

ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

176058

Bejelentés napja: 1976. VII. 6.

(BA—3430)

Elsőbbsége: Német Szövetségi Köztársaság:
1975. VII. 16. (P 25 31 743.5)

Közzététel napja: 1980. VI. 28.

Megjelent: 1981. VI. 30.

Nemzetközi osztályozás:

C 07 C 127/19

A 01 N 9/20

Feltalálók:

dr. Sirrenberg Wilhelm vegyész, Sprockhövel,
dr. Schramm Jürgen vegyész, Dormagen,
dr. Klauke Erich vegyész, Odenthal,
dr. Hammann Ingeborg zoológus, Köln,
dr. Stendel Wilhelm állatorvos, Wuppertal,
Német Szövetségi Köztársaság

Szabadalmas:

Bayer Aktiengesellschaft,
Leverkusen, Német Szövetségi
Köztársaság

Hatóanyagként 4'-(benzoil-ureido)-4-ciano-2',5,6'-triklór-difenil- -éter-származékokat tartalmazó inszekticid készítmények és eljárás a hatóanyagok előállítására

1

A találmány tárgyát olyan inszekticid készítmények képezik, amelyek hatóanyagként valamilyen új, (I) általános képletű 4'-(benzoil-ureido)-4-ciano-2',5,6'-triklór-difenil-éter-származékot — az (I) általános képletben R jelentése klór-, fluor- vagy brómatom vagy metilcsoport — tartalmaznak, 0,1—95 súly% koncentrációban, a növényvédelemben szokásos hordozó- vagy töltőanyagokkal — előnyösen folyékony oldószerekkel, cseppfolyósított hordozógázokkal és/vagy szilárd hordozóanyagokkal — és adott esetben felületaktív anyagokkal — előnyösen emulgeáló és/vagy habzást előidéző szerekkel vagy diszpergálószerekkel — összekeverve. A bejelentés tárgyához tartozik az új hatóanyagok előállítására szolgáló eljárás is.

Ismeretes, hogy bizonyos benzoil-karbamid-származékok, például az N-(2,6-diklór-benzoil)-N'-(4-klór-fenil)- illetve -3,4-diklór-fenil)-karbamid inszekticid hatású (2 123 236 számú német szövetségi köztársasági közrebocsátási irat). Az említett vegyületek — a szokásos koncentrációban alkalmazva — nem elég hatásosak.

Azt tapasztaltuk, hogy az új (I) általános képletű benzoil-ureido-difenil-éter származékokat tartalmazó készítmények erős inszekticid hatásúak.

Az új (I) általános képletű hatóanyagokat oly módon állíthatjuk elő, hogy

a) A (II) képletű 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-anilint valamilyen (III) általános képletű, magban helyettesített benzoil-izocianát-származékkal — a (III)

2

általános képletben R jelentése a megadott — reagáltunk 0—120 °C — előnyösen 60—85 °C — hőmérsékleten, adott esetben valamilyen inert szerves oldószer jelenlétében, vagy

5 b) a (IV) képletű 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-fenil-izocianátot valamilyen (V) általános képletű, magban helyettesített benzamid-származékkal — az (V) általános képletben R jelentése a megadott — reagáltunk 0—120 °C — előnyösen 60—85 °C — hőmérsékleten, adott esetben valamilyen inert szerves oldószer jelenlétében,

majd az a) vagy b) eljárásváltozattal kapott végterméket ismert módon izoláljuk.

15 Felismertük, hogy az új hatóanyagoknak sokkal erősebb az inszekticid hatásuk, mint az ismert, analóg szerkezetű és hatású vegyületeké.

Az a) reakcióvázat szemlélteti az a) eljárásváltozatot arra az esetre, ha kiindulási anyagként 3,5-diklór-anilint és 2-klór-benzoil-izocianátot alkalmazunk.

20 A b) reakcióvázat írja le a b) eljárásváltozatot, arra az esetre, ha kiindulási anyagként 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-fenil-izocianátot és 2-fluor-benzamidot használunk.

25 A találmány szerinti eljárásváltozatokhoz szükséges kiindulási anyagokat a (II)—(V) képletek definiálják. A (III) általános képletű kiindulási benzoil-izocianát-származékok — például a 2-klór-benzoil-izocianát — ismert vegyületek vagy ismert eljárások segítségével előállíthatók [A. J. Speziale: J. Org. Chem., 30 (12), 4306—4307 (1965)].

Az (V) általános képletű benzamid-származékok — például a 2-fluor-benzamid — ismert vegyületek vagy ismert eljárások segítségével előállíthatók (Beilstein: *Handbuch der organischen Chemie*, 9, 336).

Az említett (II) képletű vegyületet ugyancsak ismert eljárások segítségével állíthatjuk elő, például alkálifém-amino-fenolátból és 4-ciano-1,3-diklór-benzolból valamilyen oldószerben — például dimetil-szulfoxidban — [J. Schramm: *Justus Liebig's Annalen der Chemie*, 740, 169—179 (1970)].

A kapott (II) képletű vegyület amino-csoportja átalakítható valamilyen szokásos eljárással izocianát-csoporttá — például úgy, hogy az aminocsoportot tartalmazó vegyületet foszgénnel reagáltatjuk — és így jutunk a (IV) képletű, ugyancsak említett vegyülethez.

A (III) általános képletű helyettesített benzoil-izocianát-származékokra, mint kiindulási anyagokra, példaként a következő vegyületeket nevezzük meg:

- 2-klór-benzoil-izocianát,
- 2-fluor-benzoil-izocianát,
- 2-bróm-benzoil-izocianát,
- 2-metil-benzoil-izocianát.

