



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

207631
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
A 01 N 57/16

(22) Přihlášeno 11 07 78
(21) [PV 4647-78]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 15 07 77
(P 27 32 101.3)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 02 84

(72)

Autor vynálezu

MAURER FRITZ dr., WUPPERTAL a HAMMANN INGEBORG dr., KÖLN
(NSR)

(73)

Majitel patentu

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT, LEVERKUSEN (NSR)

(54) Insekticidní a akaricidní prostředek a způsob výroby účinných látek

1

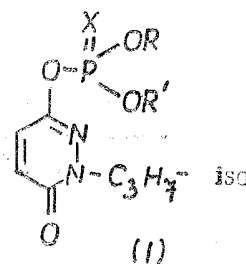
Vynález se týká nových esterů pyridazinon(thiono)fosforečných kyselin, způsobu jejich výroby a jejich použití jako insekticidů a akaricidů.

Je již známo, že O,O-dialkyl-O-pyridazinyl-estery thionofosforečné kyseliny, jako například O,O-diethyl-O-(1-fenyl-1,6-dihydro-pyridaz-6-on-3-yl)ester thionofosforečné kyseliny, se vyznačují insekticidní a akaricidní účinností (viz americký patentový spis č. 2 759 937).

Látky strukturně příbuzné níže definovaným sloučeninám podle vynálezu jsou rovněž popsány v DAS č. 1 018 871, v němž však není konkrétně uvedena žádná sloučenina spadající do rozsahu vynálezu. Mimoto sloučeniny podle vynálezu oproti látkám konkrétně popsaným v DAS č. 1 018 871 vykazují i při velmi nízkých koncentracích značně vyšší účinnost.

Nyní byly připraveny nové estery pyridazinon(thiono)fosforečných kyselin obecného vzorce I,

2



ve kterém

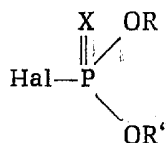
každý ze symbolů R a R', které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená vždy methylovou, ethylovou nebo propylovou skupinu a

X představuje atom kyslíku nebo síry.

Tyto nové sloučeniny se vyznačují silnou insekticidní a akaricidní účinností.

Dále bylo zjištěno, že nové estery pyridazinon(thiono)fosforečných kyselin shora u-

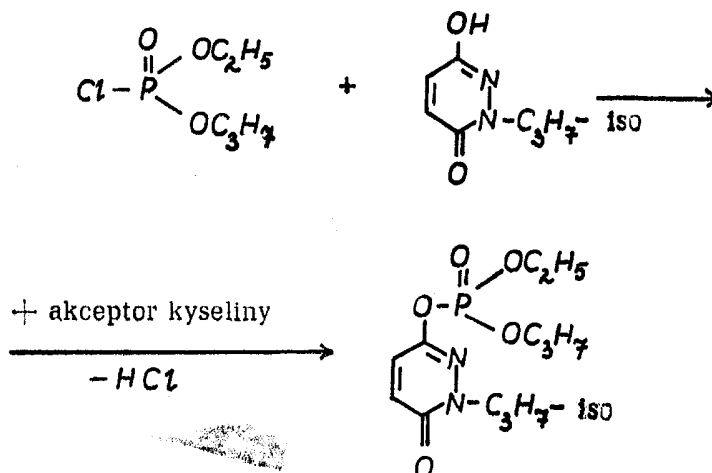
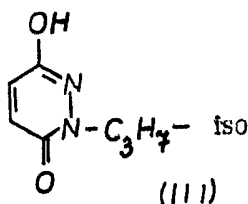
vedeného obecného vzorce I se získají tak, že se diesterhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce II,



(II),

ve kterém

R, R' a X mají shora uvedený význam a Hal představuje atom halogenu, s výhodou chloru, nechají reagovat s 1,6-dihydro-3-hydroxy-1-isopropylpyridazin-6-onem vzorce III,



Diesterhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce II, používané jako výchozí látky, jsou známé a lze je snadno připravit a to i v technickém měřítku, postupy známými z literatury. Ve výchozích látkách obecného vzorce II představuje X s výhodou atom síry.

Jako další výchozí materiál používaný 1,6-dihydro-3-hydroxy-1-isopropylpyridazin-6-on vzorce III lze rovněž připravit postupy známými z literatury.

