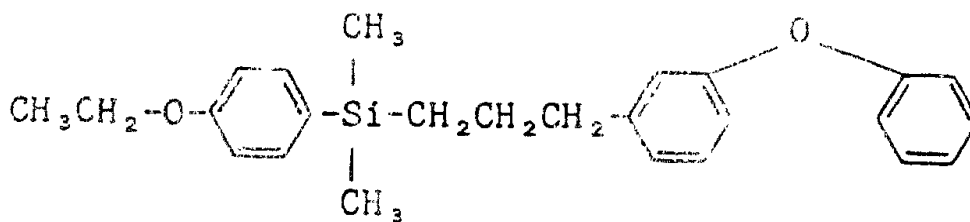
9. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



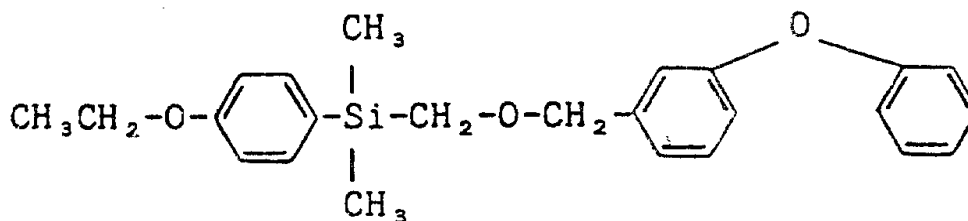
10. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



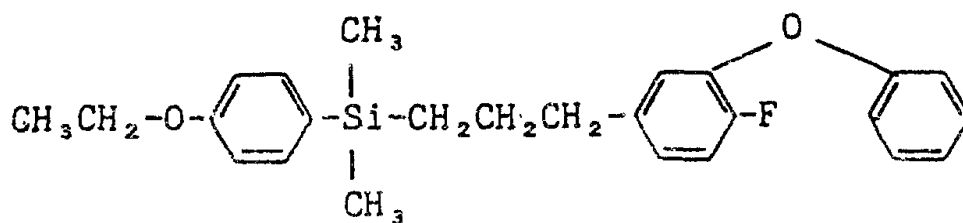
11. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



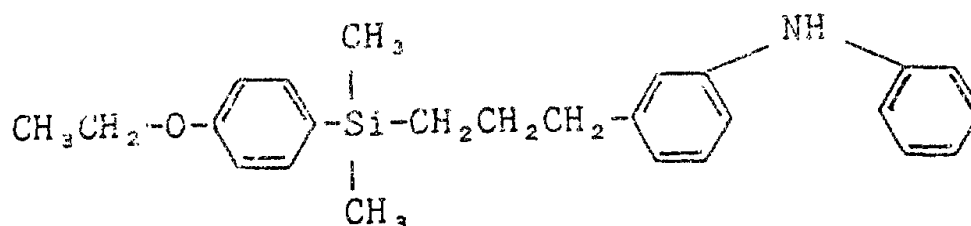
12. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



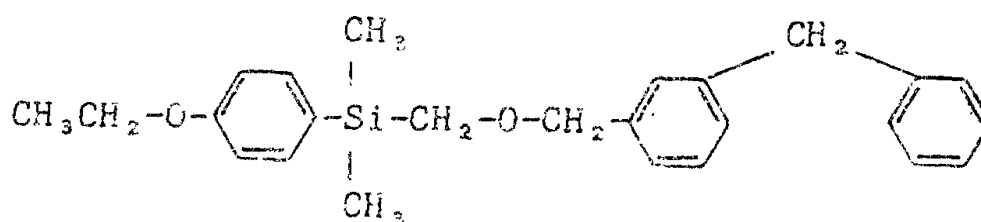
13. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



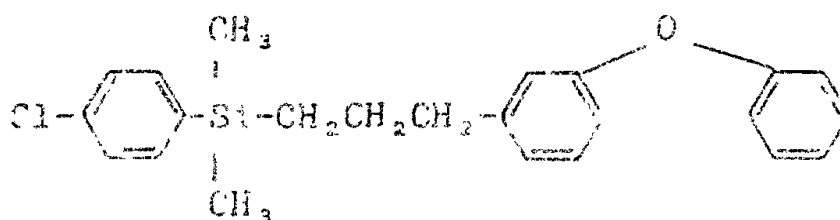
14. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



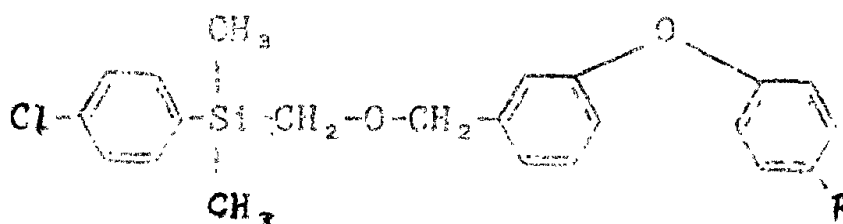
15. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



16. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



17. 权利要求1 或2 规定的有机硅化合物, 是下面化学式所表示的化合物。



18. 通式(1)所示的有机硅化合物的生产方法,

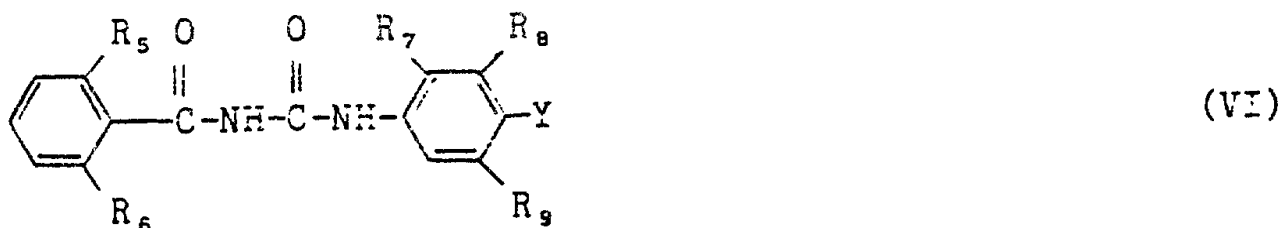
表甲基或下面通式(II)表示的基团:



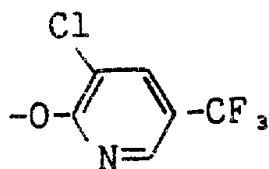
(式中 R_4 和 R_5 可以相同或不同, 各自代表氢原子、卤原子、1-4 个碳原子的烷基、1-3 个碳原子的烷氧基、1-2 个碳原子的卤代烷基或 1-2 个碳原子的卤代烷氧基, R_4 和 R_5 可以连在一起代表亚甲基二氧基); X 代表氮原子或次甲基; Y 代表氧原子, 亚甲基, 氨基, 甲氨基, 甲酰氨基或者羰基; R_2 代表氢原子或氟原子; R_3 代表氢原子, 卤原子或甲基。

20. 权利要求19规定的杀虫剂和杀螨剂, 其中所说的助剂是昆虫生长调节剂。

21. 权利要求19或20规定的杀虫剂和杀螨剂, 其中所说的昆虫生长调节是下面通式(VI)表示的几丁质抑制剂,

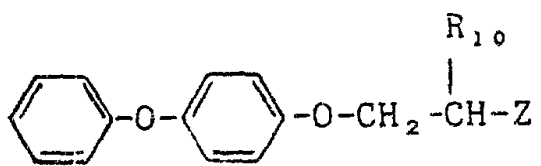


式中 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 和 R_9 各自代表氢原子、氟原子和氯原子, Y 代表氟原子、氯原子、三氟甲基、三氟甲氧基、四氟乙氧基或

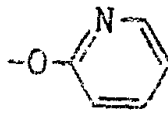


基团。

22. 权利要求19或20规定的杀虫剂和杀螨剂, 其中昆虫生长调节剂是蒙五一二, 蒙五一五或下面通式(VII)表示的保幼激素类化合物,



(VII)

式(7) R₁₀ 代表氢原子或甲基, Z 代表如下基团: 

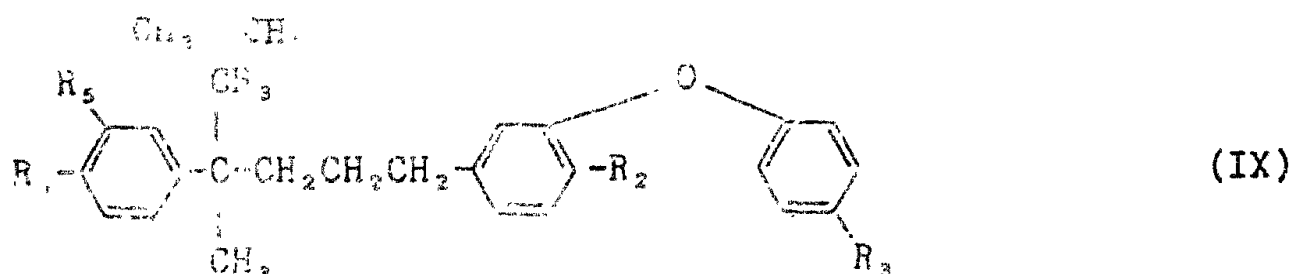
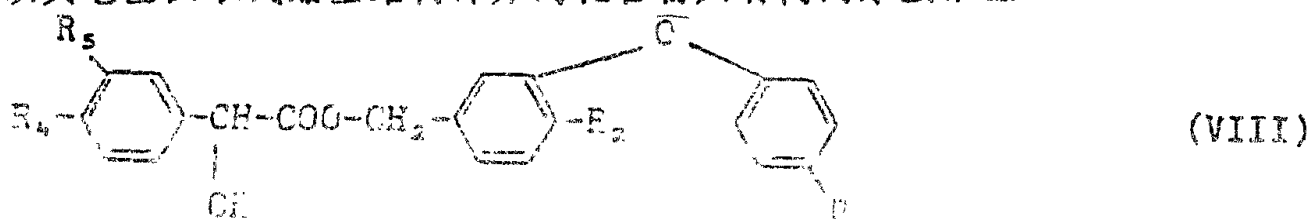
$\text{-NH-C(=O)-OCH}_2\text{CH}_3$ 或 $\text{-O-N(=C(H)-CH}_2\text{CH}_3$

有机硅化合物的生产方法和以其作
活性成分的杀虫剂和杀螨剂

本发明涉及新的有机硅化合物，这类有机硅化合物有高的杀虫和杀螨活性而对温血动物低毒，涉及这类化合物的生产方法，涉及以这类化合物作活性成分的杀虫剂和杀螨剂。

通过改进一种天然的杀虫组份—除虫菊酯的化学结构，形成除虫菊酯类似物的研究，正在广泛地进行。

业已发现下面通式 (VIII) 代表的化合物和以下面通式 (IX) 代表的，以其它基团取代酯基结构部分的化合物具有高的杀虫活性。

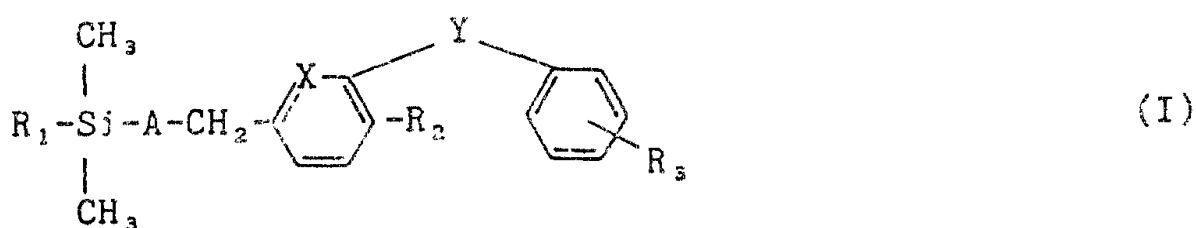


〔 (VIII) 式中 R_2 , R_3 , R_4 和 R_5 的含义与后面所给通式 (I) 中的含义相同。
〕 (IX) 式中, R_2 、 R_3 、 R_4 和 R_5 的含义与后面所给通式 (I) 中的含义相同〕 (见日本专利公开 No.201737/1983)。

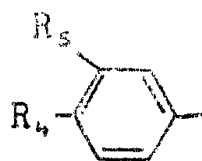
这些化合物正广泛地发展为取代传统的有机磷杀虫剂和氨基甲酸酯杀虫剂的一类新杀虫剂。不过，这类杀虫剂仍然有合成除虫菊酯所固有的某些缺点，例如，抗药性问题，内吸作用差和鱼毒高，特别是通式 (VIII) 代表的化合物以上缺点尤为明显。这些缺点还没有完全被克服。

在寻找更有用的杀虫和杀螨成分方面，本发明者进行了广泛的研究，最终发现，如果把硅原子引入这些化合物中，取代主链中的碳原子，上述缺点大部分可被克服，所得化合物的杀虫活性被提高而对温血动物的毒性降低。基于这些发现完成了本发明。引入硅原子后为什么会产生这样的效果原因还不清楚。估计，这一效果可能归因于原子外层中空着的第3轨道。

本发明的有机硅化合物以下面通式 (I) 表示，



式中 A 代表 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ； R_1 代表甲基或下面通式 (II) 表示的基团，



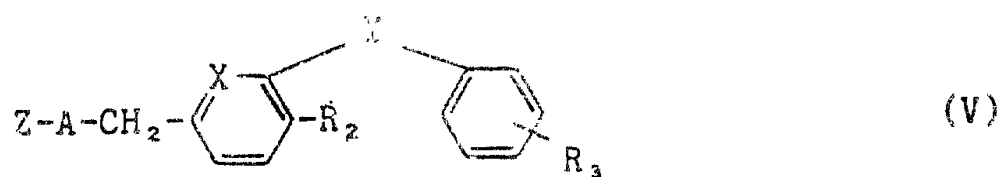
(式中 R_4 和 R_5 可以相同或不同，各自代表氢原子，卤原子，1-4个碳原子的烷基，1-3个碳原子的烷氧基，1-2个碳原子的卤烷基或1-2个碳原子的卤烷氧基； R_4 和 R_5 连在一起可以形成一个亚甲基二氧基)，X代表氮原子或者次亚甲基，Y代表氧原子，亚甲基，氨基，甲氨基，甲酰氨基或羰基， R_2 代表氢原子或氟原子，和 R_3 代表氢原子，卤原子或甲基。

上面通式 (I) 所表示的化合物可以通过下面通式 (IV) 表示的有机硅化合物与通式 (V) 表示的化合物反应来制备：



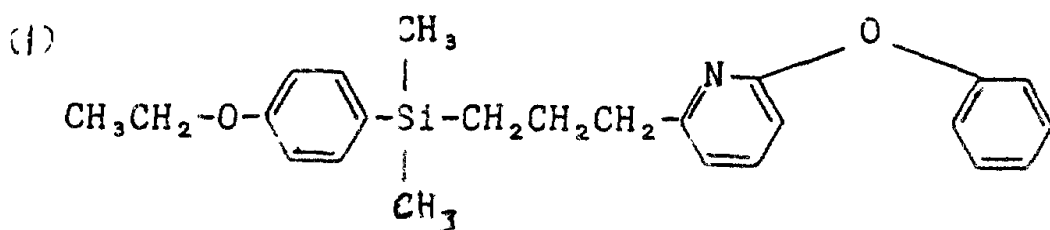
式中 R_1 的含义与通式 (I) 中的含义相同，M代表氯原子或 Li, Na 和 K