Az (V) általános képletű helyettesített benzamid-származékokra, mint kiindulási anyagokra, példaként az alábbi vegyületeket nevezzük meg:

- 2-klór-benzamid,
- 2-fluor-benzamid,
- 2-bróm-benzamid,
- 2-metil-benzamid.

A találmány szerinti eljárásváltozatoknál előnyösen valamilyen inert szerves oldószert alkalmazunk. Erre a célra gyakorlatilag minden inert oldószer alkalmas, például előnyösen használhatunk alifás és aromás, adott esetben klórozott szénhidrogéneket — például benzolt, toluolt, xilolt, benzint, metilén-kloridot, kloroformot, szén-tetrakloridot, klór-benzolt —; étereket — például dietil- és dibutil-étert, dioxánt —; ketonokat — például acetont, metil-etil-ketont, metil-izopropil-ketont és metil-izobutil-ketont —; nitrileket — például acetonitrilt és benzonitrilt —.

A reakcióhőmérséklet széles határok között változtatható. Általában 0—120 °C — előnyösen 60—85 °C — hőmérsékleten dolgozunk.

A találmány szerinti eljárásváltozatoknak megfelelő reakciók általában légköri nyomáson mennek végbe és a reakció-komponenseket előnyösen ekvimoláris mennyiségben alkalmazzuk. Ha valamelyik komponenst feleslegben alkalmazzuk, úgy ez nem jár lényeges előnyről.

A b) eljárásváltozathoz szükséges (IV) képletű említett vegyületet közvetlenül adagoljuk, vagy — mint az amin és foszgén reakciótermékét tartalmazó reakcióelegyet — izolálás nélkül használhatjuk. Ehhez a reakcióelegyhez adunk valamilyen előbbieken említett oldószert és az (V) általános képletű reakciópartnert, például 2-fluor-benzamidot. A reakció a kívánt körülmények között végbemegy és a kiváló terméket a szokásos módon — például szűréssel, mosással és adott esetben átkristályosítással — izoláljuk.

Az (I) általános képletű hatóanyagok kristályosak és éles az olvadáspontjuk.

Az (I) általános képletű hatóanyagok alig toxikusak a melegvérűekkel szemben, a növények igen jól tűrik e vegyületeket, amelyekből készült készítményeknek kiváló az inszekticid hatásuk.

Éppen ezért sikeresen alkalmazhatók a találmány szerinti hatóanyagok a növényvédelemben kártevőirtó-szerként a rágó és szívó rovarok ellen. Ezek a hatóanyagok ezen kívül az állatgyógyászatban is használhatók.

A szívó rovarokhoz tartoznak például a levéltetvek (Aphidae), így a zöld őszibarackfa-levéltetű (*Myzus persicae*), a fekete bab-levéltetű (*Doralis fabae*), zab-levéltetű (*Rhopalosiphum padi*), borsó-levéltetű (*Macrosiphum pisi*), és a burgonya-levéltetű (*Macrosiphum solanifolii*), továbbá a ribizli-levéltetű (*Cryptomyzus korschelti*), almafa-levéltetű (*Sappaphis mali*), szilvafalevéltetű (*Myzus cerasi*); valamint a pajzstetvek (*Coccina*), például az oleander pajzstetű (*Aspidiotus hederae*) és a kehely-pajzstetű (*Lecanium hesperidum*), valamint a *Pseudococcus maritimus*; a hőlgyagoslábúak (*Thysanoptera*), így a sárgafarú üvegházi tripsz (*Hercinothrips femoralis*) és a poloskafélék, például a répa-poloska (*Piesma quadrata*), gyapot-poloska (*Dysdercus intermedius*), ágyi-poloska (*Cimex lectularius*), rabló-poloska (*Rhodnius prolixus*) és a *Triatoma infestans*, továbbá a kabócák, így az *Euscelis bilohatus* és *Nephotettix bipunctatus*.

A rágó rovarokhoz tartoznak például a lepkék, hernyók (*Lepidoptera*) így a káposzta-bagolylepke (*Plutella maculipennis*), a gyűrűs szövőlepke (*Lymantria dispar*), az aranyfarú szövőlepke (*Euproctis chrysorrhoea*) és a *Malacosoma neustria*, továbbá a káposztamoly (*Mamestra brassicae*) és a vetési bagoly (Agrotis segetum), a nagy téli araszoló (*Pieris brassicae*), kis araszolólepke (*Cheimatobia brumata*), tölgylonca (*Tortrix viridana*), a sereglég (*Laphygma frugiperda*) és az egyiptomi gyapottféreg (*Prodenia litura*), a *Hyponomeuta padella*, a lisztmoly (*Ephestia kuehniella*) és a nagy viasz-moly (*Galleria mellonella*).

A rágó rovarokhoz tartoznak továbbá a bogarak (*Coleoptera*), például a gabonabogár (*Sitophilus granarius*=*Calandra granaria*), burgonyabogár (*Leptinotarsa decemlineata*), sáskalevél-bogár (*Gastrophysa viridula*), tormalevél-bogár (*Phaedon cochleariae*), repcefénybogár (*Meligethes aeneus*), kis málnabogár (*Byturus tomentosus*), a babzsizsik (*Bruchidius*=*Acanthoscelides obtectus*), szalonnabogár (*Dermestes frischii*), a gabona porva (*Trogoderma granarium*), vörösbarna rizslisztbogár (*Tribolium castaneum*), kukorica-zsizsik (*Calandra* vagy *Sitophilus zeamais*), kenyérbogár (*Stegobium paniceum*), közönséges lisztbogár (*Tenebrio molitor*) és a gabonabogár (*Oryzaephilus surinamensis*), valamint a talajban élő fajok, például a drótférgek (*Agriotes spec.*) és a májusi cserebogár (*Melolontha melolontha*), a csótányok, így a német csótány (*Blattella germanica*), amerikai csótány (*Periplaneta americana*), madeirai csótány (*Leucophaea* vagy *Phypharobia madeirae*), konyhai csótány (*Blatta orientalis*), óriás csótány (*Blaberus giganteus*) és a fekete *Blaberus fuscus*, valamint *Henschoutedenia flexivitta*, továbbá az egyenes-szárnyúak (*Orthoptera*), például a házi tücsök (*Gryllus domesticus*); a termeszek, például a földi termes (*Reticulitermes flavipes*) és a hártyszárnyúak (*Hymenoptera*), így a hangyák, például a fekete fahangya (*Lasius niger*).