Způsob výroby účinných látek podle vynálezu se s výhodou provádí za použití vhodných rozpouštědel nebo ředidel. Jako vhodná rozpouštědla nebo ředidla přicházejí v úvahu prakticky všechna inertní rozpouštědla, k nimž náleží zejména alifatické

popřípadě ve formě soli s alkalickým kovem, kovem alkalické zeminy nebo amoniové soli, nebo popřípadě v přítomnosti akceptoru kyseliny a popřípadě v přítomnosti rozpouštědla.

Estery pyridazinon(thiono)fosforečných kyselin obecného vzorce I podle vynálezu překvapivě vykazují lepší insekticidní a akaricidní účinek než dříve známé sloučeniny analogické konstituce a stejného zaměření účinku. Sloučeniny podle vynálezu tudíž představují skutečné obohacení dosa-
vadního stavu techniky.

Použijí-li se jako výchozí látky při práci způsobem podle vynálezu například O-ethyl-O-propyldiesterchlorid kyseliny fosforečné a 1,6-dihydro-3-hydroxy-1-isopropylpyridazin-6-on, je možno průběh reakce podle vynálezu popsat následujícím reakčním schématem:

ké a aromatické, popřípadě chlorované uhlovodíky, jako benzen, toluen, xylene, benzin, methylenchlorid, chloroform, tetrachlormethan, chlorbenzen, nebo ethery, například diethylether, dibutylether a dioxan, dále ketony, jako aceton, methylethylketon, methylisopropylketon a methylisobutylketon, a mimo to nitrily, jako acetonitril a propionitril.

Jako akceptory kyseliny je možno použít všechna obvyklá činidla vážící kyselinu. Zvláště se osvědčily uhlíčitany a alkoxidy alkalických kovů, jako uhlíctan, methoxid, popřípadě ethoxid sodný a draselný, a dále alifatické, aromatické nebo heterocyklické aminy, jako například trimethylamin, triethylamin, dimethylanilin, dimethylbenzylamin a pyridin.

Reakční teplota se může pohybovat v širokých mezích. Obecně se pracuje při teplotě mezi 0 a 100 °C, s výhodou při teplotě 20 až 60 °C.

Reakce se obecně provádí za normálního tlaku.

Při práci způsobem podle vynálezu se výchozí látky s výhodou používají v ekvivalentním poměru. Nadbytek některé z reakčních komponent nepřináší žádné podstatnější výhody. Postupuje se obvykle tak, že se reakční složky uvedou do styku v některém z výše uvedených rozpouštědel a směs se k dokončení reakce jednu nebo několik hodin míchá, většinou při zvýšené teplotě. K reakční směsi se pak přidá organické rozpouštědlo, například toluen a organická fáze se obvyklým způsobem zpracuje promytím, vysušením a oddestilováním rozpouštědla.

Nové sloučeniny podle vynálezu rezultují ve formě olejů, které se většinou nedají destilovat bez rozkladu, jež se však čistí tzv. „dodestilováním“, tj. delším záhřevem za sníženého tlaku na středně zvýšenou teplotu, jímž se zbaví posledních zbytků těkavých podílů. K charakterizaci těchto sloučenin slouží index lomu.

Jak již bylo uvedeno výše, estery pyridazinon(thion)fosforečných kyselin podle vynálezu se vyznačují vynikající insekticidní a akaricidní účinností.

Tyto sloučeniny působí nejen proti škůdcům rostlin, škůdcům v oblasti hygieny a škůdcům zásob, ale i v oblasti veterinární medicíny proti zvířecím parazitům (ektoparazitům), jako proti parazitujícím larvám dvoukřídlých. Popisované sloučeniny vykazují při nízké fytotoxicitě dobrý účinek jak proti savému, tak i proti žravému hmyzu a roztočovitým.

Z uvedených důvodů je možno sloučeniny podle vynálezu s úspěchem používat jako činidla k hubení škůdců při ochraně rostlin, jakož i v oblasti hygieny, při ochraně zásob a ve veterinárním sektoru.