这样的金属原子。

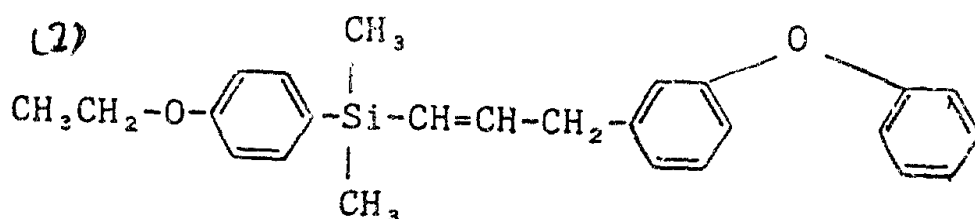


式中 A, X, Y, R₂ 和 R₃ 的含义与通式 (I) 中的相同, Z 代表卤原子或具有反应活性的衍生物。

反应在适宜的溶剂中进行, 如果必要, 在催化剂存在下加热。在上面通式中, 当 A 为 - CH= CH- 基时, 由于双键而有几何异构体存在。本发明包括了各种异构体和异构体的混合物。下面是通式 (I) 表示的混合物的典型例子。本发明的范围不限于这些化合物。

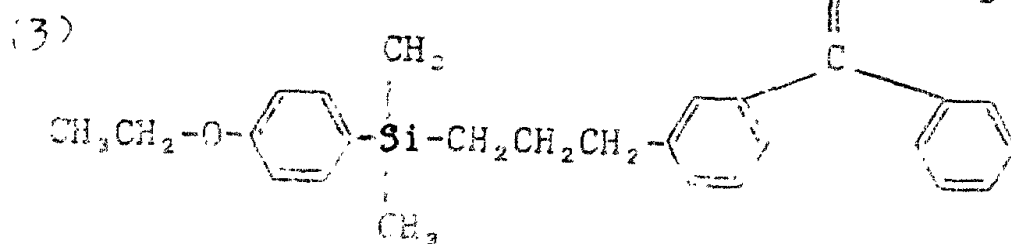


二甲基(4-乙氧基苯基) [3-(2-苯氧基(6-吡啶基)丙基)] 硅烷
 n_D^{20} 1.5684



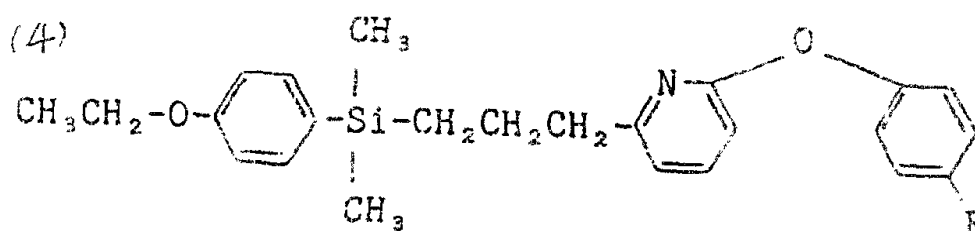
二甲基(4-乙氧基苯基) [3-(2-苯氧基)-1-丙烯基] 硅烷

n_D^{20} 1.5667



二甲基(4-乙氧基苯基) [3-(3-苯甲酰基苯基)丙基] 硅烷

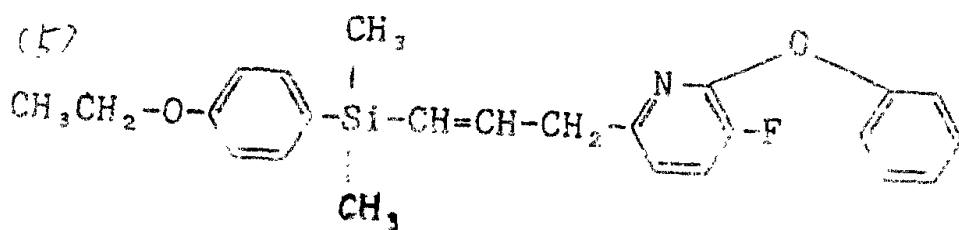
n_D^{20} 1.5681



二甲基(4-乙氧基苯基) [3- [2-(4-氟苯氧基)-6-吡啶基-] 丙基]

硅烷

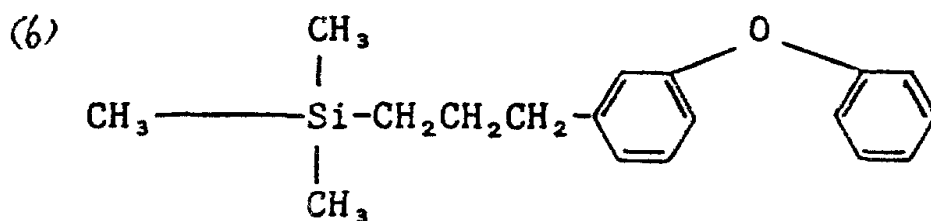
n_D^{20} 1.5675



二甲基(4-乙氧基苯基)[3-(3-苯氧基-4-氟苯基)-1-丙烯基] 硅烷

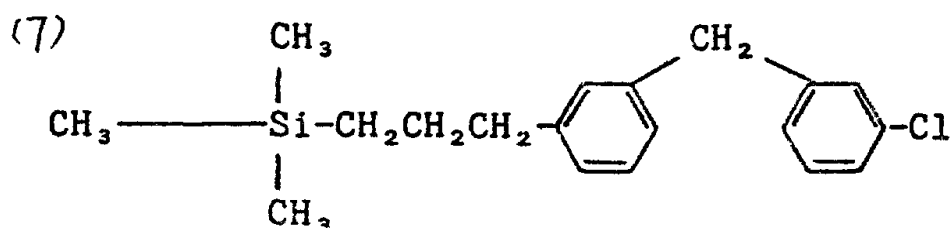
硅烷

n_D^{20} 1.5663



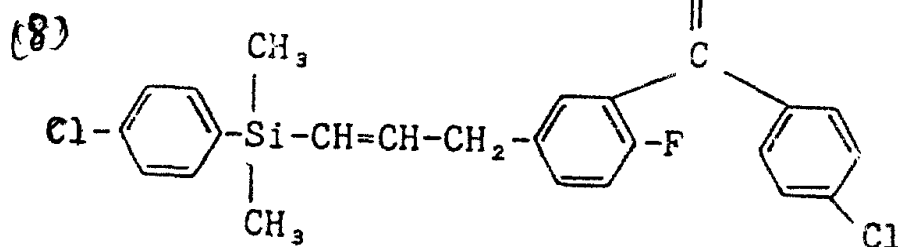
三甲基[3-(3-苯氧基苯基)4丙基] 硅烷

n_D^{20} 1.5549



三甲基{3-[3-(3-氯苄基)苯基]丙基} 硅烷

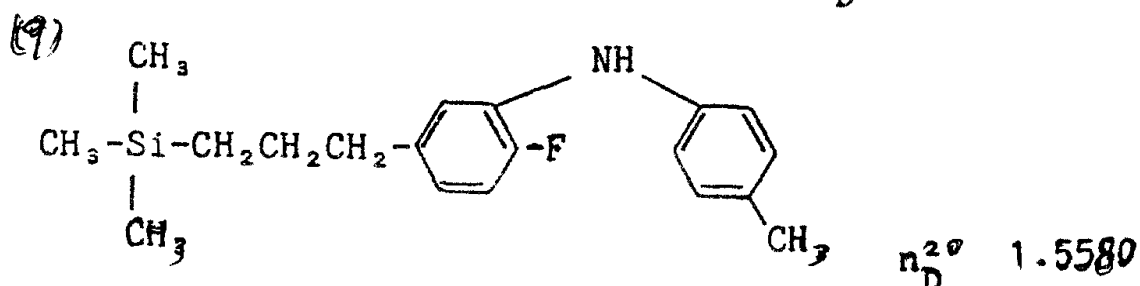
n_D^{20} 1.5571



二甲基(4-氟苯基){3-[3-(4-氯苯甲酰基)-4-氟苯基]

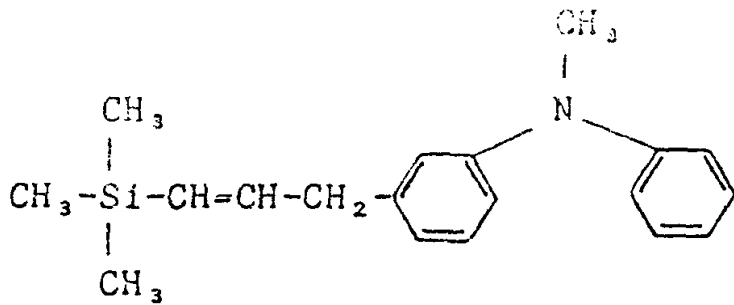
-1-丙烯基} 硅烷

n_D^{20} 1.5649

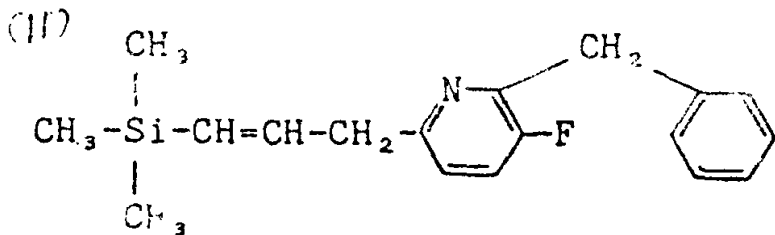


三甲基{3-[3-(4-甲基苯胺基)-4-氟苯基]丙基} 硅烷

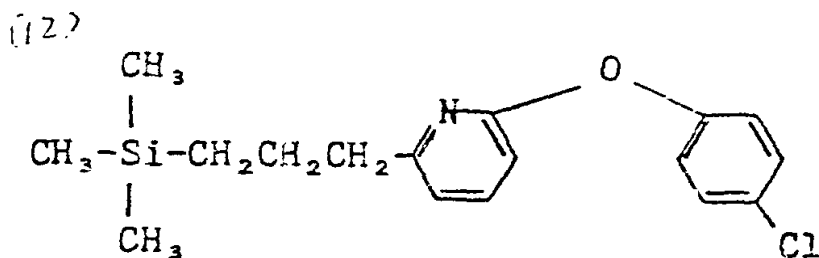
n_D^{20} 1.5580



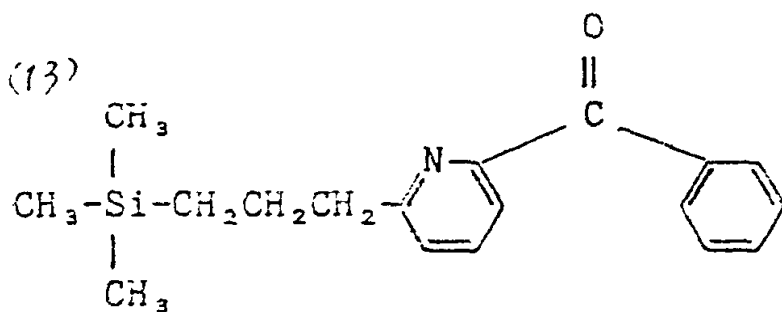
三甲基[3- [3-(N- 甲基苯胺基) 苯基] -1- 丙烯基] 硅烷
 n_D^{20} 1.5564



三甲基[3-(2-苄基-3- 氟-6- 吡啶基)-1-丙烯基] 硅烷
 n_D^{20} 1.5558

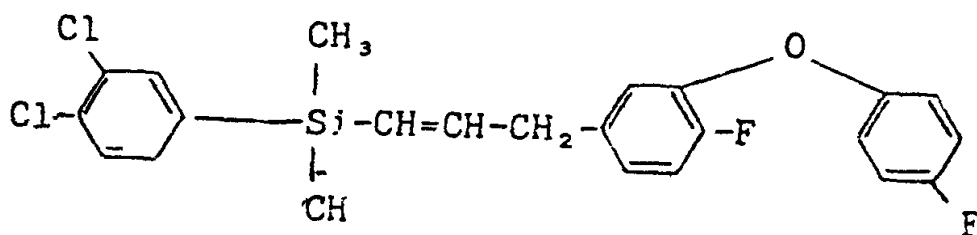


三甲基[3- [2-(4-氯苯氧基)-6-吡啶基] 丙基] 硅烷
 n_D^{20} 1.5603

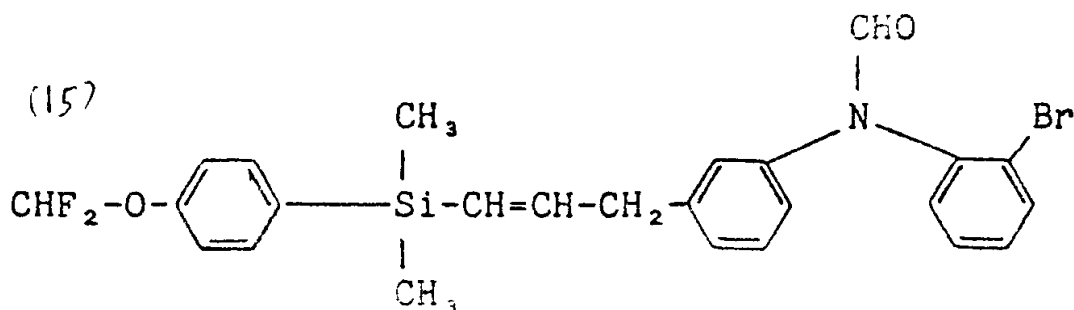


三甲基[3-(2-苯甲酰基-6- 吡啶基) 硅烷

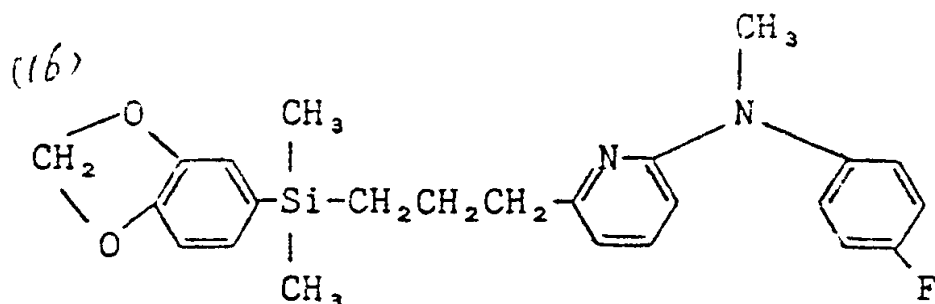
(14) n_D^{20} 1.5570



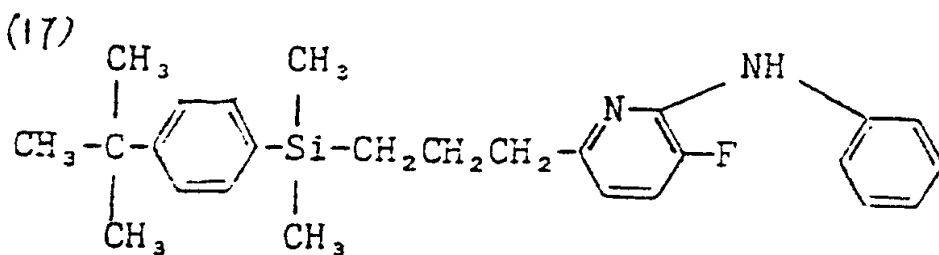
二甲基(3,4-二氯苯基){3-[3-(4-氟苯氧基)-4-氟苯基]-1-丙烯基}硅烷 n_D^{20} 1.5642