A kétszárnyúakhoz (*Diptera*) tartoznak például a legyek, így a közönséges muslica (*Drosophila melanogaster*), a földközi-tengeri gyümölcslegy (*Ceratitis capitata*), házilegy (*Musca domestica*), kis házilegy

(*Fannia canicularis*), kék döglégy (*Phormia regina*) és a kék dongólégy (*Calliphora erythrocephala*), valamint a szuronyos istállólegy (*Stomoxys calcitrans*), továbbá a szúnyogok, így a sárgalázszúnyog (*Aedes aegypti*), dalos szúnyog (*Culex pipiens*) és a maláriaszúnyog (*Anopheles stephensi*).

Az atkákhöz (*Acarina*) tartoznak például a fonóatkák (*Tetranychidae*), így a babfonóatka (*Tetranychus telarius* = *Tetranychus althaeae* vagy *Tetranychus urticae*) és a gyümölcsfa-fonóatka (*Paratetranychus pilosus* = *Panonychus ulmi*), a takácsatkák, például a ribizli-takácsatka (*Eriophyes ribis*), és a tarsonamidák, például a Hemitarsonemuslatus és a ciklámenatka (*Tarsonemus pallidus*), végül a kullancsok, így a bőrkullancs (*Ornithodoros moubata*).

Ha a hatóanyagokat az egészségvédelemben és a raktározott készletek védelmében használjuk, különösen legyek és szúnyogok irtására, kitűnő maradékhatásukkal tűnnek ki fán és agyagon, valamint jó alkálisztatással meszelt felületeken.

A találmány szerinti hatóanyagokat a szokásos készítményekké alakíthatjuk: oldatokká, emulziókká, szuszpenziókká, porokká, pasztákká és granulátumokká.

Ezeket a készítményeket ismert módon állítjuk elő, például oly módon, hogy elkeverjük a hatóanyagokat töltőanyagokkal — például folyékony hordozóanyagokkal, cseppfolyósított hordozógázokkal és/vagy szilárd hordozóanyagokkal — adott esetben felületaktív anyagok — például emulgeálószerke — alkalmazása mellett. Ha töltőanyagként vizet használunk, segédoldószereket — például szerves oldószereket — alkalmazhatunk.

Folyékony oldószerként a következőket használhatjuk: aromás szénhidrogéneket, például xilolt, toluolt, benzolt, vagy alkilnaftalíneket; klórozott aromás vagy alifás szénhidrogéneket, például klór-benzolokat, klór-etiléneket vagy metilén-kloridot; cikloalifás szénhidrogéneket, például ciklohexánt; vagy paraffíneket, például kőolaj-frakciókat; alkoholokat, például butanolt vagy glikolt, valamint ezen alkoholok étereit vagy észtereit; ketonokat, például acetont, metil-etil-ketont, metil-izobutil-ketont vagy ciklohexanont; erősen poláros oldószereket, például dimetil-formamidot, dimetil-szulfoxidot, valamint vizet.

Cseppfolyósított hordozógázok alatt olyan folyadékokat értünk, amelyek közönséges hőmérsékleten és nyomáson gázhalmazállapotúak, például aeroszol-hajtógázok, így halogénezett szénhidrogének, például a freon.

Szilárd hordozóanyagok lehetnek a természetes közetlisztek, például a kaolinok, agyagok, talkum, kréta, attapulgit, montmorillonit vagy diatomaföld és szintetikus közetlisztek, például a nagy diszperzitásfokú kovasavak, alumínium-oxid, és a szilikátok.

Emulgeáló és/vagy habzást előidéző szerekként megemlítjük a nemionos és anionos emulgeátorokat, például a polioxietilén-zsír-sav-észtereit, polioxietilén-zsír-alkoholétereket, például az alkil-aril-poliglikolétereket, alkil-szulfonátokat, alkil-szulfátokat, aril-szulfonátokat, valamint a fehérje-hidrolizátumokat.

Diszpergálószerként megemlítjük a lignint, szulfitszenylyugokat és a metil-cellulózt.

A készítmények tartalmazhatnak a találmány szerinti hatóanyagokon kívül egyéb ismert hatóanyagokat is.

A találmány szerinti készítmények 0,1—95 súly%

— előnyösen 0,5—90 súly% — hatóanyagot tartalmaznak.

Az (I) általános képletű hatóanyagokat, készítményeik alakjában, alkalmazhatjuk, melyekből alkalmazásra kész oldatot, emulziót, szuszpenziót, port, pasztát és granulátumot készíthetünk. A felhasználás több módon — például permetezéssel, porlasztással, ködösítéssel, porozással, öntözéssel, csávázással és inkrusztálással — történik.

A találmány szerinti készítményekből készült alkalmazásra kész készítmények hatóanyag-koncentrációja széles határok között változhat. Általában már kielégítő hatás mutatkozik 0,0001—10 súly% — célszerűen 0,01—1 súly% — koncentráció esetében.