Účinné látky podle vynálezu mají dobrou snášitelnost pro rostliny a příznivou toxicitu pro teplokrevné a hodí se k hubení škůdců, zejména hmyzu a svluškovitých v zemědělství, lesním hospodářství, při ochraně zásob a materiálů, jakož i v oblasti hygieny. Zmíněné látky jsou účinné proti normálně citlivým i rezistentním druhům, jakož i proti všem nebo jen jednotlivým vývojovým stádiím škůdců. K výše zmíněným škůdcům patří:

z řádu stejnonožců (Isopoda) například stínka zední (*Oniscus asellus*), svinka obecná (*Armadillidium vulgare*), stínka obecná (*Porcelio scaber*),

z třídy mnohonožek (Diplopoda) například

mnohonožka slepá (*Blaniulus guttulatus*),

z třídy stonožek (Chilopoda) například zemívka (*Geophilus carpophagus*),

strašník (*Scutigera spec.*),

z třídy stonoženek (Symphyla) například *Scutigerella immaculata*,

z řádu šupinušek (*Thysanura*) například rybenka domácí (*Lepisma saccharina*),

z řádu chvostoků (*Collembola*) například

larvěnka obecná (*Onychiurus armatus*),

z řádu rovnokřídlých (Orthoptera) například

šváb obecný (*Blatta orientalis*),

šváb americký (*Periplaneta americana*),

Leucophaea maderae,

rus domácí (*Blattella germanica*),

cvrček domácí (*Acheta domesticus*),

krtonožka (*Gryllotalpa spec.*),

saranče stěhovavá (*Locusta migratoria migratorioides*),

melanoplus differentialis,

saranče pustinná (*Schistocerca*

gregaria),

z řádu škvorů (Dermaptera) například

škvor obecný (*Forficula auricularia*),

z řádu všekazů (Isoptera) například

všekaz (*Reticulitermes spec.*),

z řádu vší (Anaplura) například

mšička (*Phylloxera vastatrix*),

dutilka (*Pemphigus spec.*),

veš šatní (*Pediculus humanus corporis*),

Haematopinus spec.,

Linognathus spec.,

z řádu všenek (Mallophaga) například

všenka (*Trichodectes spec.*),

Damalinea spec.,

z řádu třásnokřídlých (Thysanoptera) například

třásněnka hnědonohá (*Hercinothrips femoralis*),

třásněnka zahradní (*Thrips tabaci*),

z řádu ploštic (Heteroptera) například

kněžice (*Eurygaster spec.*),

Dysdercus intermedius,

sítěnka řepná (*Piesma quadrata*),

štěnice domácí (*Cimex lectularius*),

Rhodnius prolixus,

Triatoma spec.,

z řádu stejnokřídlých (Homoptera) například

molice zelná (*Aleurodes brassicae*),

Bemisia tabaci,

molice skleníková (*Trialeurodes*

vaporariorum),

mšice bavlníková (*Aphis gossypii*),

mšice zelná (*Brevicoryne brassicae*),

mšice rybízová (*Cryptomyzus ribis*),

mšice maková (*Doralis fabae*),

mšice jabloňová (*Doralis pomi*),

vlnatka krvavá (*Eriosoma lanigerum*),

mšice (*Hyalopterus arundinis*),

Macrosiphum avenae,

Myzus spec.,

mšice chmelová (*Phorodon humuli*),

mšice střemchová (*Rhopalosiphum padi*),

pidikřísek (*Empoasca spec.*),

křísek (*Euscelis bilobatus*),

Nephotettix cincticeps,

Lecanium corni,

puklice (*Saissetia oleae*),
Leodelphax striatellus,
Nilaparvata lugens,
Aonidiella aurantii,
 štítěnka břečťanová (*Aspidiotus hederæ*),
 červec (*Pseudococcus spec.*),
 mera (*Psylla spec.*),
 z řádu motýlů (*Lepidoptera*), například
Pectinophora gossypiella,
 píďalka tmavoskvrnáč (*Bupalus piniarius*),
Cheimatobia brumata,
 klíněnka jabloňová (*Lithocolletis blancardella*),
 mol jabloňový (*Hyponomeuta padella*),
 předivka polní (*Plutella maculipennis*),
 bourovec prstěncitý (*Malacosoma neustria*),
 bekyně pižmová (*Euproctis chrysorrhoea*),
 bekyně (*Lymantria spec.*),
Bucculatrix thurberiella,
 listovníček (*Phyllocnistis citrella*),
 osenice (*Agrotis spec.*),
 osenice (*Euxoa spec.*),