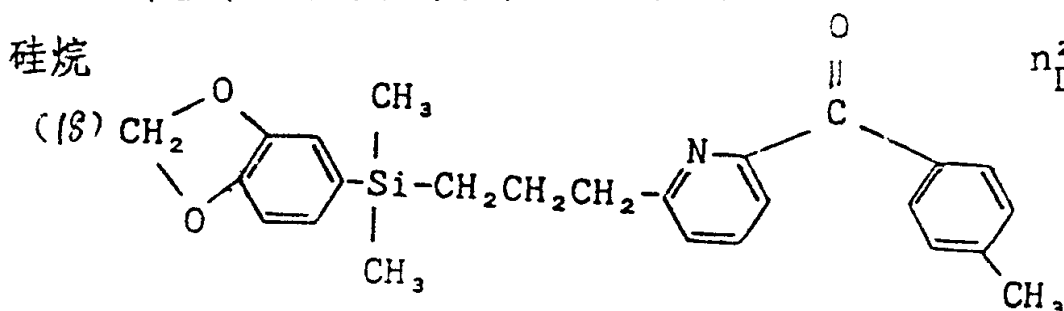
二甲基(4-二氟甲氧基苯基){3-[3-(N-甲酰基-2-溴苯胺基)苯基]-1-丙烯基}硅烷 n_D^{20} 1.5681



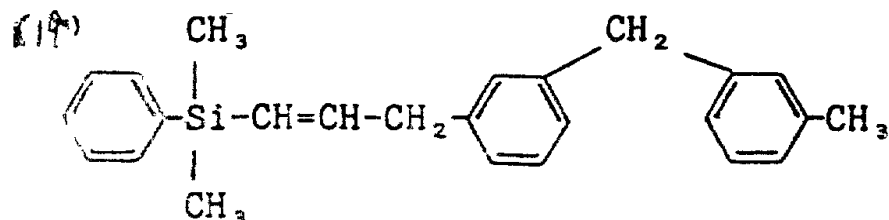
二甲基(3,4-亚甲基二氧苯基){3-[2-(N-甲基-4-氟苯胺基)-6-吡啶基]丙基}硅烷 n_D^{20} 1.5720



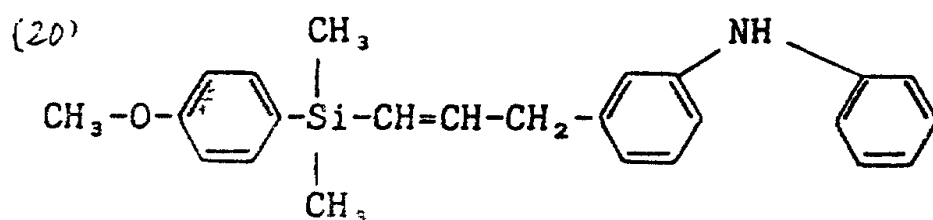
二甲基(4-叔丁基苯基)[3-(2-苯胺基-3-氟-6-吡啶基)丙基]硅烷 n_D^{20} 1.5734



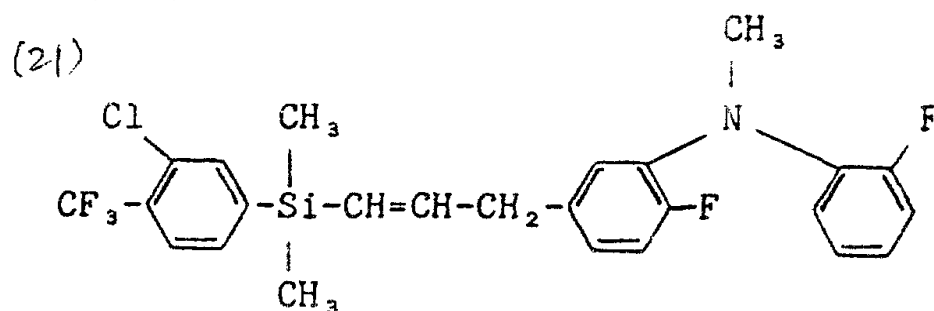
二甲基(3,4-亚甲基二氧苯基){3-[2-(4-甲基苯甲酰基)-6-吡啶基]丙基硅烷 n_D^{20} 1.5704



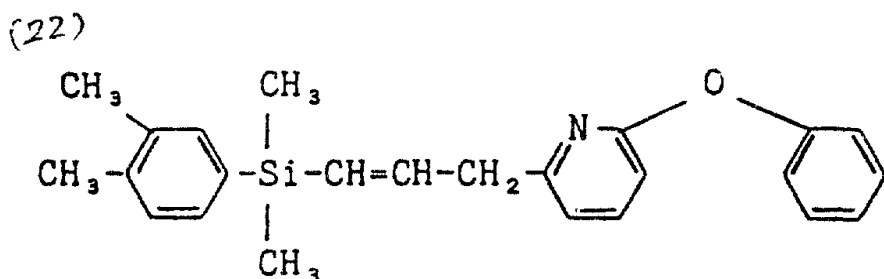
二甲基苯基{3-[3-(3-甲基苄基)苯基]-1-丙烯基]硅烷 n_D^{20} 1.5655



二甲基(4-甲氧基苯基)[3-(3-苯胺基苯基)-1-丙烯基]硅烷 n_D^{20} 1.5670

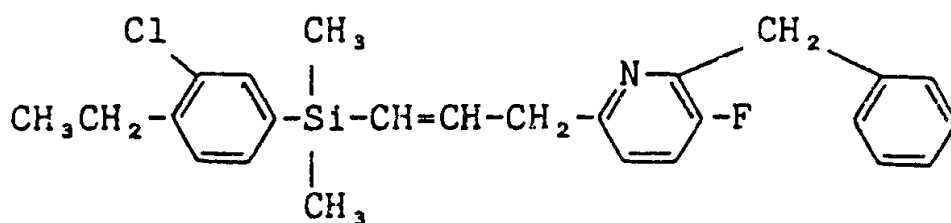


二甲基(3-氯-4-三氟甲基苯基){3-[3-(N-甲基-2-氟苯胺基)-4-氟苯基]-1-丙烯基]硅烷 n_D^{20} 1.5729



二甲基(3,4-二甲基苯基)[3-(2-苯基-6-吡啶基)-1-丙烯基]硅烷 n_D^{20} 1.5674

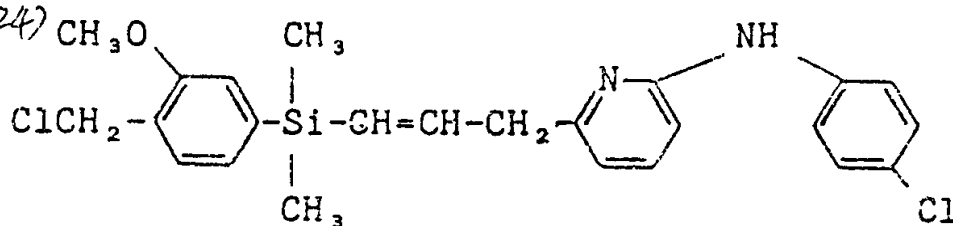
(23)



二甲基(3-氯-4-乙基苯基)[3-(苄基-3-氟-6-吡啶基)-1-丙烯基]硅烷

n_D^{20} 1.5723

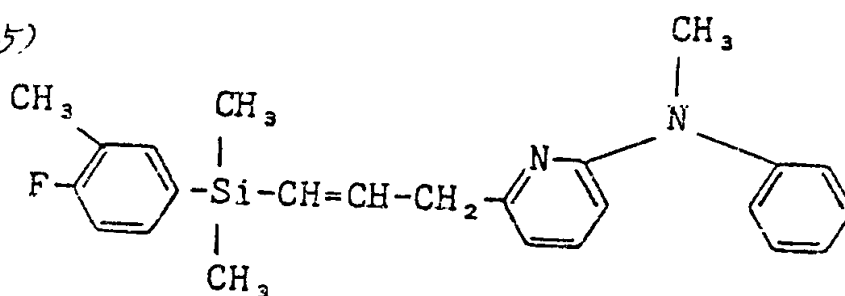
(24)



二甲基(3-甲氧基-4-氯苯基){3-[2-(4-氯苯胺基)-6-吡啶基]-1-丙烯基}硅烷

n_D^{20} 1.5786

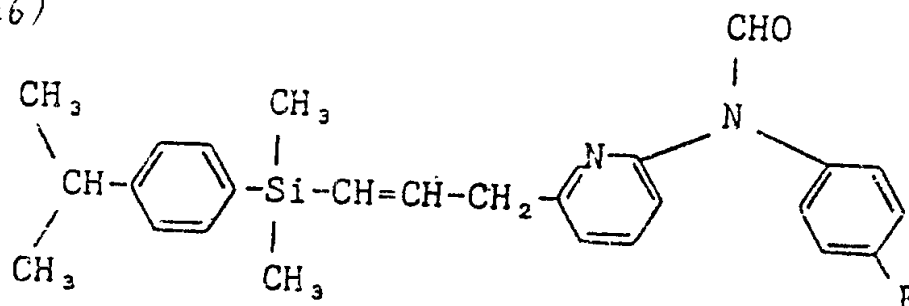
(25)



二甲基(3-甲基-4-氟苯基){3-[2-(N-甲基苄胺基)-6-吡啶基]-1-丙烯基}硅烷

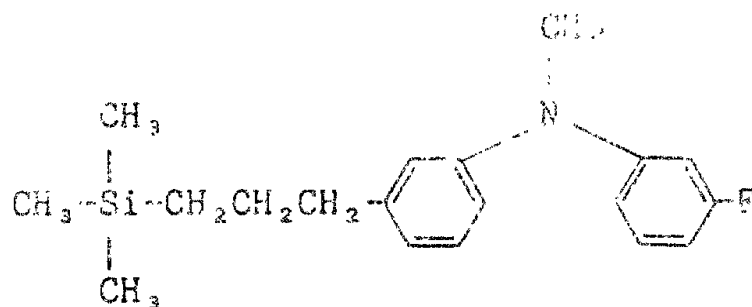
n_D^{20} 1.5790

(26)



二甲基(4-异丙基苯基){3-[2-(N-甲酰基-4-氟苯胺基)-6-吡啶基]-1-丙烯基}硅烷

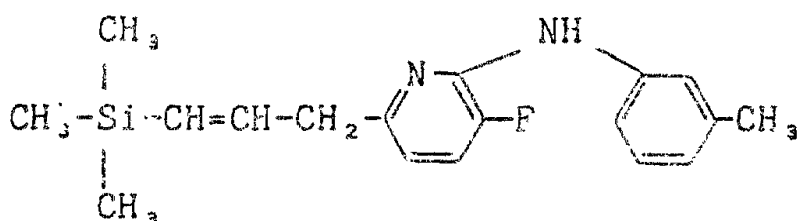
n_D^{20} 1.5788



三甲基{3- [3-(N- 甲酰基-3- 氟苯胺基) 苯基] 丙基} 硅烷

(28)

n_D^{20} 1.5563

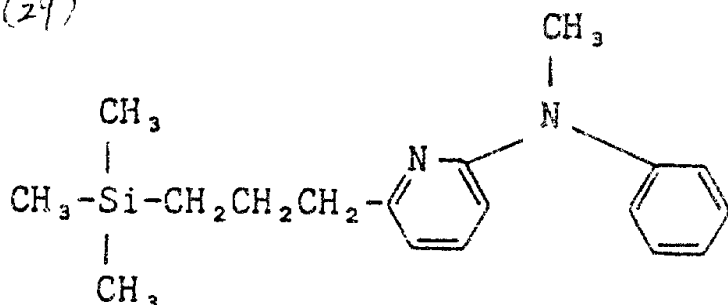


三甲基{3- [2-(3-甲基苯胺基)-3-氟-6- 吡啶基] -1- 丙烯基}

硅烷

n_D^{20} 1.5595

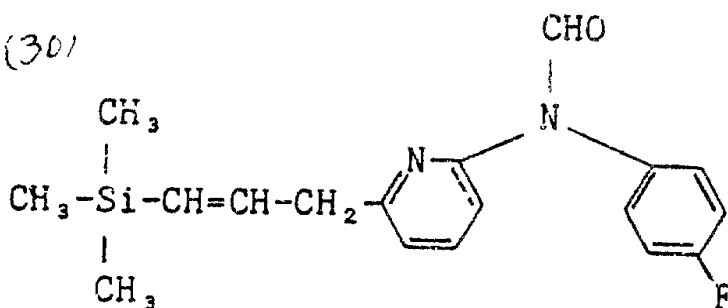
(29)



三甲基{3- [2-(N- 甲基苯胺基)-6-吡啶基] 丙基} 硅烷

(30)

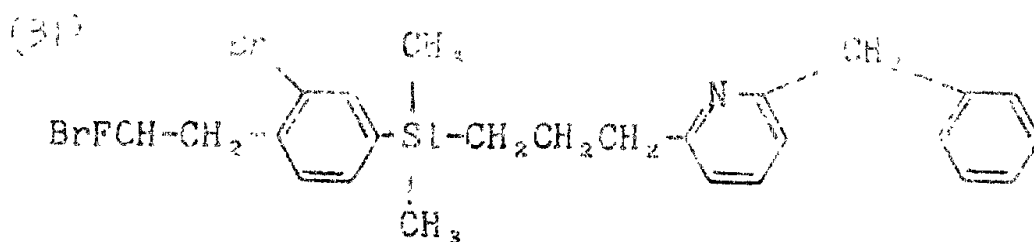
n_D^{20} 1.5581



三甲基{3- [2-(N- 甲酰基-4- 氟苯胺基) -6- 吡啶基] -1

- 丙烯基} 硅烷

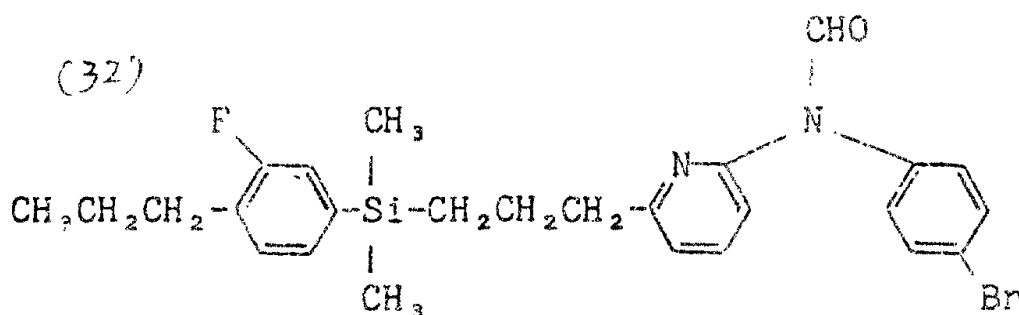
n_D^{20} 1.5575



二甲基(3-溴-4-溴乙基苯基)[3-(2-苄基-6-吡啶基)丙基]丙基

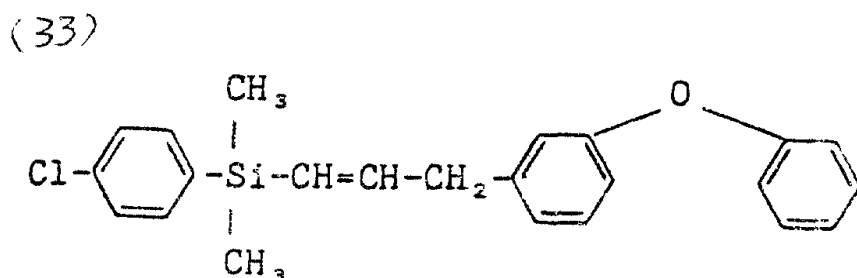
硅烷

n_D^{20} 1.5779



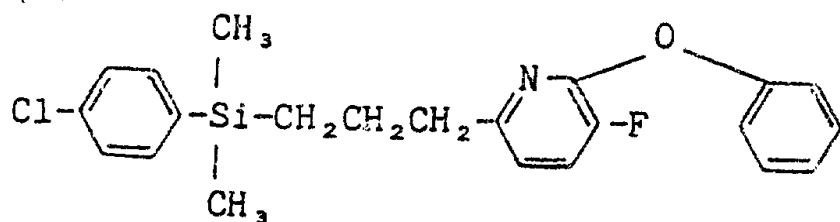
二甲基(3-氟-4-丙基苯基){3-[2-(N-甲酰基-4-溴苯胺基)-6-吡啶基]丙基}硅烷

n_D^{20} 1.5802



二甲基(4-氯苯基)[3-(3-苯氧基苯基)-1-丙烯基]硅烷

n_D^{20} 1.5743

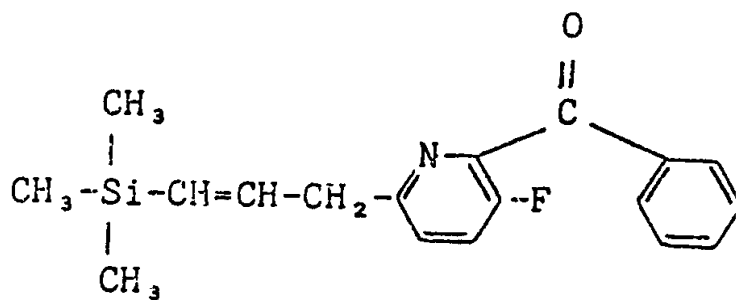


二甲基(4-氯苯基)[3-(2-苯氧基-3-氟-6-吡啶基)-丙基]