A találmány szerinti hatóanyagokat jó eredménnyel alkalmazhatjuk az ULV-eljárás (ultra-low volume, ultra-kistérfogat) szerint, ahol is a hatóanyag-koncentráció 95 súly%-ig emelhető.

20

Készítménypéldák

1. Porozószer

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítás céljából 5 súlyrész 1. képletű hatóanyagot összekeverünk 95 súlyrész természetes közetliszttel és a keveréket porfinomságúra őröljük.

Az így kapott porkészítményt a kívánt mennyiségben porlasztjuk a növényre vagy annak életterére.

30

2. Permetezhető por (diszpergálható por)

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítás céljából 35 50 súlyrész 3. képletű hatóanyagot összekeverünk 1 súlyrész dibutil-naftalin-szulfonáttal, 4 súlyrész lignin-szulfonáttal, 8 súlyrész nagy diszperzitásfokú kovasavval és 37 súlyrész természetes közetliszttel, és a kapott keveréket porrá őröljük. Finom, folyóképes port kapunk. A diszpergálható port a felhasználás előtt annyi vízzel keverjük el, hogy a kapott készítmény a hatóanyagot a kívánt koncentrációban tartalmazza. A kapott diszperziót a szokásos permetezőberendezések bármelyikével alkalmazhatjuk.

40

3. Emulgeálható koncentrátum

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítás céljából 25 súlyrész 2. képletű hatóanyagot feloldunk 55 súlyrész xilol és 10 súlyrész ciklohexanon elegyében. Az oldathoz emulgeátorként hozzáadunk 10 súlyrészt egy dodecil-benzol-szulfonsav-kalciumsóból és nonil-fenil-poliglikoléterből álló keverékből. Tiszta oldatot kapunk, amelyet felhasználás előtt annyi vízzel keverünk el, hogy a kapott emulzió a hatóanyagot a kívánt koncentrációban tartalmazza. Az emulziót permetezéssel visszük fel a növényekre illetve környezetükbe.

50

4. Granulátum

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítás céljából 91 súlyrész 0,5—1,0 mm szemcsenagyságú homokhoz 2 súlyrész fonóolajat, majd 7 súlyrész finomra őrölt hatóanyag-előkeveréket — 75 súlyrész 4. képletű hatóanyag és 25 súlyrész természetes közetliszt — adunk. A kapott

65

keveréket addig keverjük egy alkalmas keverőberendezésben, amíg egyenletes, szabadon folyó és porzásmentes granulátumot kapunk.

A granulátumot a kívánt mennyiségben szórjuk a növényre vagy annak életterére.

5. Nedvesíthető por

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítása céljából 90 súlyrész 1. képletű hatóanyagot elkeverünk 1 súlyrész dibutil-naftalin-szulfonáttal, 4 súlyrész lignin-szulfonáttal, 3 súlyrész nagy diszperzításfokú kovással és 2 súlyrész kaolinnal, és a kapott keveréket porrá őröljük. A kapott por vízzel jól nedvesíthető, és vízzel elkeverve egyöntetű, viszonylag stabil diszperziót szolgáltat, amely a szokásos permetező-berendezésekkel jól perme-
tezhető. A nedvesíthető port a felhasználás előtt annyi vízzel keverjük el, hogy a kapott készítmény a hatóanya-
got a kívánt koncentrációban tartalmazza.

A találmány szerinti hatóanyagok alkalmazási lehetőségeit a következő alkalmazástechnikai példák illusztrálják:

Alkalmazástechnikai példák

A) példa

Phaedon-lárva-próba

Oldószer: 3 súlyrész dimetil-formamid

Emulgeátor: 1. súlyrész alkil-aril-poliglikoléter

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítása céljából 1 súlyrész hatóanyagot összekeverünk a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral, és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációra hígítjuk.

A hatóanyag-készítménnyel káposztaleveleket (*Brassica oleracea*) csuromvizesre permetezünk és betelepítjük tormaevélbogár (*Phaedon cochleariae*) lárvákkal.

Megadott idő után százalékban meghatározzuk a pusztulási fokot. 100% azt jelenti, hogy az összes bogárlárva elpusztult, 0% azt jelenti, hogy egy bogárlárva sem pusztult el.

A hatóanyagokat, hatóanyag-koncentrációkat, kiértékelési időket és a kapott eredményeket az I. táblázatban adjuk meg:

I. Táblázat
Phaedon-lárva-próba

A hatóanyag képletének jele	Hatóanyag-koncentráció (%)	Pusztulási fok (%) 3 nap múlva
K ₁ (ismert)	0,1	100
	0,01	15
1	0,1	100
	0,01	90

B) példa

Plutella-próba

Oldószer: 3 súlyrész dimetil-formamid

Emulgeátor: 1 súlyrész alkil-aril-poliglikoléter

5

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítása céljából 1 súlyrész hatóanyagot összekeverünk a megadott mennyiségű oldószerrel és a megadott mennyiségű emulgeátorral, és a koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációra hígítjuk.

A hatóanyag-készítménnyel káposztaleveleket (*Brassica oleracea*) csuromvizesre permetezünk és betelepítjük a káposztabagolylepke (*Plutella maculipennis*) hernyókkal.

Megadott idő után százalékban meghatározzuk a pusztulási fokot. 100% azt jelenti, hogy az összes hernyó elpusztult, 0% azt jelenti, hogy egy hernyó sem pusztult el.