Feltia spec.,
Earias insulana,
 šedavka (*Heliothis spec.*),
 blýskavka červivcová (*Laphygma exigua*),
 můra zelná (*Mamestra brassicae*),
 můra sosnokaz (*Panolis flammea*),
Prodenia litura,
Spodoptera spec.,
Trichoplusia ni,
Carpocapsa pomonella,
 bělásek (*Pieris spec.*),
Chilo spec.,
 zavíječ kukuřičný (*Pyrausta nubilalis*),
 mol moučný (*Ephestia kuehniella*),
 zavíječ voskový (*Galleria mellonella*),
 obaleč (*Cacoecia podana*),
Capua reticulana,
Choristoneura fumiferana,
Clysia ambiguella,
Homona magnanima,
 obaleč dubový (*Tortrix viridana*),
 z řádu brouků (*Coleoptera*) například
 červotoč proužkovaný (*Anobium punctatum*),
 korovník (*Rhizopertha dominica*),
Bruchidius obtectus,
 zrnokaz (*Acanthoscelides obtectus*),
 tesařík krokový (*Hytropus bajulus*),
 bázlivec olšový (*Agelastica alni*),
 mandelinka bramborová (*Leptinotarsa decemlineata*),
 mandelinka řeřišnicová (*Phaedon cochleariae*),
Diabrotica spec.,
 dřepčík olejkový (*Psylliodes chrysocephala*),
Epilachna varivestis,
 maločlenec (*Atomaria spec.*),
 lesák skladištní (*Oryzaephilus surinamensis*),
 květopas (*Anthonomus spec.*),
 pilous (*Sitophilus spec.*),

lalokonosec rýhovaný (*Otiorrhynchus sulcatus*),
Cosmopolites sordidus,
 krytonosec šešulový (*Ceuthorrhynchus assimilis*),
Hypera postica,
 kožojed (*Dermestes spec.*),
Trogoderma spec.,
 rušník (*Anthrenus spec.*),
 kožojed (*Attagenus spec.*),
 hrbohlav (*Lyctus spec.*),
 blýskáček řepkový (*Meligethes aeneus*),
 vrtavec (*Ptinus spec.*),
 vrtavec plstnatý (*Niptus hololeucus*),
Gibbium psylloides,
 potěmník (*Tribolium spec.*),
 potěmník moučný (*Tenebrio molitor*),
 kovařík (*Agriotes spec.*),
Conoderus spec.,
 chroust obecný (*Melolontha melolontha*),
 chroustek letní (*Amphimallon solstitialis*),
Costelytra zealandica,
 z řádu blanokřídlých (*Hymenoptera*)
 například
 hřebenule (*Diprion spec.*),
 pilatka (*Hoplocampa spec.*),
 mravenec (*Lasius spec.*),
Monomorium pharaonis,
 sršeň (*Vespa spec.*),
 z řádu dvoukřídlých (*Diptera*) například
 komár (*Aedes spec.*),
 anofeles (*Anopheles spec.*),
 komár (*Culex spec.*),
 octomilka obecná (*Drosophila melanogaster*),
 moucha (*Musca spec.*),
 slunilka (*Fannia spec.*),
 bzučivka obecná (*Calliphora erythrocephala*),
 bzučivka (*Lucilia spec.*),
Chrysomya spec.,
Cuterebra spec.,
 střeček (*Gastrophilus spec.*),
Hyppobosca spec.,
 bodálka (*Stomoxys spec.*),
 střeček (*Oestrus spec.*),
 střeček (*Hypoderma spec.*),
 ovád (*Tabanus spec.*),
Tannia spec.,
 muchnice zahradní (*Bibio hortulanus*),
 bzunka ječná (*Oscinella frit*),
Phorbia spec.,
 květilka řepná (*Pegomya hyoscyami*),
 vrtule obecná (*Ceratitis capitata*),
Dacus oleae,
 tiplice bahenní (*Tipula paludosa*),
 z řádu Siphonaptera například
 blecha morová (*Xenopsylla cheopis*),
 blecha (*Ceratophyllus spec.*),
 z řádu Arachnida například
Scorpio maurus,
 snovačka (*Latrodectus mactans*),
 z řádu roztočů (*Acarina*) například
 zákožka svrabová (*Acarus siro*),

klíšťák (*Argas spec.*),
 Ornithodoros spec.,
 čmelík kuří (*Dermanyssus gallinae*),
 vlnovník rybízový (*Eriophyes ribis*),
 Phyllocoptruta oleivora,
 klíšť (*Boophilus spec.*),
 piják (*Rhipicephalus spec.*),
 piják (*Amblyomma spec.*),
 Hyalomma spec.,
 klíště (*Ixodes spec.*),
 prašivka (*Psoroptes spec.*),
 strupovka (*Chorioptes spec.*),
 Sarcoptes spec.,
 roztočik (*Tarsonemus spec.*),
 sviluška rybízová (*Bryobia praetiosa*),
 sviluška (*Panonychus spec.*),
 sviluška (*Tetranychus spec.*).

