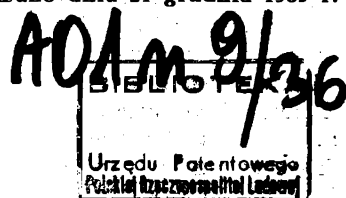


Opublikowano dnia 21 grudnia 1959 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42285

Kl. 45-1, 8/01

45 l 9/36

VEB Farbenfabrik Wolfen

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania środka do zwalczania szkodników

Patent trwa od dnia 2 października 1956 r.

Pierwszeństwo: 12 marca 1956 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Przez działanie fosforynów trójalkilowych na chloral powstają produkty o silnym działaniu owadobójczym. Ze względu na ich wysoką toksyczność w stosunku do stworzeń ciepłokrwistych (na przykład DL 50 fosforanu β, β — dwuchlorowinyldumetylowego użytego podskórnie u myszy wynosi 25 mg/kg) nie mogą być one stosowane bez zastrzeżeń w niektórych przypadkach zwalczania szkodliwych owadów, na przykład przy zwalczaniu much pokojowych w zamieszkałych pomieszczeniach.

Stwierdzono, że przez działanie fosforynów trójalkilowych na acetale aldehydu chlorowcootowego, zwłaszcza na półacetale tego aldehydu, można wytwarzać równie skutecznie insektycydy, jak te które otrzymuje się przez kondensację fosforynów trójalkilowych z odpowiednimi aldehydami chlorowcootowymi, przy czym są one o wiele mniej trujące dla stworzeń ciepło-

krwistych niż produkty kondensacji z aldehydami chlorowcootowymi.

Z tego powodu mogą być one stosowane do zwalczania różnych szkodników, a także takich, których ze względów zdrowotnych nie można było tępić za pomocą produktów kondensacji z aldehydami chlorowcootowymi.

Związki wytworzone w sposób wyżej opisany stosuje się jako środki owadobójcze po zmieszaniu ich ze środkami obojętnymi, nośnikami, wypełniaczami, rozpuszczalnikami, ze środkami zwilżającymi, emulgującymi, przyczepnymi albo innymi środkami owadobójczymi.

P r z y k ł a d I. Do mieszaniny składającej się z 37 części wagowych fosforanu trójmetylowego i 120 części wagowych benzenu dodaje się w temperaturze 15—20°C w ciągu 45 minut przy równoczesnym mieszaniu roztwór 58

części wagowych jednoetyloacetatu chloralu rozpuszczonych w 50 częściach wagowych benzenu, przy czym mieszaninę reakcyjną chłodzi się. W czasie reakcji ułatwia się chlorek metylowy. Z chwilą kiedy ustaje wydzielenie się gazu, mieszaninę reakcyjną miesza się jeszcze przez 1 godzinę, a następnie oddestylowuje się składniki lotne pod próżnią 3 mm Hg do temperatury kąpieli 100°C. Pozostałość po destylacji (48 części wagowych produktu o gęstości 1,385 przy 20°C) stanowi środek owadobójczy o bardzo silnym działaniu.

Poniższa tabela podaje siłę działania tego produktu reakcji w stosunku do gamma-sześciochlorocykloheksanu na larwy chrząszcza żyjącego w mące ryżowej.

Próbie przeprowadzono przez zmieszanie środka owadobójczego z mąką pszenną, (koncentrację środka owadobójczego podano w tabeli) do której dodano larwy. Po upływie 1, 2, 3 i 5 dni ustalono liczbę zabitych larw.

T a b e l a 1

Działanie produktu reakcji otrzymanego według przykładu I, na larwy chrząszcza żyjącego w mące ryżowej w porównaniu do działania gamma-sześciochlorocykloheksanu.