A hatóanyagokat, hatóanyag-koncentrációkat, kiértékelési időket és a kapott eredményeket a II. táblázatban adjuk meg:

II. Táblázat

A hatóanyag képletének jele	Hatóanyag-koncentráció (%)	Pusztulási fok (%) 8 nap múlva
K ₂ (ismert)	0,1	65
	0,01	0
K ₁ (ismert)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	15
3	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
1	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
2	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
4	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100

C) példa

Parazita légyarávakkal végzett próba

Oldószer: 35 súlyrész etilén-poliglikol-monometil-éter
Emulgeátor: 35 súlyrész nonil-fenol-poliglikoléter

Alkalmas hatóanyag-készítmény előállítása céljából 30 súlyrész hatóanyagot összekeverünk a megadott mennyiségű oldószerrel, amely a megadott mennyiségű emulgeátort tartalmazza, és a kapott koncentrátumot vízzel a kívánt koncentrációra hígítjuk.

Körülbelül 20 darab légyarávát (*Lucilia cuprina*) olyan kémcsőbe helyezünk, amely körülbelül 2 cm³ lóizomzatot tartalmaz. Erre a lóhúsról 0,5 ml hatóanyag-készítményt viszünk fel.

24 óra múlva meghatározzuk a százalékos pusztulást. 100% azt jelenti, hogy az összes lárva elpusztult, 0% azt jelenti, hogy egy lárva sem pusztult el.

A hatóanyagokat, az alkalmazott koncentrációkat és a kapott eredményeket a III. táblázatban adjuk meg:

III. Táblázat
Lucilia cuprina (rezisztens) próba

A hatóanyag képletének jele	Hatóanyag- koncentráció (%)	Pusztulási fok (%)
K ₂ (ismert) 2	1000	0
	1000	100
	300	100
3	1000	100
	300	100
1	1000	100
	300	100

Előállítási példák

1. példa (1. képlet)

4-Ciano-4'-{N-[N'-(o-klór-benzoil)]-ureido}-2',5,6'-triklór-difenil-éter

9,4 g (0,03 mól) 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-anilin 100 ml toluolos oldatához hozzásepegtetjük 80 °C hőmérsékleten 5,5 g (0,03 mól) 2-klór-benzoil-izocianát 20 ml toluolos oldatát. A reakcióelegyet 1 óra hosszat keverjük 60 °C hőmérsékleten. Lehűlés után leszívjuk a kivált terméket, és előbb toluollal, majd petroléterrel mossuk. Szárítás után 10,0 g (67%) analitikailag tiszta cím szerinti terméket kapunk. Op.: 194 °C.

2. példa (2. képlet)

4-Ciano-4'-{N-[N'-(2-fluor-benzoil)]-ureido}-2',5,6'-triklór-difenil-éter

6,3 g (0,02 mól) 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-anilin 100 ml toluolos oldatához 80 °C hőmérsékleten 3,3 g (0,02 mól) 2-fluor-benzoil-izocianát 20 ml toluolos oldatát csepegtetjük. A reakcióelegyet 80 °C hőmérsékleten 1 óra hosszat keverjük, majd, amikor lehűlt 20 °C-ra, leszívjuk a kivált terméket és előbb toluollal, azután petroléterrel mossuk. Szárítás után 7 g (73%) cím szerinti terméket kapunk. Op.: 201 °C.

Az 1. és 2. példákkal analóg módon kapjuk a következő vegyületeket:

IV. Táblázat

A vegyület képletszáma	Azonosítási adat (op. °C)	Kitermelés (%)
3	186	63
4	224	74

3. példa (1. képlet)

4-Ciano-4'-{N-[N'-(o-klór-benzoil)]-ureido}-2',5,6'-triklór-difenil-éter

5

4,67 g (0,03 mól) 2-klór-benzamid 100 ml toluolos oldatához 80—100 °C hőmérsékleten hozzásepegtetjük 10,3 g (0,03 mól) 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-fenil-izocianát 20 ml toluolos oldatát. A reakcióelegyet 2 óra hosszat keverjük 100 °C hőmérsékleten. Lehűlés után leszívjuk a kivált terméket és 100 ml etanollal forraljuk, forrón szűrjük, majd acetonitril és dioxán elegyből átkristályosítjuk. 12,4 g (83,5%) cím szerinti terméket kapunk. Op.: 194 °C.

15

Szabadalmi igénypontok

1. Inszekticid készítmények, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként valamilyen (I) általános képletű 4'-(benzoil-ureido)-4-ciano-2',5,6'-triklór-difenil-éter-származékot — az (I) általános képletben

R jelentése klór-, fluor- vagy brómatom vagy metilcsoport —

25 tartalmaznak 0,1—95 súly% koncentrációban, a növényvédelemben szokásos hordozó- vagy töltőanyagokkal — előnyösen folyékony oldószerekkel, cseppfolyósított hordozógázokkal és/vagy szilárd hordozóanyagokkal — és adott esetben felületaktív anyagokkal — előnyösen emulgeáló és/vagy habzást előidéző szerekkel vagy diszpergálószerekkel — összekeverve.