Účinné látky se mohou převádět na obvyklé prostředky, jako jsou roztoky, emulze, smáčitelné prášky, suspenze, prášky, popraše, pěny, pasty, rozpustné prášky, granuláty, aerosoly, koncentráty na bázi suspenzí a emulzí, prášky pro moření osiva, přírodní a syntetické látky impregnované účinnými látkami, malé částice obalené polymerními látkami a obalovací hmoty pro osivo, dále na prostředky se zápalnými přísadami, jako jsou kouřové patrony, kouřové dózy, kouřové spirály apod., jakož i na prostředky ve formě koncentrátů účinné látky pro rozptýlení mlhou za studena nebo za tepla.

Tyto prostředky se připravují známým způsobem, například smísením účinné látky s plnidly, tedy s kapalnými rozpouštědly, zkapalněnými plyny nacházejícími se pod tlakem nebo/a pevnými nosnými látkami, popřípadě za použití povrchově aktivních činidel, tedy emulgátorů nebo/a dispergátorů nebo/a zpěňovacích činidel. V případě použití vody jako plnidla je možno jako pomocná rozpouštědla používat například také organická rozpouštědla. Jako kapalná rozpouštědla přicházejí v podstatě v úvahu: aromáty, jako xylen, toluen nebo alkylnaftaleny, chlorované aromáty nebo chlorované alifatické uhlovodíky, jako chlorbenzeny, chlorethyleny nebo methylenchlorid, alifatické uhlovodíky, jako cyklohexan nebo parafiny, například ropné frakce, alkoholy, jako butanol nebo glykol, jakož i jejich ethery a estery, dále ketony, jako aceton, methylethylketon, methylišobutylketon nebo cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako dimethylformamid a dimethylsulfoxid, jakož i voda. Zkapalněnými plynnými plnidly nebo nosnými látkami se míní takové kapaliny, které jsou za normální teploty a normálního tlaku plynné, například aerosolové propelanty, jako halogenované uhlovodíky, jakož i butan, dusík a kyslíčník uhlíčitý. Jako pevné nosné látky přicházejí v úvahu: přírodní kamenné moučky, jako kaoliny, aluminy, mastek, křída, křemen, attapulgit, montmorillonit nebo křemelina, a syntetické kamenné moučky, jako vysoce disperzní kyselina křemičitá, kyslíčník hlinitý a kře-

mičitaný. Jako pevné nosné látky pro přípravu granulátů přicházejí v úvahu drcené a frakcionované přírodní kamenné materiály, jako vápenec, mramor, pemza, sepiolit a dolomit, jakož i syntetické granuláty z anorganických a organických mouček a granuláty z organického materiálu, jako z pilin, skořápek kokosových ořechů, kukuřičných palic a tabákových stonků. Jako emulgátory nebo/a zpěňovací činidla přicházejí v úvahu neionogenní a anionické emulgátory, jako polyoxyethylenestery mastných kyselin, polyoxyethylenethery mastných alkoholů, například alkylarylpolyglykolether, alkylsulfonáty, alkylsulfáty, arylsulfonáty a hydrolyzáty bílkovin a jako dispergátory například lignin, sulfitové odpadní louhy a methylcelulóza.

Prostředky podle vynálezu mohou obsahovat adheziva, jako karboxymethylcelulózu, přírodní a syntetické práškové, zrnité nebo latexovité polymery, jako arabskou gumu, polyvinylalkohol a polyvinylacetát.

Dále mohou tyto prostředky obsahovat barviva, jako anorganické pigmenty, například kyslíčník železitý, kyslíčník titaničitý a ferrokyanidovou modř a organická barviva, jako alizarinová barviva a kovová azo-ftalocyaninová barviva, jakož i stopové prvky, například soli železa, manganu, boru, mědi, kobaltu, molybdenu a zinku.

Koncentráty obsahují obecně 0,1 až 95 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 90 % hmotnostních účinné látky.