Zastosowany środek	Stężenie środka owadobójczego w mące w %	% larw chrząszcza zabitych po			
		1 dniu	2 dniach	3 dniach	5 dniach
Produkt według przykładu I	0,0025	33	67	77	95
	0,005	65	83	93	100
	0,01	75	86	95	100
gamma — sześćchlorocykloheksan	0,0025	0	11	27	53
	0,005	0	25	51	97
	0,01	20	55	77	100

Substancję czynną (środek owadobójczy) sporządzoną według przykładu I badano w postaci 2%-go roztworu w acetonie w porównaniu z estrem dwuetylowym kwasu 2-izopropyl-4-metylopirimidyl-6-tiofosforowego w jego działaniu na mszycy (*Musca domestica*). W poniższej tabeli podano w procentach ilość much niezdołnych do latania po upływie 3, 5, 10, 15 i 30 minut przy zastosowaniu substancji czynnej w ilości 0,02 g/m³.

T a b e l a II

Zastosowany środek	Stężenie w g/m ³	% niezdołnych do latania much po upływie minut				
		3	5	10	15	30
Substancja czynna według przykładu I	0,02	79	100	100	100	100
ester dwuetylowy kwasu 2-izopropyl-4-metylopirimidyl-6-tiofosforowego	0,02	0	0	84	100	100

Substancję czynną według przykładu I zmieszaną z taką samą ilością emulgatora i rozprowadzoną w wodzie, przy czym stężenie tej substancji wyniosło 0,15 i 0,25 g na litr wody i wypróbowano na mszycach. Poniższa tabela wykazuje procentową ilość zabitych mszyc po upływie 2, 4 i 6 godzin w porównaniu z estrem dwuetylowym kwasu β-metylmerkaptotiotiofosforowego, który zastosowano w tych samych warunkach, jak substancję według przykładu I.

T a b e l a III

Zastosowany środek	Stężenie roztworu rozpryskiwanego w %	% mszyc zabitych po upływie		
		2 godzin	4 godzin	6 godzin
Substancja czynna według przykładu I	0,015	21	91	94
	0,025	43	100	100
ester dwuetylowy kwasu β-metylmerkaptotiotiofosforowego	0,015	2	37	85
	0,025	6	48	94

P r z y k ł a d II. Do mieszaniny 50 części wagowych fosforynu trójetylowego i 120 części wagowych benzenu dodaje się w temperaturze 15—20°C w ciągu 45 minut roztwór 58 części wagowych jednoetyloacetatu chloralu rozpuszczonego w 50 częściach wagowych benzenu, przy ciągłym mieszanii i chłodzeniu mieszaniny reakcyjnej.

W czasie reakcji ułatwia się chlorek etylowy.

Po ustaniu wydzielenie się gazu mieszaninę reakcyjną miesza się jeszcze przez 1 godzinę, następnie oddestylowuje się przedgony aż go temperatury kąpieli 100°C. Pozostałość po destylacji (60 części wagowych o gęstości 1,330 przy 20°C) stanowi silnie działający środek owadobójczy.

Działanie jego na muchy wykazuje tabela IV.

T a b e l a I V

Zastosowany środek	Stężenie w g/m ³	% niezdolnych do latania much po upływie minut				
		3	5	10	15	30
Substancja czynna według przykładu II	0,02	0	0	45	100	100
ester dwuetylowy kwasu 2-izopropylu-4-metylopirymidylu-6-tiofosforowego	0,02	0	0	84	100	100

Działanie przeciw mszycom podano w tabeli V.

T a b e l a V

Zastosowany środek	Stężenie roztworu rozpylanego w ‰	% mszyc zabitych po upływie		
		2 godzin	4 godzin	6 godzin
Substancja czynna według przykładu II	0,025	9	63	74
ester dwumetylowy kwasu β-metylomerkaptotiofosforowego	0,025	6	48	94

P r z y k ł a d III. Do roztworu 37 części wagowych fosforanu trójmetylowego rozpuszczonego w 120 częściach wagowych benzenu wkrapla się w temperaturze 20—25°C w ciągu 45 minut, przy ciągłym mieszaniu, 67 części wagowych tróchloroacetalu. Reakcja przebiega z wydzielaniem się gazu i jest egzotermiczna.