硅烷

n_D^{20} 1.5760

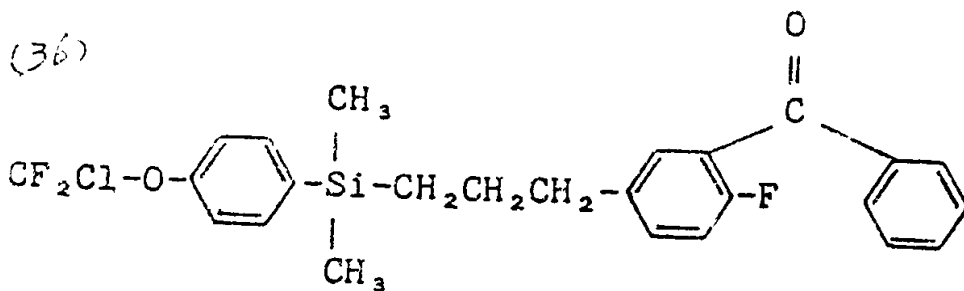
(35)



三甲基 [3-(2- 苯甲酰基-3- 氟-6- 吡啶基)-1-丙烯基] 硅烷

n_D^{20} 1.5585

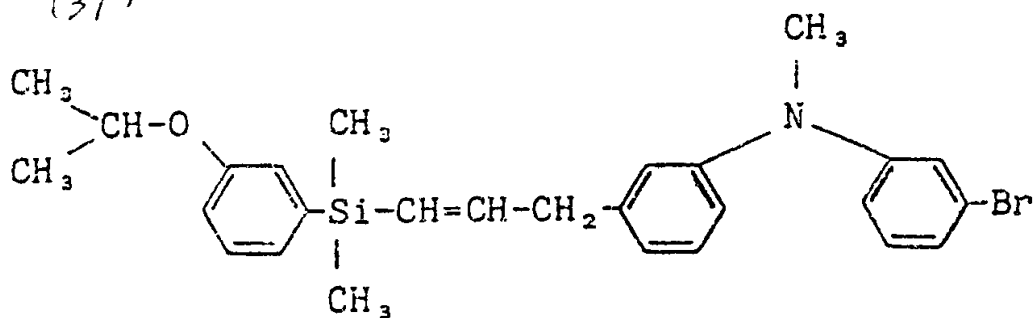
(36)



二甲基(4- 二氯氧甲氧基苯基) [3-(3-苯甲酰基-4- 氟苯基) 丙基] 硅烷

n_D^{20} 1.5653

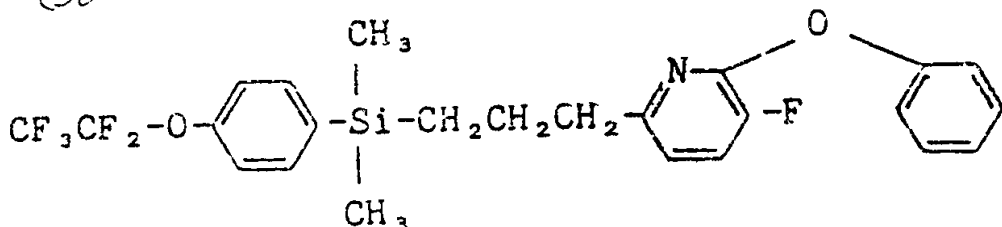
(37)



二甲基(3- 异丙氧基苯基)[3-[3-(N- 甲基-3- 溴苯胺基) 苯基] -1- 丙烯基] 硅烷

n_D^{20} 1.5764

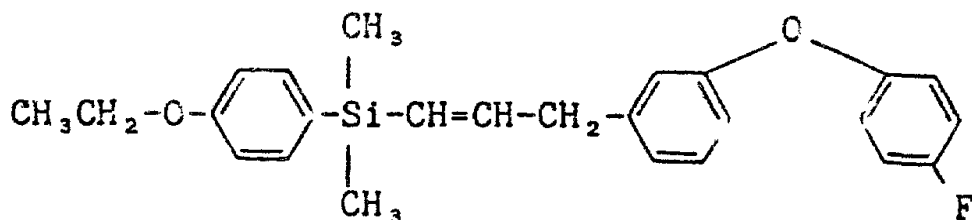
(38)



二甲基(4- 五氟乙氧基苯基) [3-(2-苯氧基-3- 氟-6- 吡啶基) 丙基] 硅烷

n_D^{20} 1.5697

(39)

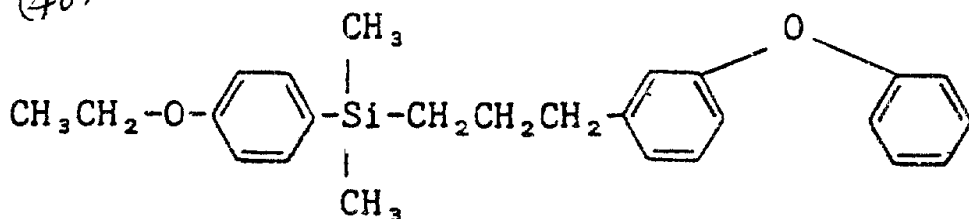


二甲基(4-乙氧苯基)[3-[3-(4-氟苯氧基)苯基]-1-丙烯基]

硅烷

n_D^{20} 1.5669

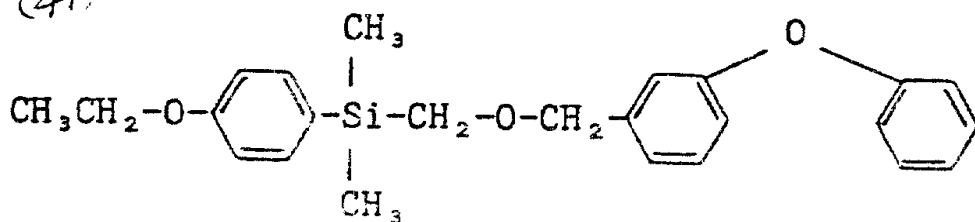
(40)



二甲基(4-乙氧苯基)[3-(3-苯氧基)苯基丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5641

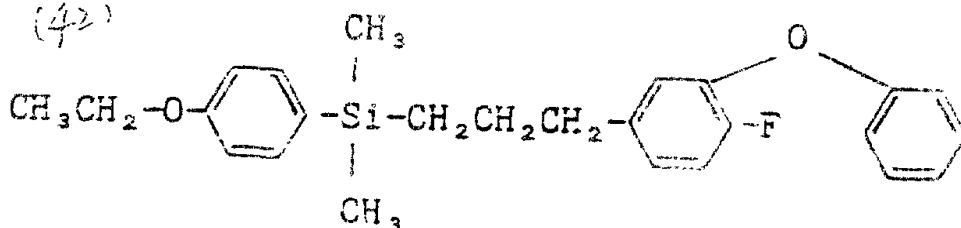
(41)



二甲基(4-乙氧苯基)(3-苯氧基甲氧基甲基)硅烷

n_D^{20} 1.5653

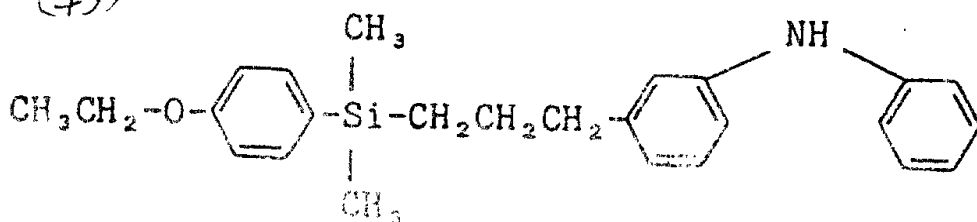
(42)



二甲基(4-乙氧基苯基)[3-(3-苯氧基-4-氟)苯基丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5638

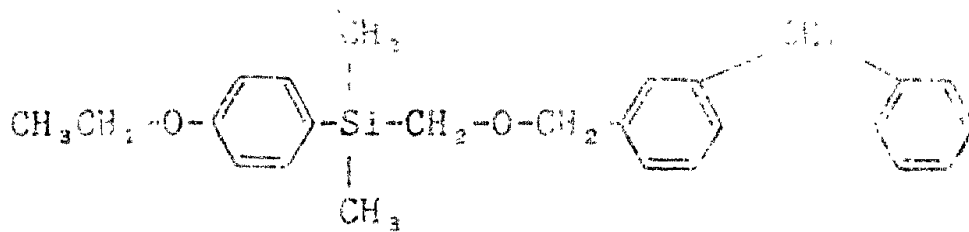
(43)



二甲基(4-乙氧基苯基)[3-(3-苯胺基)苯基丙基]硅烷

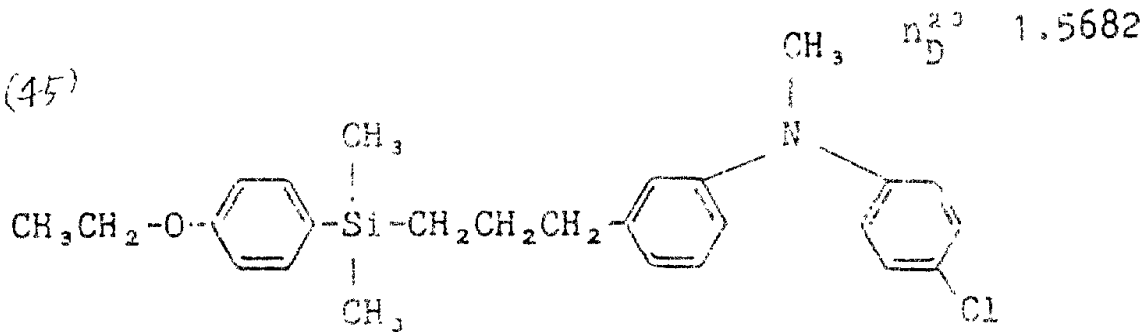
n_D^{20} 1.5690

(44)



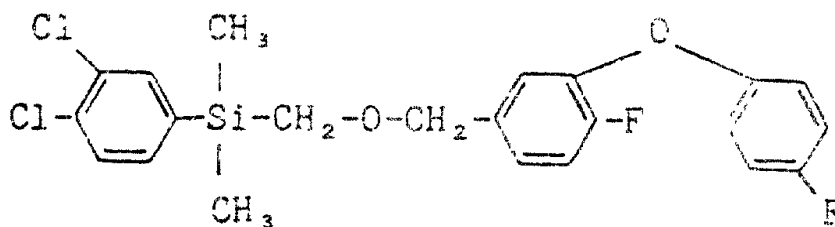
二甲基(4-乙氧基苯基)(3-苄基-苄氧基甲基)硅烷

(45)



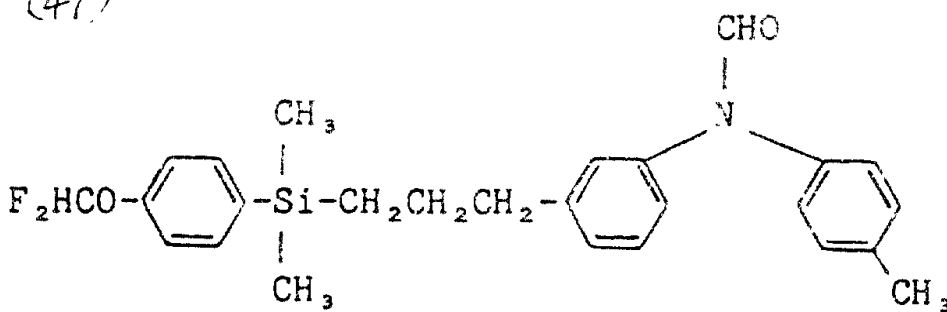
二甲基(4-乙氧基苯基){3-[3-(N-甲基-4-氯苯胺基)苯基]丙基}硅烷

(46)



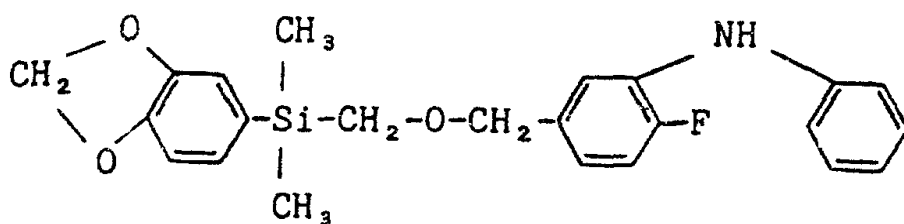
二甲基(3,4-二氯苯基)[3-(4-氟苯氧基)-4-氟苄氧基甲基]硅烷

(47)



二甲基(4-二氟甲氧基苯基){3-[3-(N-甲酰基-4-甲基苯胺基)苯基]丙基}硅烷

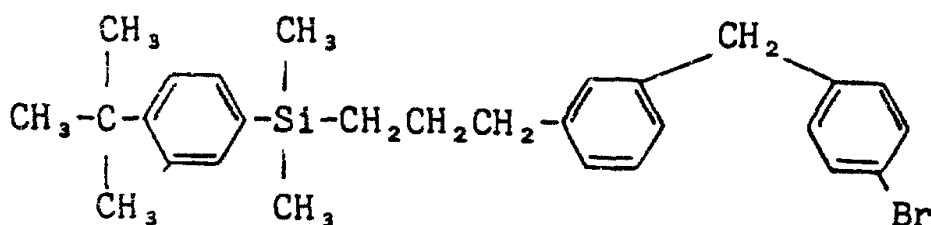
(48)



二甲基(3,4-亚甲基二氧苯基)(3-苯胺基-4-氟苄氧基甲基)硅烷

(49)

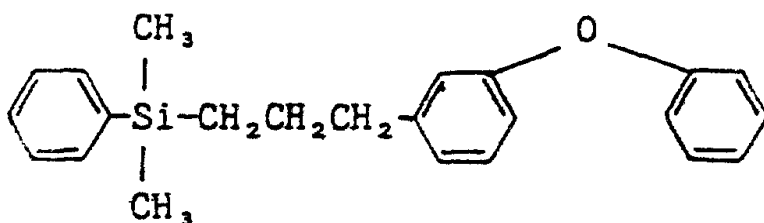
n_D^{20} 1.5790



二甲基(4-叔丁基苯基)[3-(4-溴苄基)苯基]丙基硅烷

(50)