Účinné látky podle vynálezu je možno používat ve formě obchodních preparátů nebo/a v aplikačních formách připravených z těchto preparátů.

Obsah účinné látky v aplikačních formách připravených z obchodních preparátů se může pohybovat v širokých mezích. Koncentrace účinné látky v aplikačních formách se může pohybovat od 0,0000001 až 100 % hmotnostních, s výhodou od 0,01 do 10 % hmotnostních.

Aplikace se provádí běžným způsobem, přizpůsobeným použité aplikační formě.

Při použití proti škůdcům v oblasti hygieny a proti skladištním škůdcům se účinné látky podle vynálezu vyznačují vynikajícím reziduálním účinkem na dřevě a hlíně a dobrou stabilitou vůči alkáliím na vápenných podkladech.

Příklad A

Test na mšici broskvoňovou (*Myzus persicae*) — kontaktní účinek

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykoletheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl účinné látky

s uvedeným množstvím rozpouštědla a udaným množstvím emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

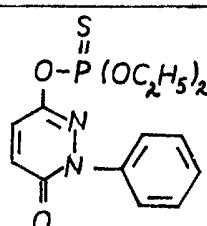
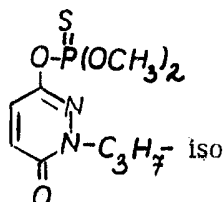
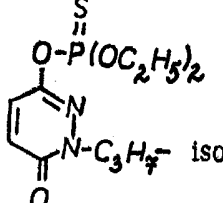
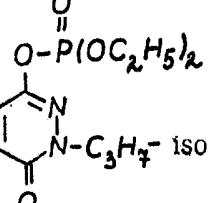
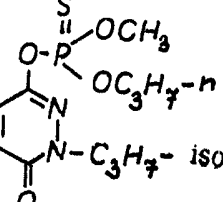
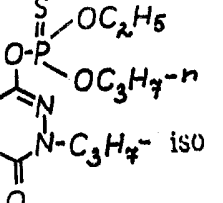
Připraveným účinným prostředkem se až do orosení postříkají rostliny kapusty (*Brassica oleracea*), silně napadené mšicí broskvoňovou (*Myzus persicae*).

Po níže uvedené době se zjistí mortalita v %. 100 % znamená, že byly usmrceny všechny mšice, 0 % znamená, že žádná mšice nebyla usmrcena.

Účinné látky, koncentrace účinných látek, doba vyhodnocování a dosažené výsledky vyplývají z následující tabulky A.

Tabulka A

Test na mšici (*Myzus*) — kontaktní účinek

Účinná látka	Koncentrace účinné látky v ‰	Mortalita v % po 1 dnu
 (známá)	0,1 0,01 0,001	100 95 0
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100

Příklad B

Test na rezistentní svilušku snovací (*Tetranychus urticae*)

rozpouštědlo:

3 hmotnostní díly acetonu

emulgátor:

1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykoetheru

K přípravě vhodného účinného prostředku se smísí 1 hmotnostní díl příslušné účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla a uvedeným množstvím emulgátoru a získaný koncentrát se zředí vodou na žádanou koncentraci.

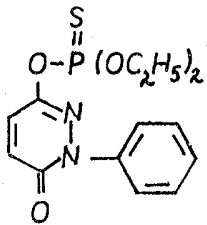
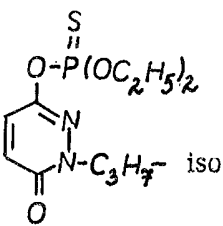
Připraveným účinným prostředkem se až do orosení postříkají rostliny fazolu obecného (*Phaseolus vulgaris*). Ošetřené rostliny jsou silně zamořeny sviluškou snovací (*Tetranychus urticae*), ve všech vývojových stádiích.

Po níže uvedené době se zjistí mortalita, která se vyjádří v %. 100 % znamená, že všechny svilušky byly usmrčeny, 0 % znamená, že žádná ze svilušek nebyla usmrčena.

Účinné látky, koncentrace účinných látek, doba vyhodnocení a dosažené výsledky jsou uvedeny v následující tabulce B.