W czasie wkraplania konieczne jest zewnętrzne chłodzenie za pomocą lodowatą zimnej wody. W celu przeprowadzenia reakcji do końca miesza się jeszcze mieszaninę reakcyjną przez 1 godzinę w temperaturze 30—40°C. Produkt reakcji uwalnia się od przedgonów na drodze destylacji przy ciśnieniu 3 mm Hg w temperaturze kąpieli 100°C. Otrzymuje się 47 części wagowych czerwono-brunatnego oleju o gęstości 1,469 w temperaturze 20°C.

Działanie substancji przeciw muchom uwiadacznia tabela VI.

T a b e l a V I

Zastosowany środek	Stężenie w g/m ³	% niezdolnych do latania much po upływie minut				
		3	5	10	15	30
Substancja czynna według przykładu III	0,02	0	3	81	100	100
ester dwuetylowy kwasu 2-izopropylu-4-metylopirymidylu-6-tiofosforowego	0,02	0	0	84	100	100

P r z y k ł a d IV. Do roztworu 50 części wagowych fosforynu trójetylowego rozpuszczonego w 120 częściach wagowych benzenu wkrapla się w temperaturze 20—25°C, przy ciągłym mieszaniu w ciągu 45 minut 67 części wagowych tróchloroacetalu. Reakcja jest egzotermiczna i przebiega z wydzielaniem się gazu.

W czasie wkraplania konieczne jest chłodzenie zewnętrzne lodowatą wodą. W celu przeprowadzenia reakcji do końca miesza się mieszaninę reakcyjną jeszcze przez 1 godzinę w temperaturze 30—40°C. Produkt reakcji uwalnia się od przedgonów na drodze destylacji pod ciśnieniem 3 mm Hg w temperaturze kąpieli — 100°C. Otrzymuje się 83 części wagowych żółtego oleju o gęstości 1,3486 w temperaturze 20°C.

Tabela VII uwiadacznia działanie otrzymanej substancji przeciw muchom.

T a b e l a VII

Zastosowany środek	Stężenie w g/m ³	% niezdołnych do latania much po upływie minut				
		3	5	10	15	30
Substancja czynna według przykładu IV	0,02	0	0	45	100	100
ester dwuety- lowy kwasu 2- izopropyl-4- metylopirymi- dylo-6-tiofos- forowego	0,02	0	0	84	100	100

Przykład V. Do mieszaniny składającej się ze 166 części wagowych fosforynu trójetylowego i 150 części wagowych chlorobenzenu dodaje się w temperaturze 20—30°C w przeciągu 1,5 godziny mieszając, roztworu 207 części wagowych n-propyloalkoholanu chloralu rozpuszczonego w 100 częściach wagowych chlorobenzenu. Mieszaninę reakcyjną należy chłodzić. Po zakończeniu reakcji egzotermicznej miesza się mieszaninę jeszcze przez 2 godziny w tempera-

turze 35—40°C, następnie oddestylowuje się przedgony pod próżnią 3 mm Hg do temperatury kąpieli 70°C. Pozostałość (285 części wagowych o gęstości 1,270) stanowi silnie działający środek owadobójczy, słabo rozpuszczalny w wodzie.

Przykład VI. Z 166 części wagowych fosforynu trójetylowego i 222 części wagowych n-butyloalkoholanu chloralu w tych samych warunkach pracy jak w przykładzie V otrzymuje się 275 części wagowych silnie działającego środka owadobójczego (gęstość 1,230 w temperaturze 20°C), prawie nierozpuszczalnego w wodzie.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka do zwalczania szkodników znamieny tym, że na fosforyn trójalkilowy działa się acetalem aldehydu chlorowcooctowego, a otrzymany związek miesza ze środkami obojętnymi, nośnikami, wypełniaczami, rozpuszczalnikami, środkami zwilżającymi, emulgującymi, przyczepnymi albo innymi środkami owadobójczymi.

V E B F a r b e n f a b r i k W o l f e n

Zastępca: dr Andrzej Au,
rzecznik patentowy

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Państwa Sosnowieckiego