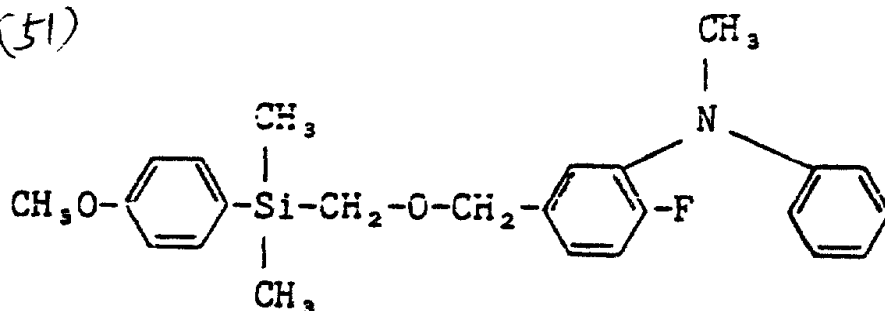
n_D^{20} 1.5765



二甲基苯基[3-(3-苯氧基)苯基丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5477

(51)

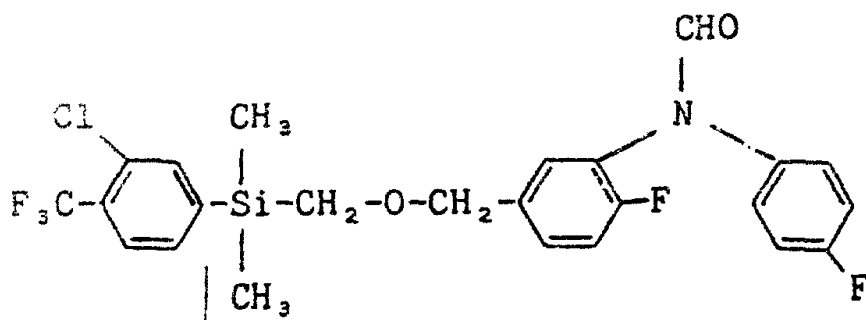


二甲基(4-甲氧基苯基)[3-(N-甲基苯胺基)-4-氟苄氧基甲基]

硅烷

n_D^{20} 1.5692

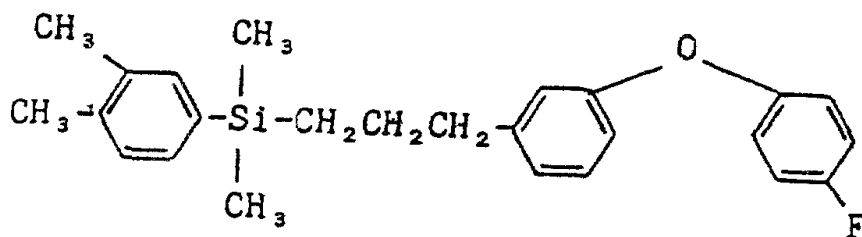
(52)



二甲基(3-氯-4-三氟甲基苯基)[3-(N-甲酰基-4-氟苯胺基)-4-氟苄氧基甲基]硅烷

(53)

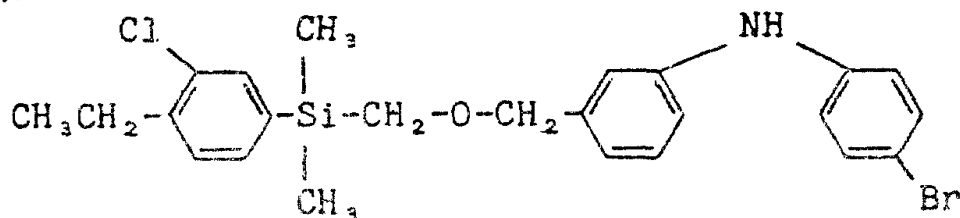
n_D^{20} 1.5728



二甲基(3-氯-4-乙基苯基)[3-(4-溴-苯胺基)苄氧基甲基]硅烷

n_D^{20} 1.5586

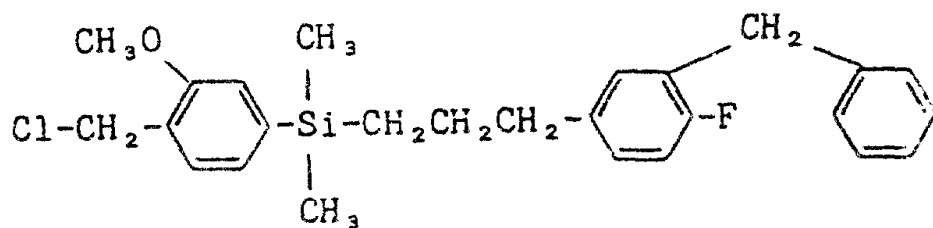
(54)



二甲基(3,4-二甲基苯基)[3-[3-(4-氟苄氧基)苯基]丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5833

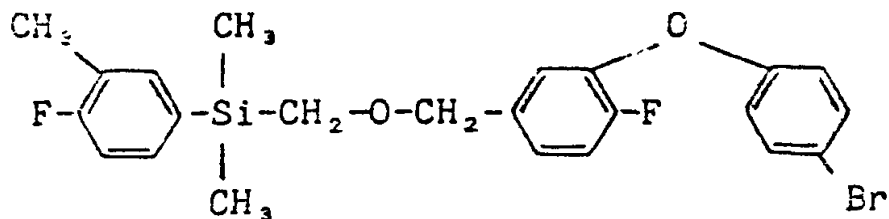
(55)



二甲基(3-甲氧基-4-氯甲基苯基)[3-(3-苄基-4-氟苯基)丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5672

(56)

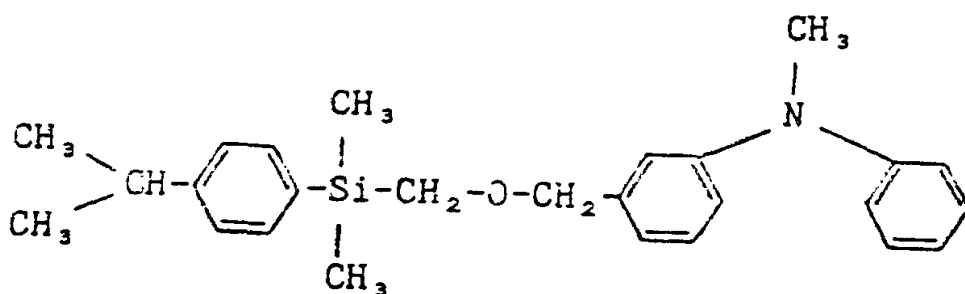


二甲基(3-甲基-4-氟苯基)[3-(4-溴苯氧基)-4-氟苯氧基甲基]

硅烷

(57)

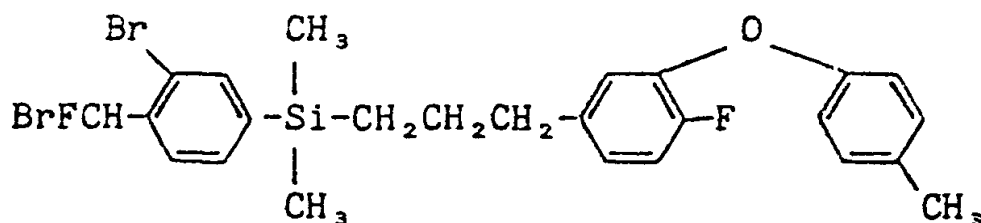
n_D^{20} 1.5780



二甲基(4-异丙基苯基)[3-(N-甲基苯胺基)苯氧基甲基]硅烷

(58)

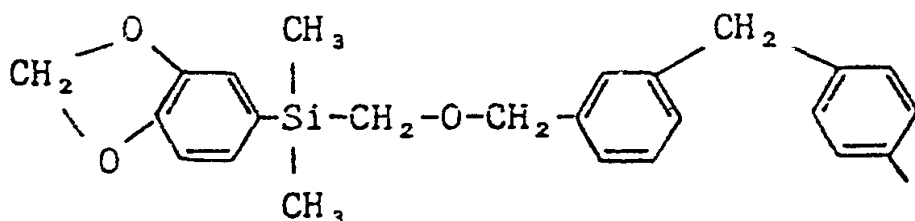
n_D^{20} 1.5586



二甲基(3-溴-4-溴氟甲基苯基){3-[3-(4-甲基苯氧基)-4-氟苯基
]丙基}硅烷

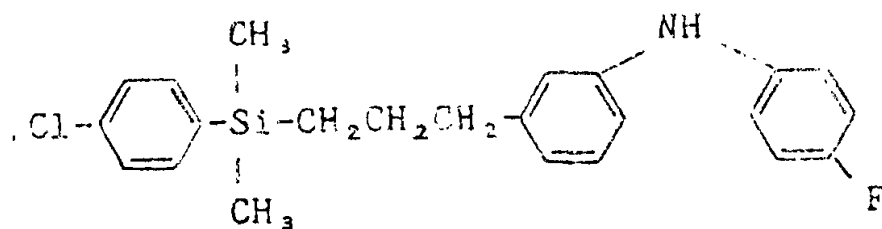
(59)

n_D^{20} 1.5794



二甲基(3,4-亚甲基二氧苯基)[3-(4-碘苯基苯氧基甲基)]硅烷

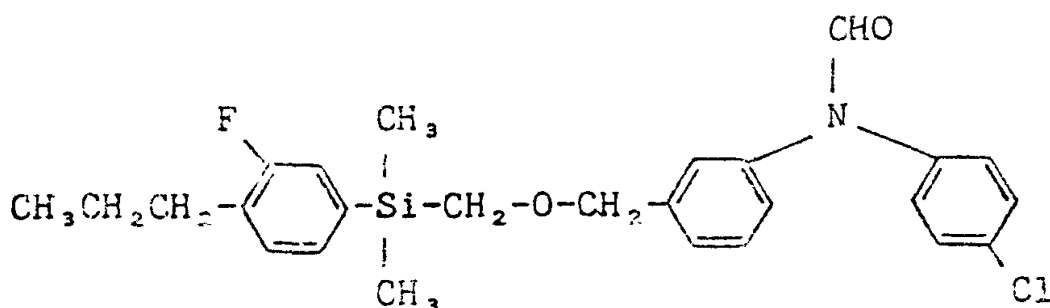
(60)



二甲基(4-氯苯基)[3-[3-(4-氟苯胺基)苯基]丙基]硅烷

(61)

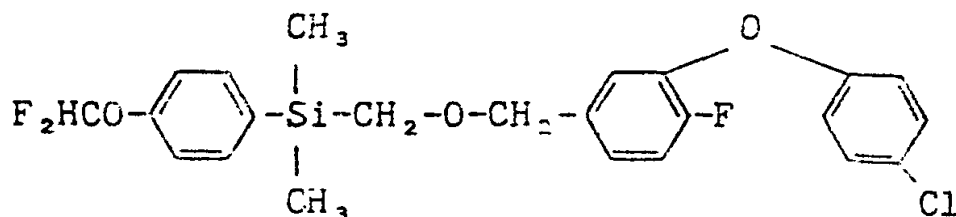
n_D^{20} 1.5677



二甲基(3-氟-4-丙基苯基)[3-(N-甲酰基-4-氯苯胺基)苄氧基甲基]硅烷

(62)

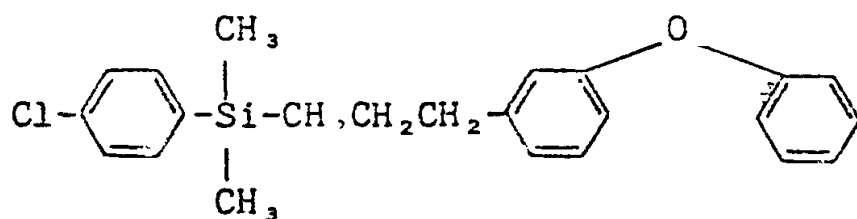
n_D^{20} 1.5740



二甲基(4-二氟甲氧基苯基)[3-(N-氯苯氧基-4-氟苄氧基甲基)]硅烷

(63)

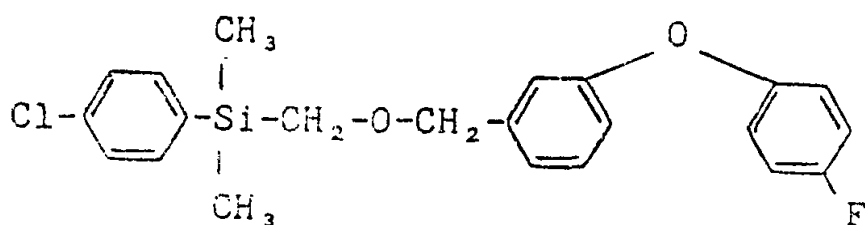
n_D^{20} 1.5659



二甲基(4-氯苯基)[3-(3-苯氧基苯基)丙基]硅烷

n_D^{20} 1.5592

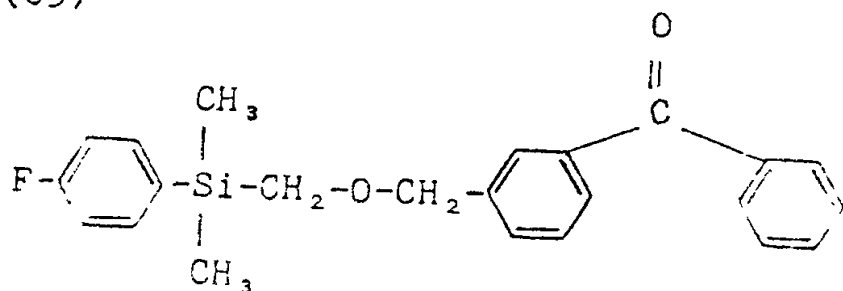
(64)



二甲基(4-氯苯基)[3-(4-氟苯氧基)苄氧基甲基]硅烷

n_D^{20} 1.5606

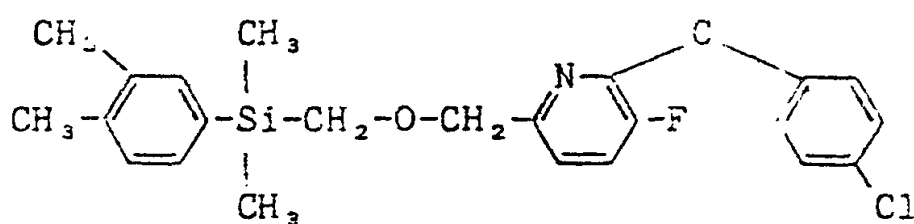
(65)



二甲基(4-氟苯基)(3-苯甲酰基苄氧基甲基)硅烷

(66)

n_D^{20} 1.5752



二甲基(3,4-二甲基苯基)[2-(4-氯苯氧基)-3-氟-6-吡啶基本
甲氧基甲基]硅烷

n_D^{20} 1.5729

本发明的化合物是新的，在常温下是固体或液体，易溶于有机溶剂。因此，可以以乳油、油溶液、粉剂、可湿性粉剂或气雾形式用作杀虫剂或杀螨剂。这些化合物也可用作杀虫或杀螨熏蒸剂，例如与适当的载体如木屑混合后做成蚊香。通过加热含活性成分的某种溶液或加热浸有药剂的纸质物质，可产生更有效的熏蒸作用。熏蒸作用也可以通过有机生气剂的帮助完成，这种有机生气剂经直接加热或间接加热可产生分解气体。在这种情况下，活性成分与生气剂混合并装在同一容器中。

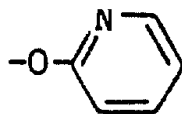
与传统的拟除虫菊酯相比 本发明的化合物对光更稳定、可有效地杀灭各种各样的害虫和螨类、对温血动物和鱼类毒性低，并且价格较低。因此，可以作农业和园艺杀虫剂和杀螨剂，代替传统的有机磷杀虫剂和有机氯杀虫剂。