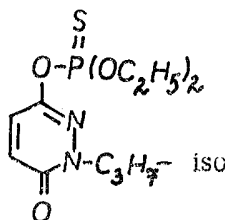
Tabulka B

Test na rezistentní svilušku snovací (*Tetranychus*)

Účinná látka	Koncentrace účinné látky v %	Mortalita v % po 2 dnech
 (známá)	0,1 0,01	98 20
 iso	0,1 0,01	100 98

Připravu účinných látek podle vynálezu ilustrují následující příklady, jimiž se však rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

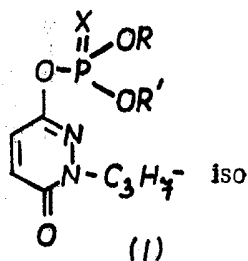
Příklad 1



Směs složená z 15,4 g (0,1 mol) 1-isopropyl-1,6-dihydro-3-hydroxy-6-oxopyridazin-2-yl-esteru thionofosforečné kyseliny, 20,7 g (0,15 mol) uhličitanu draselného,

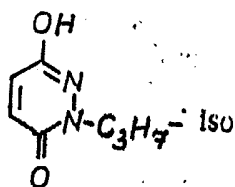
300 ml acetonitrilu a 18,9 g (0,1 mol) O,O-diethyldiesterchloridu kyseliny thionofosforečné s 5 hodin míchá při teplotě 45 °C, načež se k ní přidá 400 ml toluenu a výsledná směs se dvakrát protřepe vždy s 300 ml vody. Organická fáze se vysuší síranem sodným a rozpouštědlo se oddestiluje ve vakuu. Zbytek se dodestiluje při teplotě cca 80 °C. Získá se 25,3 g (76 % teorie) O,O-diethyl-O-(1-isopropyl-1,6-dihydro-6-oxopyridazin-3-yl)esteru thionofosforečné kyseliny ve formě světle hnědého oleje o indexu $n_D^{25} = 1,5078$.

Analogickým postupem jako v příkladu 1 je možno připravit rovněž následující sloučeniny obecného vzorce I:



příklad číslo	R	R'	X	výtěžek (% teorie)	index lomu
2	CH ₃	CH ₃	S	71	n _D ²³ = 1,5220
3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	O	85	n _D ²¹ = 1,4856
4	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	S	78	n _D ²¹ = 1,5099
5	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	S	85	n _D ²¹ = 1,5043
6	CH ₃	C ₂ H ₅	S		

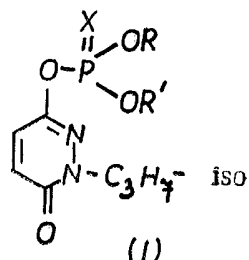
1-Isopropyl-1,6-dihydro-3-hydroxy-6-oxopyridazin používáný jako výchozí materiál je možno připravit například následujícím způsobem:



K roztoku 73,8 g (0,6 mol) isopropylhydrazin-sulfátu ve 180 ml vody a 10 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové se při teplotě 60 °C přidá 58,8 g (0,6 mol) anhydridu kyseliny maleinové. Reakční směs se 3 hodiny vaří pod zpětným chladičem, pak se ochladí na 0 °C a po půlhodině se vyloučený produkt odsaje. Získá se 59 g (64 % teorie) 1-isopropyl-1,6-dihydro-3-hydroxy-6-oxopyridazinu ve formě bezbarvých krystalů o teplotě tání 148 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

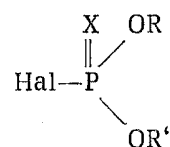
1. Insekticidní a akaricidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje alespoň jeden ester pyridazinon-(thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce I,



ve kterém

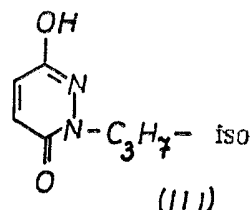
každý ze symbolů R a R', které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená vždy metylovou, ethylovou nebo propylovou skupinu a X představuje atom kyslíku nebo síry.

2. Způsob výroby účinných látek podle bodu 1, vyznačující se tím, že se diesterhalogenidy (thiono)fosforečné kyseliny obecného vzorce II,



ve kterém

R, R' a X mají význam jako v bodě 1 a Hal představuje atom halogenu, s výhodou chloru, nechají reagovat s 1,6-dihydro-3-hydroxy-1-isopropylpyridazin-6-onem vzorce III,



popřípadě ve formě soli s alkalickým kovem, kovem alkalické zeminy nebo amoniové soli, nebo popřípadě v přítomnosti akceptoru kyseliny a popřípadě v přítomnosti rozpouštědla.