2. Eljárás az 1. igénypont szerinti inszekticid készítmények hatóanyagaként alkalmazható valamilyen új, (I) általános képletű 4'-(benzoil-ureido)-4-ciano-2',5,6'-triklór-difenil-éter-származék — az (I) általános képletben

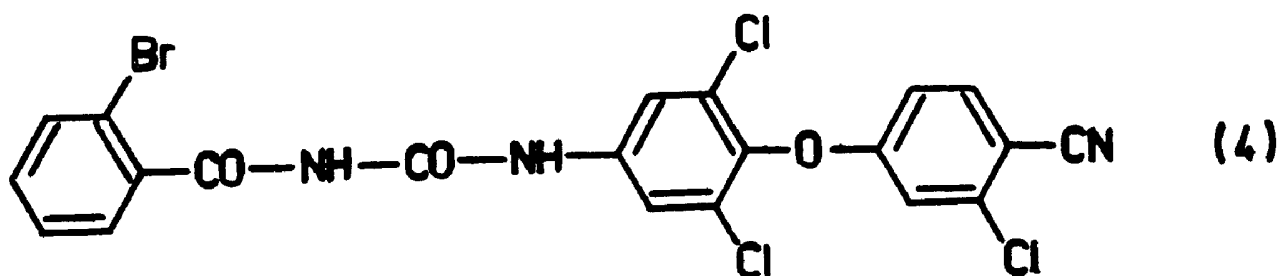
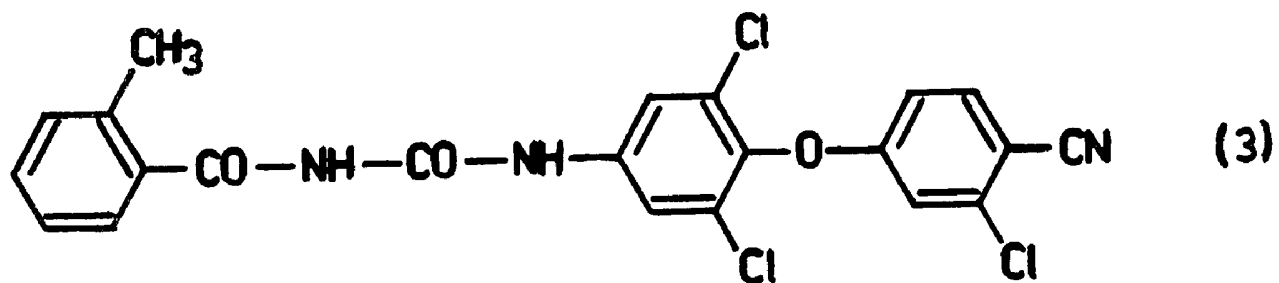
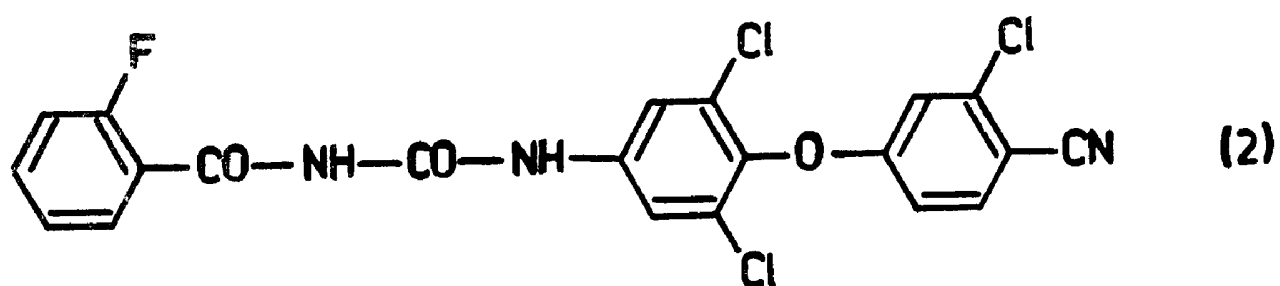
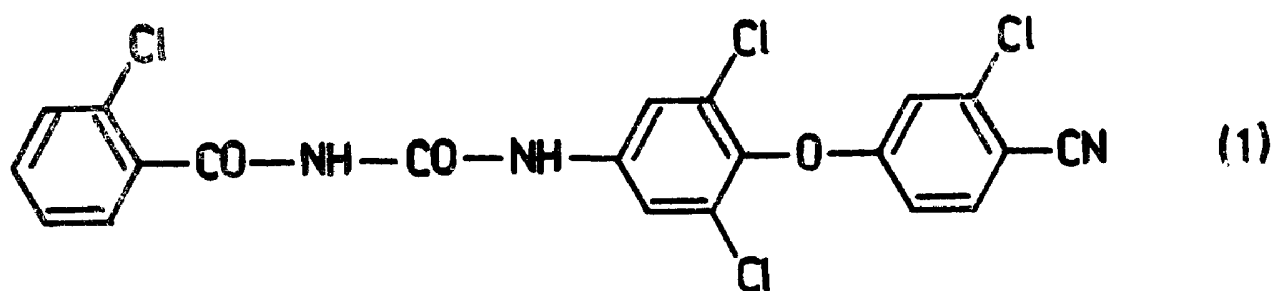
R jelentése klór-, fluor- vagy brómatom vagy metilcsoport —