本发明的杀虫剂和杀螨剂在防治卫生害虫例如苍蝇、蚊子和蟑螂，以及农业害虫例如黑尾叶蝉、光蝉、水稻螟虫、象、甘蓝粘虫、小菜蛾、东方烟叶芽虫、种子甲虫、夜蛾、菜青虫、卷叶蛾、蚜虫和介壳虫方面是非常有效的。这些害虫可以是对有机磷酸酯和氨基甲酸酯有抗性的，或无抗性的。本发明的化合物对于仓储谷物害虫（例如玉米象鼻虫和烟叶甲虫）、蚂蚁、白蚁和螨类也是有效的。本发明的化合物可用作水稻的杀虫剂，因为它对鱼类的毒性比传统的拟除虫菊酯低得多，并且具有内吸作用。本发明的杀虫剂和杀螨剂可以用 N-辛基双环庚基二酰亚胺（商品名“MGK-264”）、N-辛基双环庚基二酰亚胺和芳基磺酸盐的混合物（商品名“MGK-5026”）、synepyrin500、八氯二丙基醚、胡椒基丁醚等增效。本发明的杀虫剂和杀螨剂可以与其它杀虫剂、杀菌剂、杀线虫剂、除草剂、植物生长调节剂、化肥、和其它农业用化学品混合使用。可混合使用的杀虫剂的例子包括有机磷酸酯例如杀螟松、敌敌畏、二嗪农、丙虫磷和打杀磷；氨基甲酸酯例如西维因、速灭威、丁苯威和残杀威；传统的拟除虫菊酯例如除虫菊酯、丙烯除虫菊、似虫菊、苯醚菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、

H

|

基、- O- N- C- CH₂ CH₃ 基或-

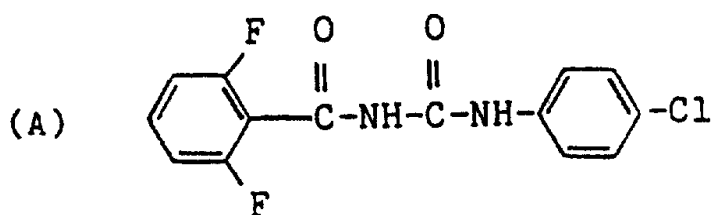


昆虫生长调节剂的缺点是，单独施用作用慢并且对成虫作用极小。当昆虫生长调节剂与本发明的化合物混合施用，这一缺点被克服了。混合施用大大促进了对成虫繁殖的抑制作用和对孵化的抑制作用。其结果，可以于整个生长期同时防治害虫和螨类。

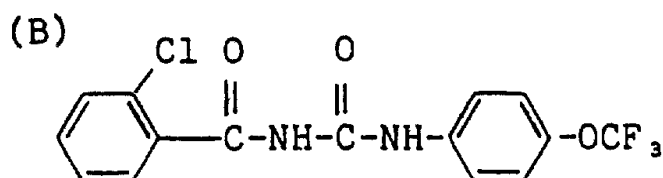
虽然一般认为，昆虫生长调节剂对螨类效果很小，但是，出乎预料地发现，上述混用显著地增加了本发明的杀虫剂和杀螨剂的杀螨效果。

如上所述，本发明的杀虫剂和杀螨剂可以各种形式施用，以致它们在家庭害虫和农业害虫的防治方面都是有效的。另外，预期它们在防治对杀虫剂有抗性的昆虫方面也是有效的。

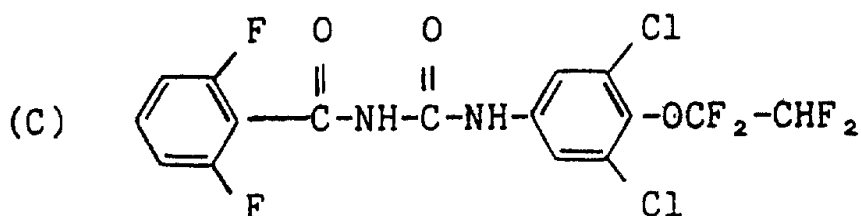
可以用于本发明的昆虫生长调节剂的例子如下所示。不过，本发明的范围不限于此。



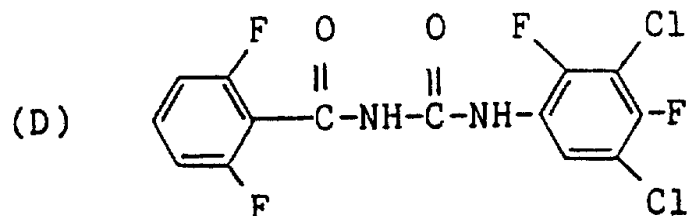
N-(2,6-二氟苯甲酰基)-N-(4-氯苯基)脲



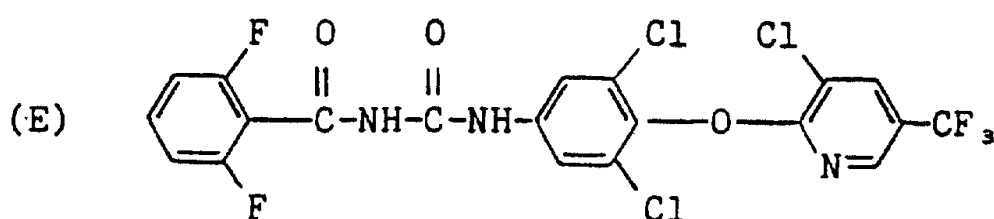
N-(2-氯苯甲酰基)-N-(4-三氟甲氧基苯基)脲



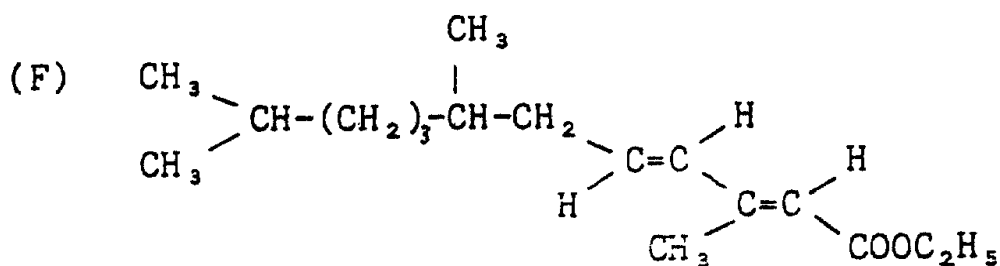
N-(2,6-二氟苯甲酰基)-N-[3,5-二氯-4-(1,1,2,2-四氟乙氧基)]



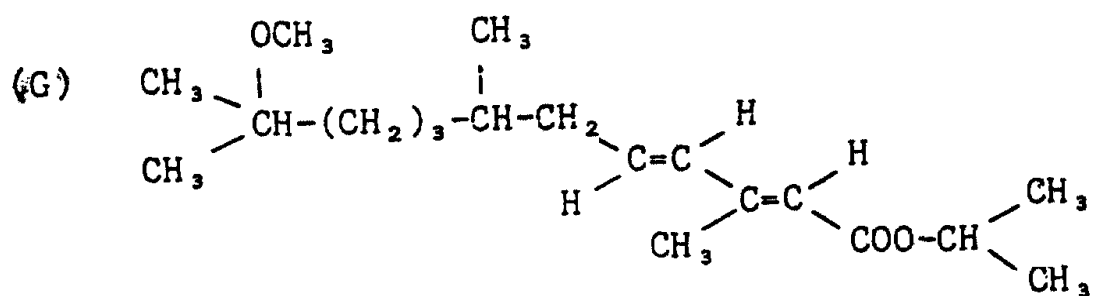
N-(2,6-二氟苯甲酰基)-N-(2,4-二氟-3,5-二氯苯基)脲



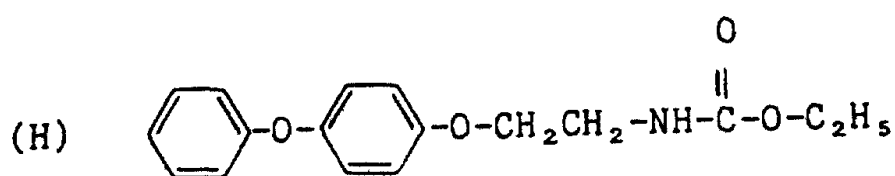
N-(2,6-二氟苯甲酰基)-N-[2,5-二氯-4-(3-氯-5-三氟甲基-2-



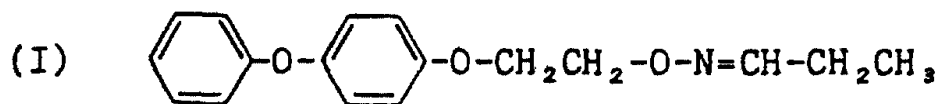
蒙五一二



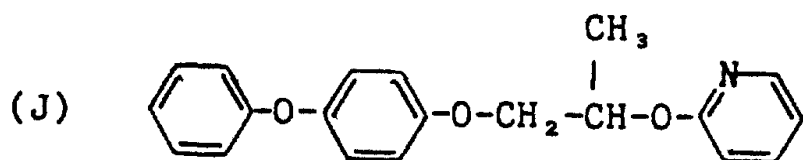
蒙五一五



N- [2-(4- 苯氧基) 苯氧乙基] 氨基甲酸乙酯



O- [2-(4- 苯氧基) 苯氧乙基]- 丙醛肟醚



[1-(4- 苯氧基) 苯氧基]-2-(2-吡啶氧基) 丙烷

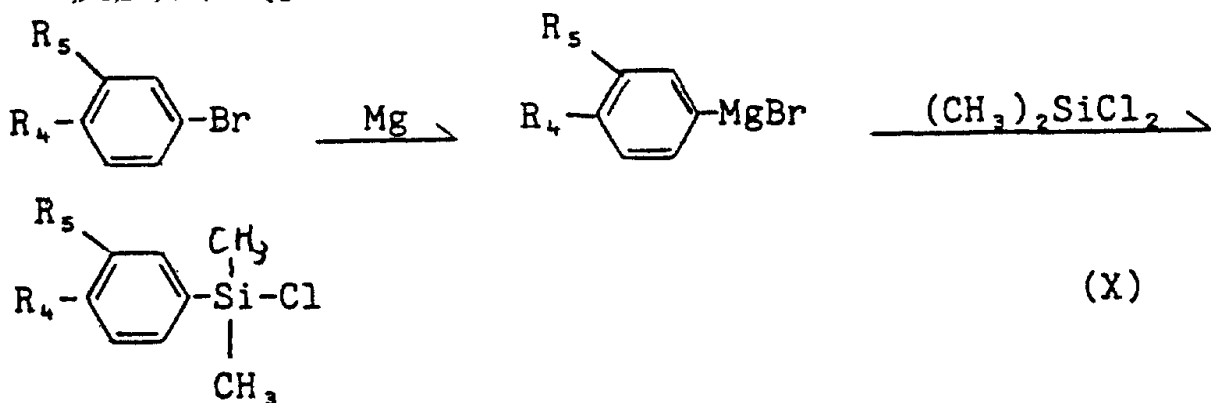
通式 (VII) 代表的化合物由于 R_{10} 而有旋光异构体, 并且当 Z 为 $-O-N=CHCH_2CH_3$ 时也有几何异构体。这些异构体当然都包括在本发明中。

在混合组合物的情况中, 作为活性成分的有机硅化合物和昆虫生长调节剂的含量可以在 0.01-99% (重量) 范围, 它们的混合比可以是 1:20—20:1。混合制剂可以用常规方法制成, 它们可以与固体载体, 液体载体、表面活性剂和所需要的其它助剂组合施用。

下面将由一些实例进一步详细叙述本发明, 不过, 本发明的范围并不限于此。如果没有另外说明, 百分数 (%) 均指重量百分数 (Wt %)

R_1 为甲基时, 通式 (IV) 表示的有机硅化合物市场上可以买到。 R_1 为通式 (II) 代表的基团时, 通过反应方程式 (I) 所示的格利雅反应可以容易地制得通式 (IV) 表示的化合物

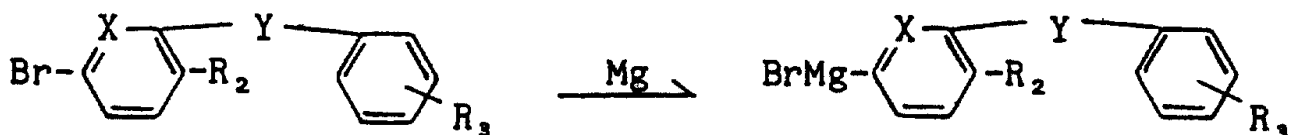
反应方程式 1

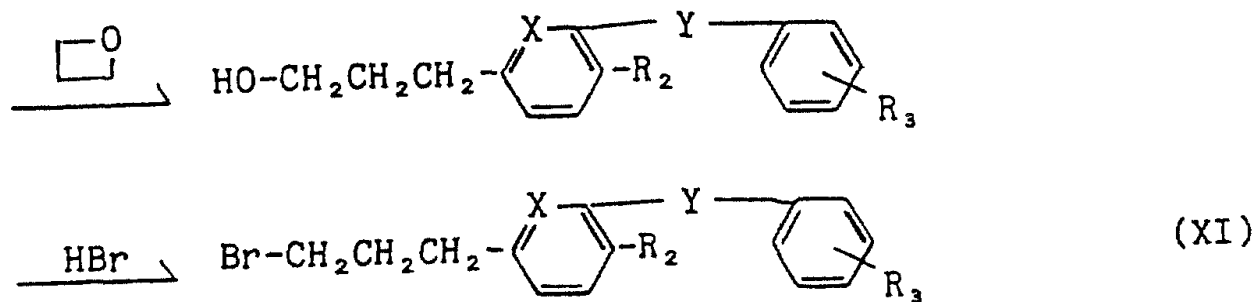


如果需要, 通过与金属元素反应, 可以把化合物 (X) 变成锂化合物、钠化合物或钾化合物。

通式 (V) 的化合物通过应用构成拟除虫菊酯的醇组份可容易地制备例如, 如果 A 是 $-CH_2-CH_2-$ 基时, 可以按照下面反应方程式 (2) 制备

反应方程式 2

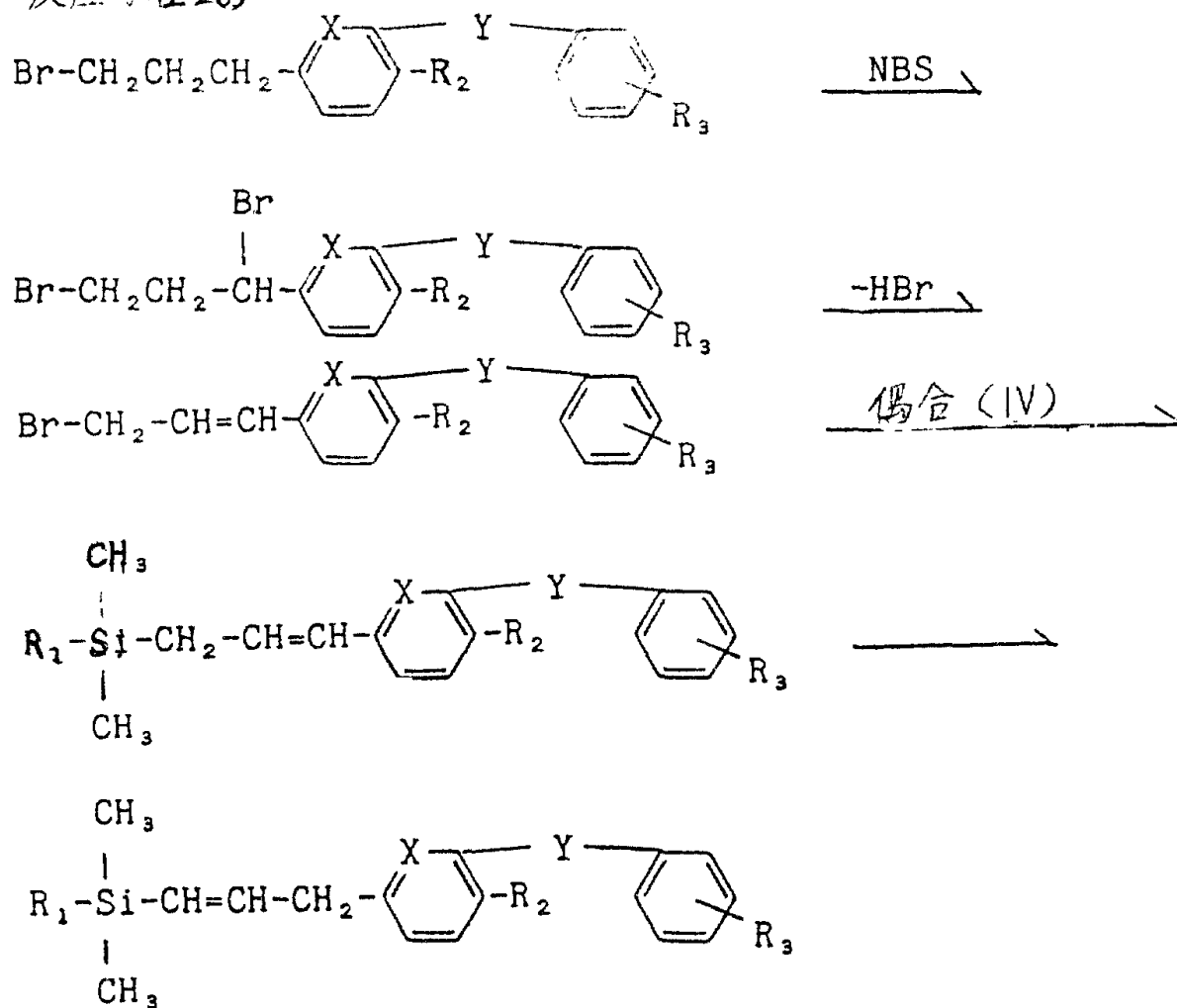




上面通式 (XI) 化合物通过例如格利雅反应容易与通式 (IV) 的硅化合物发生偶联反应，从而制得本发明的化合物 (I)。

如果 A 是 - CH = CH - 基，可以按照下面反应方程式 (3) 进行合成。也就是说，通式 (XI) 化合物与 N - 溴琥珀酰亚胺发生 α - 溴化作用。所得化合物接着经选择性脱溴化氢反应得到通式 (XII) 化合物。如上述所得化合物与通式 (IV) 硅化合物发生偶联反应，并在例如正丁基锂存在下双键移位。

反应方程式 3



合成实例1

在氮气保护下，把金属锂(0.4g)加到50ml无水四氢呋喃中。在以干冰-丙酮混合物冷至-50℃下，于30分钟内滴加二甲基(4-乙氧基苯基)氯硅烷(4.2g)无水四氢呋喃(20ml)的溶液。在此温度下反应1小时。液温慢慢升至0℃，此液体被搅拌1小时得到锂硅烷。将反应液冷至-20℃，在1小时内滴加3-(2-苯氧基-6-吡啶基)丙基氯(5.0g)与无水四氢呋喃(40ml)的溶液。在室温下搅拌该液体2小时。在冷却的同时小心地滴加水于反应液中，以便分解过量的锂。以苯提取后，苯溶液以饱和氯化钠溶液洗涤，接着，以无水硫酸钠干燥。减压蒸除苯。所得油状物通过装有100g硅胶的柱色谱提纯。最后，得到6.2g二甲基(4-乙氧基苯基[3-(2-苯氧基-6-吡啶基)苯基]硅烷，即上述化合物(1)。

合成实例2

在40ml无水乙醚中加0.6g金属镁屑，1.5g3-[3-(4-氯苯甲酰基)-4-氯苯基]-2-丙烯基溴和少量碘。加热反应物至40℃，开始反应。在保持该液体沸腾下，滴加3-[3-(4-氯苯甲酰基)-4-氯]-2-丙烯基溴(5.6g)的乙醚(20ml)溶液。

继续搅拌15分钟制得格利雅试剂。在激烈搅拌下于3小时内滴加二甲基(4-氯苯基)氯硅烷(4.2g)的乙醚(50ml)溶液。在回流下继续搅拌1小时。在搅拌下加入冰(30g)、氯化铵(10g)和水(20g)的混合物。分离醚层。以50ml乙醚提取水层两次，提取液与上述醚层合并。以氯化钠水溶液洗涤后，蒸除乙醚。把所得残留物溶解于50ml无水四氢呋喃中。把溶液冷至-50℃，在氮气保护下加入16ml正丁基锂(1.35mol)的正己烷溶液。在同样温度下继续反应，搅拌过夜，反应液被加热至室温，反应完成。将反应液冷至-50℃，加入30ml 10%盐酸，以乙酸乙酯提取。以饱和氯化钠溶液洗涤乙酸乙酯溶液两次，接着，以无水硫酸钠干燥。减压除去溶剂。所得残留物以硅胶柱色谱提纯。最后，得到7.5g二甲基(4-氯苯基)[3-

[3-(4- 氯苯甲酰基)-4-氯苯基]-1- 丙烯基} 硅烷，即上述化合物(8)。
以合成实例1 同样的方法，从三甲基硅钠和3-[3-(4- 甲基苯胺基)-4-氯苯基]丙基溴可以制得三甲基{3- [3-(4- 甲基苯胺基)-4-氯苯基]丙基} 硅烷，即上述组合物(9)。

以合成实例2 同样的方法，从二甲基(3- 氯- 4-乙基苯基) 氯硅烷和3-(2- 苄基-3- 氟-6- 吡啶基)-2-丙烯基溴化镁，可制得二甲基(3- 氯-4- 乙基苯基) [3-(2- 苄基-3- 氟-6- 吡啶基)-1-丙烯基]硅烷，即上述化合物(23)。

合成实例3

在氮气保护下加金属锂(0.4g)于50ml无水四氢呋喃中。用干冰- 丙酮混合物冷至-50 °C，于30分钟内滴加二甲基(4- 氯 苯基) 氯硅烷(4.1g)的无水四氢呋喃(20ml)溶液。在此温度下保持1 小时，反应即完成。液温慢慢升至0 °C，并搅拌此液体1 小时，得到锂硅烷。将此反应液冷却到-20 °C，于1 小时内滴加3-(3- 苯氧基) 苯基丙基氯(4.9g)的无水四氢呋喃(40ml)溶液。于室温下搅拌此液体2 小时。在冷却下小心地滴加于反应液中，分解过量的锂。用苯提取后，以饱和氯化钠溶液洗涤苯溶液，接着，用无水硫酸钠干燥。减压蒸除苯，所得油状物用装100g硅胶的柱色谱提纯。最后，得到6.4g二甲基(4- 氯苯基) [3-(3- 苯氧基苯基) 丙基]硅烷，即上述化合物(63)。

合成实例4

在氮气保护下加金属钾(0.9g)于40ml无水乙醚中。将所得悬浮液冷至-40 °C，于30分钟内滴加二甲基(4- 甲氧基苯基) 氯硅烷(4.0g)的无水乙醚(20ml)溶液。于-40 °C下搅拌2 小时后，液温慢慢升至0 °C。继续搅拌1 小时，反应完成，形成钾硅烷。将反应液再冷至-40 °C，在氮气保护下于1 小时内滴加3-(N- 甲基苯胺基)-4-氟苄氧基甲基氯(5.6g)的无水乙醚(40ml)溶液。于-40 °C下继续反应1 小时并于室温下过夜。加水于液中，

分出乙醚后蒸除溶剂，所得残留物以装100g硅胶的柱色谱提纯。得到6.8g二甲基(4-甲氧基苯基)[3-(N-甲基苯胺基)-4-氟苄氧基甲基]硅烷，即上述化合物(51)

以上述同样的方法，从二甲基(3-甲氧基-4-氯甲基苯基)钠硅烷和3-(3-苄基-4-氟苯基)丙基溴得到二甲基(3-甲氧基-4-氯甲基苯基)[3-(3-苄基-4-氟苯基)丙基]硅烷，即上述化合物(55)，也可以从二甲基(3-氟-4-丙基苯基)锂硅烷和3-(N-甲酰基-4-氯苯胺基)苄氧基甲醇的对甲苯磺酸制得二甲基(3-氟-4-丙基苯基)[3-(N-甲酰基-4-氯苯胺基)苄氧基甲基]硅烷，即上述化合物(61)。

下面是本发明提供的组合物的生物活性试验结果。

试验实例1 喷施的杀虫作用实验

下面的样品溶液从本发明的每一化合物制备。

溶液(A): 含0.2%化合物的煤油溶液

溶液(B): 含0.2%化合物和0.8%增效剂synepirin500的煤油溶液

溶液(C): 含0.1%化合物和0.1%似虫菊的煤油溶液

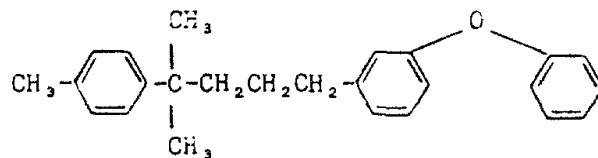
为了便于比较，溶液(A)也由溶解0.2%似虫菊来制备和溶解0.2%化合物(A)来制备(后面将进一步说明)。

将样品溶液用于家蝇，观察击到比例并计算相对效力。同时，得到24小时后的死亡率(圆括号中的数字)

化合物	溶液(A)	溶液(B)	溶液(C)
似虫菊	2.15 (34)	-	-
化合物(A)	1.32 (59)	-	-
(1)	2.48 (100)	4.33 (100)	2.42 (100)
(2)	2.61 (100)	4.58 (100)	2.46 (100)
(3)	2.54 (100)	4.27 (100)	2.34 (100)
(4)	2.64 (100)	4.60 (100)	2.51 (100)
(5)	2.39 (100)	4.25 (100)	2.33 (100)
(6)	2.28 (100)	4.09 (100)	2.27 (100)
(7)	2.16 (100)	3.65 (100)	2.25 (100)
(8)	2.20 (100)	3.93 (100)	2.26 (100)
(9)	2.07 (100)	3.70 (100)	2.20 (100)
(10)	2.29 (100)	3.94 (100)	2.28 (100)
(11)	2.31 (100)	4.06 (100)	2.31 (100)
(12)	2.15 (100)	3.72 (100)	2.26 (100)
(13)	2.35 (100)	4.23 (100)	2.32 (100)
(14)	2.40 (100)	4.37 (100)	2.37 (100)
(15)	2.29 (100)	4.21 (100)	2.28 (100)
(16)	2.17 (100)	3.90 (100)	2.26 (100)
(17)	1.98 (92)	3.74 (100)	2.19 (100)
(18)	1.69 (72)	2.96 (94)	1.97 (87)
(19)	1.72 (75)	3.04 (94)	2.04 (92)
(20)	2.39 (100)	4.35 (100)	2.31 (100)
(21)	2.05 (90)	3.92 (100)	2.23 (100)
(22)	2.14 (97)	3.70 (100)	2.25 (100)
(23)	1.80 (84)	3.53 (100)	2.09 (97)
(24)	1.65 (75)	2.98 (97)	2.02 (87)
(25)	1.79 (84)	3.66 (100)	2.10 (100)
(26)	2.07 (94)	3.91 (100)	2.24 (100)
(27)	2.13 (97)	3.87 (100)	2.26 (100)
(28)	1.96 (92)	4.02 (100)	2.22 (100)
(29)	2.30 (100)	4.39 (100)	2.31 (100)
(30)	2.27 (100)	4.30 (100)	2.28 (100)
(31)	1.71 (78)	2.88 (94)	2.05 (92)
(32)	1.65 (72)	2.93 (92)	1.97 (90)
(33)	2.48 (100)	4.51 (100)	2.34 (100)
(34)	2.52 (100)	4.49 (100)	2.36 (100)
(35)	2.34 (100)	4.26 (100)	2.33 (100)
(36)	2.09 (97)	3.74 (100)	2.20 (100)
(37)	2.55 (100)	4.60 (100)	2.41 (100)

(38)	2.16 (100)	4.08 (100)	2.32 (100)
(39)	2.53 (100)	4.65 (100)	2.44 (100)
(40)	2.63 (100)	4.61 (100)	2.57 (100)
(41)	2.45 (100)	4.30 (100)	2.39 (100)
(42)	2.58 (100)	4.73 (100)	2.46 (100)
(43)	2.50 (100)	4.27 (100)	2.34 (100)
(44)	2.36 (100)	4.18 (100)	2.33 (100)
(45)	2.21 (100)	3.82 (100)	2.25 (100)
(46)	2.16 (97)	3.64 (100)	2.27 (100)
(47)	2.14 (94)	3.70 (100)	2.25 (100)
(48)	2.42 (100)	4.29 (100)	2.38 (100)
(49)	2.53 (100)	4.42 (100)	2.44 (100)
(50)	2.30 (100)	4.05 (100)	2.31 (100)
(51)	2.41 (100)	4.29 (100)	2.35 (100)
(52)	1.98 (92)	3.75 (100)	2.17 (100)
(53)	2.07 (90)	3.96 (100)	2.20 (100)
(54)	1.78 (78)	3.14 (92)	1.98 (92)
(55)	1.69 (70)	2.93 (90)	1.96 (84)
(56)	1.90 (84)	3.38 (100)	2.13 (100)
(57)	2.15 (97)	3.57 (100)	2.24 (100)
(58)	1.86 (80)	3.59 (100)	2.02 (100)
(59)	1.93 (94)	3.80 (100)	2.19 (100)
(60)	2.42 (100)	4.35 (100)	2.35 (100)
(61)	1.89 (90)	3.71 (100)	2.07 (100)
(62)	2.24 (100)	4.08 (100)	2.24 (100)
(63)	2.55 (100)	4.62 (100)	2.49 (100)
(64)	2.59 (100)	4.67 (100)	2.46 (100)
(65)	2.28 (100)	4.13 (100)	2.31 (100)
(66)	2.05 (92)	3.95 (100)	2.18 (100)

化合物 (A)



(日本专利公开 No.201737/1980)

试验实例2 熏蒸的杀虫作用试验

制备含0.5% 本发明化合物，作为活性成分的蚊香。按照 Nagasawa 和 Katsuta 所著 “Bochu Kagaku Vol.16(1951), P 176 中的方法检验这些样品的杀蚊成虫(家蚊 *pipiens*) 的效果。计算相对的击到效力，结果如下。样品号参考上述本发明的化合物。

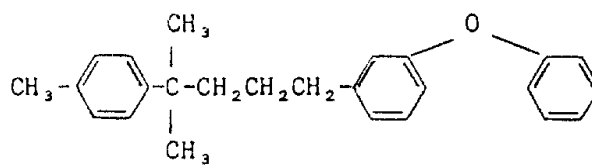
样品	概率单位4	概率单位5	概率单位6
丙烯除虫菊	1.00	1.00	1.00
(2)	1.78	1.81	1.84 ⁵
(7)	1.61	1.64	1.68
(10)	1.65	1.69	1.73
(14)	1.59	1.62	1.64
(19)	1.41	1.43	1.47
(23)	1.50	1.54	1.56
(28)	1.53	1.56	1.59
(31)	1.47	1.50	1.53
(36)	1.72	1.75	1.78
(41)	1.83	1.86	1.90
(45)	1.61	1.64	1.67
(49)	1.79	1.82	1.84
(52)	1.40	1.45	1.48
(54)	1.41	1.43	1.46
(63)	1.85	1.88	1.92