előállítására, azzal jellemezve, hogy

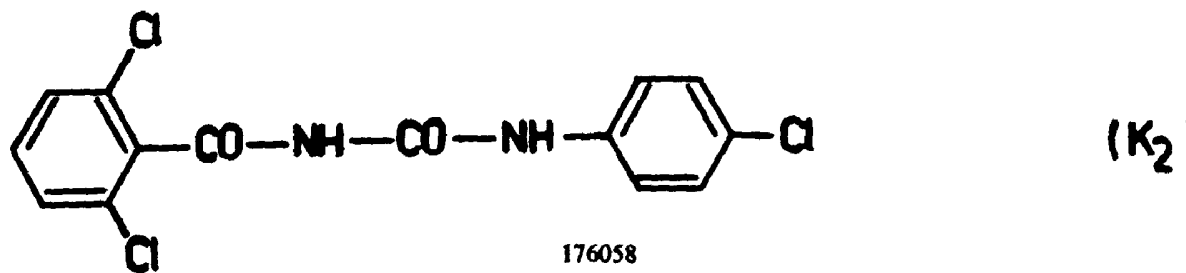
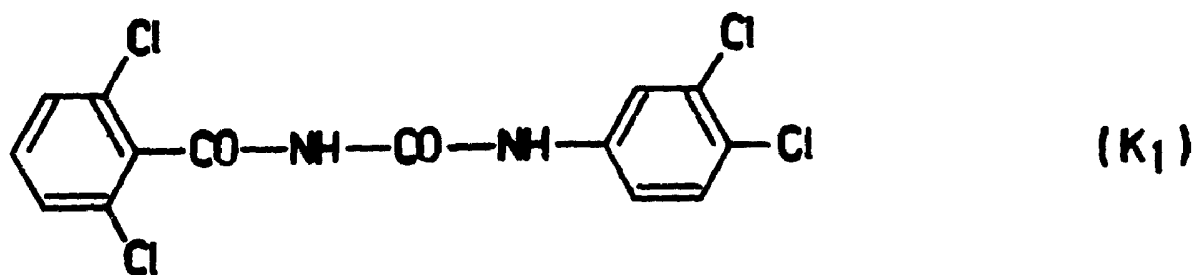
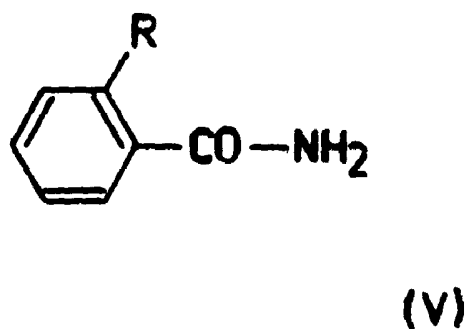
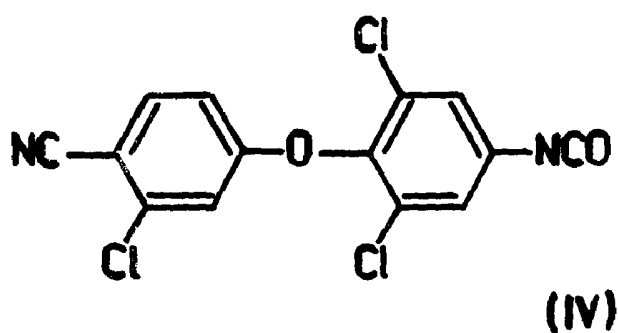
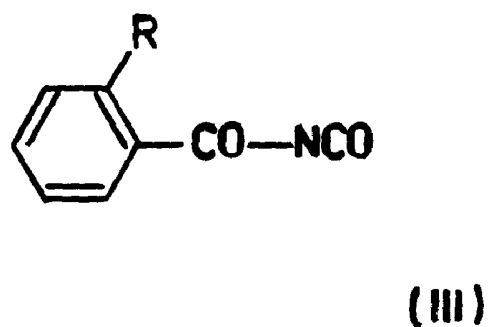
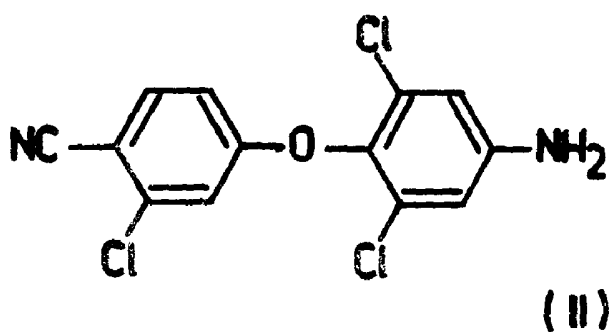
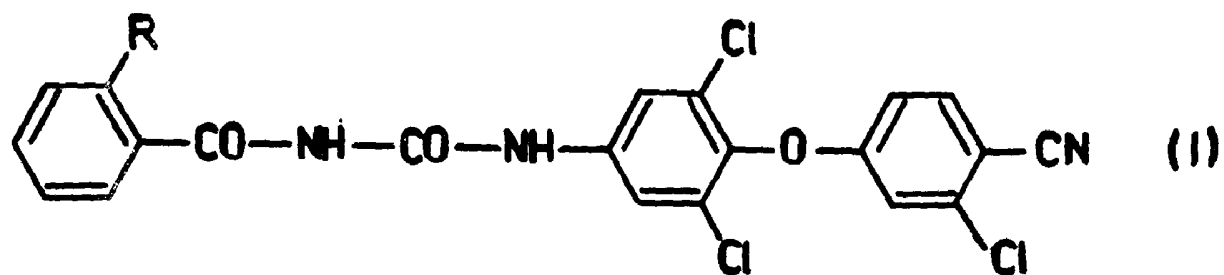
a) a (II) képletű 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-anilint valamilyen (III) általános képletű, magban helyettesített benzoil-izocianát-származékkal — a (III) általános képletben R jelentése a fenti — reagáltatunk 0—120 °C — előnyösen 60—85 °C — hőmérsékleten, adott esetben valamilyen inert szerves oldószer jelenlétében, vagy

b) a (IV) képletű 4-(4'-ciano-3'-klór-fenoxi)-3,5-diklór-fenil-izocianátot valamilyen (V) általános képletű, magban helyettesített benzamid-származékkal — az (V) általános képletben R jelentése a fenti — reagáltatunk 0—120 °C — előnyösen 60—85 °C — hőmérsékleten, adott esetben valamilyen inert szerves oldószer jelenlétében, majd az a) vagy b) eljárásváltozattal kapott végterméket ismert módon izoláljuk.