试验实例3 局部撒药的杀虫试验

将本发明的化合物单独溶解于丙酮中或与两倍于活性成分的增效醚(增效剂)结合施用。使用一微型喷枪把丙酮溶液喷到成蝇的胸背部。计算24小时后的死亡率并计算与对照化合物比较的相对杀虫活性和增效醚的增效作用。结果如下。

样品	相对杀虫活性	与增效剂一起的	增加的比率
		相对杀虫活性	
对照	1.00	1.52	1.5
(1)	5.04	10.08	2.0
(4)	4.91	10.31	2.1
(11)	3.72	8.18	2.2
(16)	3.49	7.33	2.1
(21)	4.14	8.69	2.1
(29)	4.80	9.60	2.0
(35)	3.95	8.30	2.1
(40)	5.24	10.48	2.0
(42)	6.04	12.08	2.0
(48)	4.70	10.34	2.2
(51)	3.97	8.34	2.1
(59)	3.65	8.40	2.3
(64)	5.59	11.18	2.0

* 对照化合物



溶解0.4份本发明的化合物(13)、0.1份灭虫菊和1.5份八氯-二丙基醚于28份纯净的煤油中制得一种气雾剂，然后把所得溶液与70份推进剂(液化的石油气)一起装入气雾罐中。

制剂实例5

用常规方法均匀混合0.5g本发明的化合物(17),0.5g BHT和99.0份由提取后剩下的除虫菊花的粉末、木屑和淀粉组成的载体，制成蚊香。

制剂实例6

用常规方法均匀混合0.4g本发明的化合物(25),1.0g MGK-5026和98份载体，制成蚊香。

制剂实例7

混合0.3份本发明的化合物(30)和99.7份粘土制得0.3%的粉剂。

制剂实例8

混合40份本发明的化合物(38),35份硅藻土,20份粘土,3份十二烷基磺酸酯和2份羧甲基纤维素制得可湿性粉剂。

制剂实例9

溶解0.2份本发明化合物(40)于没有中，并用煤油补足至总量为100份，制得0.2%油溶液。

制剂实例10

溶解0.2非本发明化合物(43)和0.8份增效醚于煤油中，并用煤油补足至总量为100份，制得一种油溶液。

制剂实例11

混合20份本发明化合物(46),10份 Solpole SM-200 (Toho Kagaku 的一种注册商标)和70份混合二甲苯，得到20%乳油。

制剂实例12

溶解0.4份本发明的化合物(48),0.1份灭虫菊和1.5份八氯-二丙基醚于28份纯净的煤油中，然后，把所得溶液与70份推进剂(液化的石油

气)一起装到气雾罐中制得一种气雾剂。

制剂实例13

用常规方法均匀混合0.5g本发明的化合物(53),0.5g BHT和99.0份由提取后的除虫菊花的粉末、木屑和淀粉组成的载体,制成蚊香。

制剂实例14

用常规方法均匀混合0.4g本发明的化合物(56),1.0g MGK-5026 和98.6g 载体制成蚊香。

制剂实例15

混合0.3 份本发明的化合物(60)和99.7份粘土制得0.3% 的粉剂。

制剂实例16

混合40份本发明的化合物(63),35 份硅藻土,20 份粘土,3份十二烷基磺酸酯和2 份羧甲基纤维素制得一种可湿性粉剂。

制剂实例17

溶解0.2 份本发明化合物(7) 和0.5 份昆虫生长调节剂(G) 于煤油中,并用煤油补足至总量为100 份,制得一种油溶液。

制剂实例18

溶解0.2 份本发明化合物(21),0.1 份昆虫生长调节剂(B) 和0.8 份增效醚于煤油中,并用煤油补足至总量为100 份,制得一种油溶液。

制剂实例19

混合10份本发明化合物(48),10份昆虫生长调节剂(E) 10份 Solpole SM-200(Toho Kagaku 的一种注册商标) 和70份二甲苯制得一种乳油。

制剂实例20

溶解0.4 份本发明的化合物(52),0.4 份昆虫调节剂(J) ,0.2份灭虫菊和1.5 份八氯二丙基醚于27.5份纯净的煤油中,然后,把所得溶液与70份推进剂(液化石油气)一起装到气雾罐中,制得一种气雾剂。

制剂实例21

用常规方法均匀混合0.5g本发明的化合物(55),0.8g 昆虫生长调节剂(A), 0.6g BHT和98.1g 由提取后剩下的除虫菊花的粉末、木屑和淀粉组成的载体, 制成蚊香。

制剂实例22

混合0.3 份本发明化合物(58), 0.2 份昆虫生长调节剂和99.5份粘土, 制得一种粉剂。

制剂实例23

混合20份本发明的化合物(60), 20 份昆虫生长调节剂(C), 35份硅藻土, 20 份粘土, 3份十二烷基磺酸酯和2 份羧甲基纤维素, 制得一种可湿性粉剂。

制剂实例24

溶解0.1 份本发明的化合物(63)和0.5 份昆虫生长调节剂(F)于7份丙醇中, 然后, 把所得溶液与91.5份推进剂(F11/ F12/ 二甲醚= 24/80/9)一起装入气雾罐中, 制得一种气雾剂。

试验实例4

按照制剂实例3 的方法制得的乳油被试验, 分别含有本发明的化合物(3), (8), (10), (13), (17), (22), (25), (31), (34), (38), (42), (46), (49), (52), (57), (61), (64), 或(66)。将稀释1000倍的乳剂施用于桃蚜严重侵害的5-6 叶期的萝卜地里, 用量为1000 L/ha。施药后观察两天, 发现所有试验田块中害虫密度减少至十分之一以下。

试验实例5

按照制剂实例3 同样的方法制得的乳油已被试验, 分别含有本发明的化合物(2), (4), (8), (12), (15), (18), (23), (29), (33), (41), (43), (46), (50), (54), (56), 或(62)。卷心菜叶在稀释2000倍的乳剂中浸渍5 秒钟。干后, 把此卷心菜叶放到陪替氏培养皿中, 在浸渍的当天和浸渍后五天各

释放10头健康的卷心菜粘虫幼虫。计算24小时后的死亡率，结果如下。

样品	浸渍的当天	浸渍后五天
杀抗松乳油	40 (%)	5 (%)
(2)	100	100
(4)	100	100
(8)	100	95
(12)	100	95
(15)	95	85
(18)	95	90
(23)	90	80
(29)	95	80
(33)	100	100
(39)	100	100
(41)	100	100
(43)	100	100
(46)	100	100
(50)	95	90
(54)	95	80
(56)	90	80
(62)	100	95

试验实例6

按照制剂实例8同样的方法制得的可湿性粉剂已被实验，分别含有本发明的化合物(2),(6),(9),(11),(16),(19),(24),(28),(35),(41),(45),(48),(53),(58),(63),或(65)。稀释4000倍的可湿性粉剂溶液用压缩空气喷雾器施用于蚕豆上用量为10毫升/盆。在施药之前，每棵蚕豆已预先被约200头蚜虫侵扰1天。施药两天后观察蚜虫的侵害，发现所有试验均无伤害。

试验实例7

按照制剂实例7同样的方法制得的粉剂已被试验，分别含有本发明的化合物(1),(5),(8),(14),(17),(21),(26),(30),(33),(37),(40),(44),

(47), (51), (56), 或 (60), 在直径为14cm 的深培替氏培养皿的底部分别均匀地撒布各种粉剂样品, 用量为2g/m². 在培养皿壁上涂上黄油, 但约1 cm宽的较低部分不涂。在每个培养皿中释放10头德国蟑螂成虫, 使其与粉剂接触30分钟。将这些蟑螂转移到一个新容器中。在所有试验中, 三天后的死亡率高于80%。

试验实例8

按照制剂实例3 同样的方法制得的乳油已被试验, 分别含有本发明的化合物(4), (8), (10), (15), (20), (22), (27), (32), (36), (43), (46), (49), (54), (59) 或 (61)。稀释至100ppm(活性成份)的每种乳剂被喷至在转台上的云豆上, 用量为10ml/盆。云豆播种后5天, 预先释放红色螨雌性成虫侵扰, 每个叶上10头, 并在27℃室温下放置1天, 10天后, 统计豆叶上的螨数。所有实验样品都比对照物优越。结果如下

样品	10天后每叶上的螨数
开乐散 (对照)	32
(4)	1
(8)	2
(10)	2
(15)	4
(20)	1
(22)	1
(27)	3
(32)	4
(36)	1
对照	148
(43)	1
(46)	2
(49)	1
(54)	5
(59)	3
(61)	2
对照	2

试验实例9

按照农林部的通告 No B-2735(1965/11.25) 所述的实验方法, 检验本发明的化合物对鱼(鲤鱼)的毒性。已检验的本发明化合物有(2),(8),(11),(16),(21),(29)和(35)。它们的 T L_m48(ppm)高于10。已检验的本发明的化合物还有(41),(47),(50),(55),和(60)。它们的 T L_m48 (ppm)高于20。

下面是试验实例, 在这些实例中本发明的化合物与一种昆虫生长调节剂结合使用。

试验实例10

含20% 活性成分(和一种昆虫生长调节剂)的乳油被稀释至预定的浓度。此稀溶液(20ml)喷于放有各50只雄性和雌性家蝇的笼子中。同样的稀溶液(20ml)也喷于放在培养介质(由15g 麦麸、3g 饲料粉和25g 水组成)中的30只家蝇幼虫(4天龄)中。放幼虫的容器放到笼子中。间隔一定时间统计笼子中成蝇的数目。按照下面方程式得出校正后的密度指数:

$$\text{校正后的密度指数} = (A \times B) / (C \times D) \times 100$$

式中 A: 在未处理组中处理前的成蝇数

B: 在处理组中处理后的成蝇数

C: 在未处理组中处理后的成蝇数

D: 在处理组中处理前的成蝇数

其结果列于表中。

样品	喷洒浓度 (ppm)	校正后的密度指数			
		1 天	5 天	15天	30天
(1)	50	0	0	16	28
(C)	5	95	94	70	55
(1)/(C)	50/5	0	0	2	1
(22)	50	4	2	13	26
(I)	5	98	98	54	37
(22)/(I)	50/5	0	0	1	3
(34)	50	0	0	18	31
(E)	5	96	93	67	49
(34)/(E)	50/5	0	0	0	1
(40)	50	0	0	18	25
(D)	5	97	98	61	33
(40)/(D)	50/5	0	0	4	2
(41)	50	0	0	22	39
(F)	5	95	94	70	48
(41)/(F)	50/5	0	0	0	3
(42)	50	0	0	20	35
(J)	5	98	98	55	30
(42)/(J)	50/5	0	0	1	0
(44)	50	0	1	28	40
(A)	10	95	92	68	53
(44)/(A)	50/10	0	0	7	5
(47)	50	0	0	17	29
(E)	5	97	96	60	47
(47)/(E)	50/5	0	0	0	2
(49)	100	2	1	19	37
(I)	5	93	88	47	31
(49)/(I)	100/5	0	0	6	4
(54)	100	5	11	26	41
(B)	10	98	96	71	58
(54)/(B)	100/10	1	3	12	8
(57)	100	2	6	18	30
(H)	5	96	97	64	51
(57)/(H)	100/5	0	1	8	3

(61)	100	3	2	25	39
(C)	5	95	92	65	47
(61)/(C)	100/5	0	1	6	3
(65)	50	0	0	14	26
(G)	5	94	89	66	54
(65)/(G)	50/5	0	0	1	1

试验结果表明，只含本发明化合物的杀虫剂和杀螨剂对家蝇成蝇呈现速效作用，施药后成蝇密度立即急剧降低，而对幼蝇效力较小，施药后15-30天密度回收。另一方面，试验结果还表明，单独施用昆虫生长调节剂，在施药后短时间对成蝇效力极小，而在幼蝇长成成蝇时，它慢慢发挥效力。

与此相反，含本发明化合物和昆虫生长调节剂的组合物施药后立即发生效力并在此后的长时期内保持低密度成蝇。这种显著地防治效果是不能从本发明的化合物或单用昆虫生长调节剂的效果来预料的。很显然，这一显著的效果应归因于两种化合物的增效作用。

试验实例11

用打孔器把桔树叶放到切成直径为1.5cm的园片。切下的树叶放到直径为7cm的聚苯乙烯杯中的湿滤纸上。每个园树叶上侵扰10只柑桔红螨（雌性成虫）。每个园树叶上喷洒含规定浓度的本发明化合物和/或昆虫生长调节剂和展着剂的稀溶液（2ml）。用一个旋转喷洒塔进行喷洒。48小时后检验死亡率并可得杀螨活性。计算LC50和得到相对效率。其结果列于下面。

样品	混合比 [I] : [II]		对[I]的相对效率
(43)	1	0	1.0
(A)	0	1	<0.01
(43)/(A)	1	1	2.2
	3	1	2.8
(51)	1	0	1.0
(I)	0	1	<0.01
(51)/(I)	3	1	3.4
	10	1	1.7
(59)	1	0	1.0
(D)	0	1	0.02
(59)/(D)	1	1	2.5
	3	1	2.9
(62)	1	0	1.0
(F)	0	1	<0.01
(62)/(F)	3	1	3.1
	10	1	1.4
(18)	1	0	1.0
(G)	0	1	<0.01
(18)/(G)	1	1	2.5
	3	1	3.0

注：[I]代表本发明的化合物。

[II]代表昆虫生长调节剂。

试验结果表明，使用本发明的化合物可以使杀虫活性极低的昆虫生长调节剂大大地增效。

试验实例12

被大量卷心菜蛾侵扰的卷心菜喷洒稀释2000倍的乳剂，用量为1000升/公顷。此乳油按照制剂实例19同样的方法制备，每种乳油分别含(7)+(I)，(9)+(E)，(14)+(D)，(17)+(J)，(19)+(H)，(24)+(A)，(33)+(F)，(48)+(B)，或(66)+(C)。施药后2天和1一个月检验，发现幼虫和成虫总数减少到施药前的20%或更少，而在对照组单单施用本发明化合物的情形下，1个月后总数复原。试验结果明显地显示出昆虫生长调节剂的增效效应。

试验实例13

按照制剂实例22同样方法制得的粉剂已被检验，每种粉剂分别含有(6)+(B)，(11)+(G)，(13)+(F)，(16)+(J)，(21)+(H)，(35)+(A)，(47)+(F)或(58)+(E)。于直径为14cm的深型培养皿上均匀撒布上述粉剂，用量为2g/m²。在培养皿壁上(不包括约1cm宽的较低部分)涂上黄油。在每个培养皿中放十只德国蟑螂成虫，让它们与粉剂接触30分钟。把这些蟑螂转移到一个新的容器中。在所有实验中，三天后的死亡率都高于90%。由于性障碍，幸存下来的蟑螂不能繁殖。

文件名称	页	行	补 正 前	补 正 后
说明书	9	2	〔 3 - (二甲基 (3-氯-4-乙基苯基) [3 - (4-溴-苯胺基) 苄氧基甲基] 硅烷	〔 3 - (2 - 二甲基 (3, 4-二甲基苯基) { 3 - [3 - (4-氟苯氧基) 苯基] 丙基 } 硅烷
	16	6-7	二甲基 (3, 4-二甲基苯基) { 3 - [3 - (4-溴-苯胺基) 苄氧基甲基] 丙基 } 硅烷	二甲基 (3-氯-4-乙基苯基) [3 - (4-溴-苯胺基) 苄氧基甲基] 硅烷
	16	9-10	二甲基 (3, 4-二甲基苯基) { 3 - [3 - (4-氟苯氧基) 苯基] 丙基 } 硅烷	二甲基 (3-氯-4-乙基苯基) [3 - (4-溴-苯胺基) 苄氧基甲基] 硅烷
18	9	〔 3 - (N -	〔 3 - (4 -	
19	9	- 6 - 吡啶基本	吡啶-6-基	