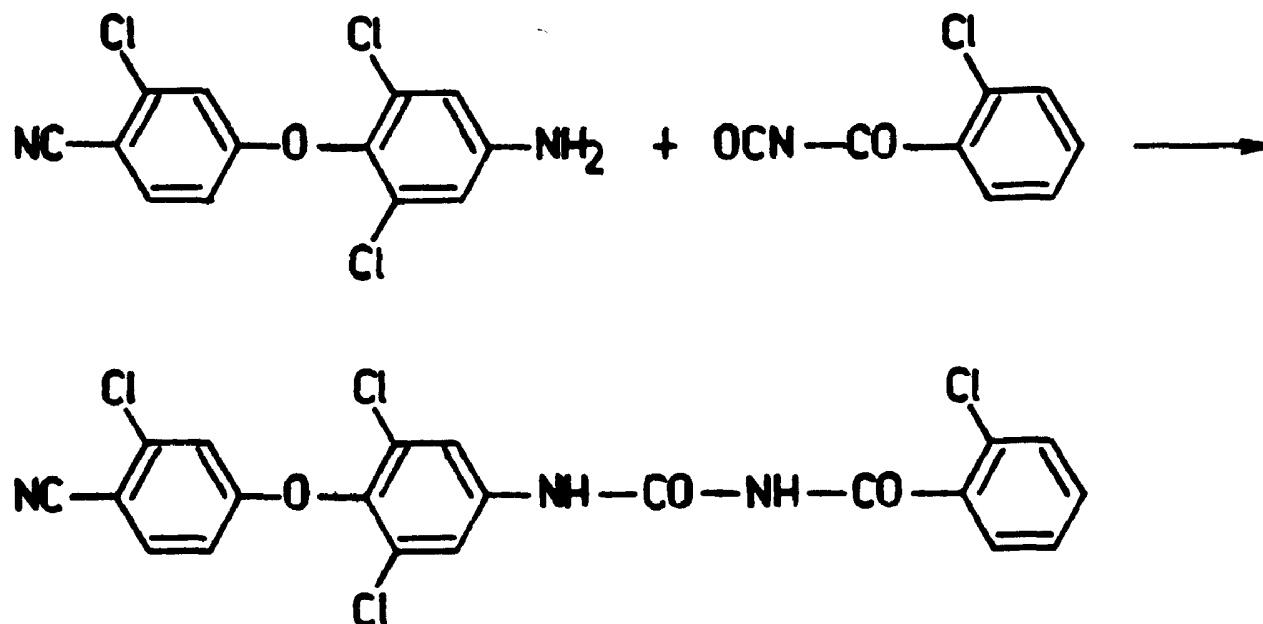
3 db rajz



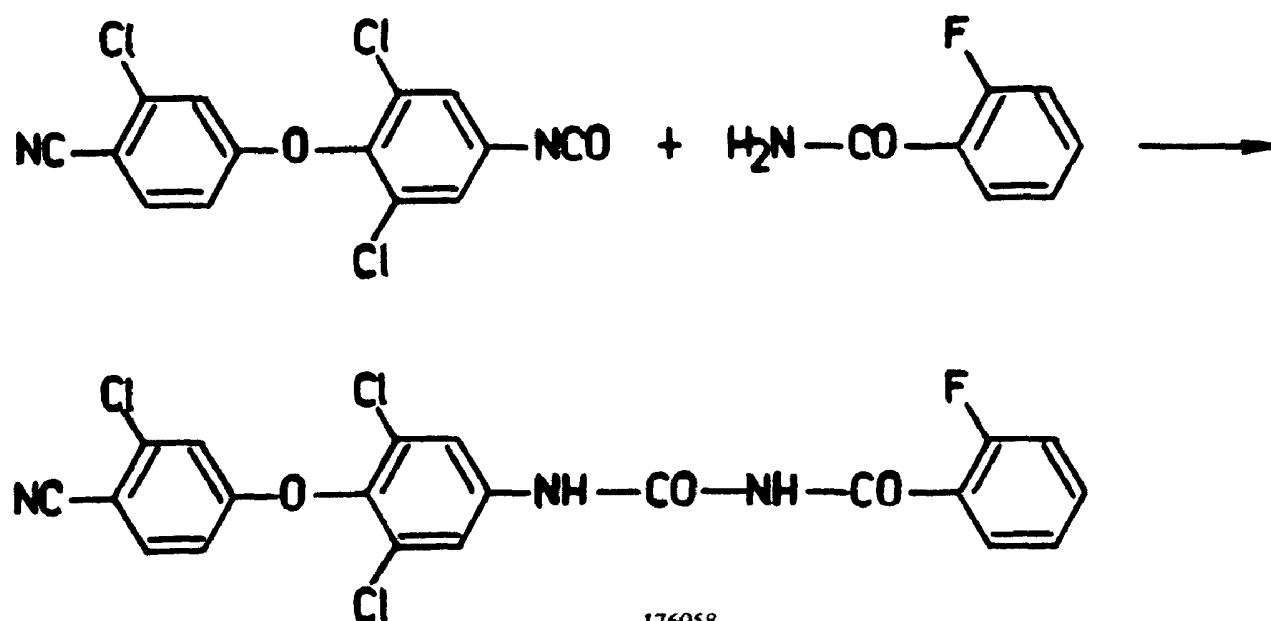
176058
 Nemzetközi osztályozás:
 C 07 C 127/19
 A 01 N 9/20



a.) reakcióvázlat



b.) reakcióvázlat



176058
 Nemzetközi osztályozás:
 C 07 C 127/19
 A 01 N 9/20