



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

205134
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 09 01 79
(21) (PV 203-79)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 13 01 78
(P 28 01 316.3)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 31 07 83

(45) Vydáno 15 01 84

(51) Int. Cl.³
A 01 N 47/34
C 07 C 127/19

(72)
Autor vynálezu

SIRRENBURG WILHELM dr., SPROCKHÖVEL, KLAUKE ERICH dr.,
ODENTHAL, MARHOLD ALBRECHT dr., LEVERKUSEN, HAMMANN
INGEBORG dr., KOELN, STENDEL WILHELM dr., WUPPERTAL a
KREHAN INGOMAR dr., KOELN (NSR)

(73)
Majitel patentu

BAYER AKTIENGESellschaft, LEVERKUSEN (NSR)

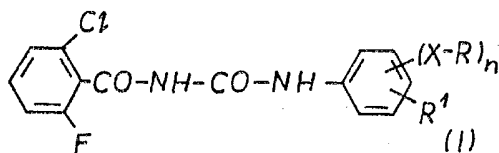
(54) Insekticidní prostředek a způsob výroby účinných látek

1

Vynález se týká nových N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močoviny, způsobu jejich výroby a jejich použití jako insekticidů.

Je již známo, že určité benzoylmočoviny, jako N-(2,6-difluorbenzoyl)-N'-(4-chlorfenyl)močovina, mají insekticidní vlastnosti [viz J. Agr. Food Chem., sv. 21, č. 6 (1973), str. 993—998].

Nyní byly nalezeny nové N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močoviny obecného vzorce I,



kde znamená

R halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R¹ atom vodíku, atom halogenu nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

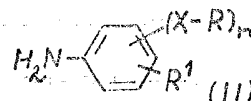
X kyslík nebo síru a

n je číslo o hodnotě 1 nebo 2.

Tyto nové sloučeniny mají silné insekticidní vlastnosti.

2

Dále bylo zjištěno, že nové N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močoviny obecného vzorce I se získají tak, že se substituované aniliny obecného vzorce II,

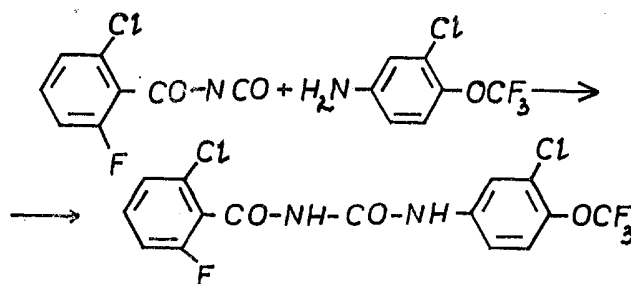


ve kterém

R, R¹, X a n mají shora uvedený význam, nechají reagovat s 2-chlor-6-fluorbenzoyliso-
kyanátem, popřípadě v přítomnosti ředidla.

Nové N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močoviny podle vynálezu překvapivě vykazují značně lepší insekticidní účinek než nejbližší příbuzné sloučeniny analogické konstituce a stejného zaměření účinku, známé z dosavadního stavu techniky. Sloučeniny podle vynálezu představují tudíž skutečné obohacení dosavadního stavu techniky.

Použijí-li se při práci způsobem podle vynálezu jako výchozí látky 3-chlor-4-trifluor-methoxyanilin a 2-chlor-6-fluorbenzoyliso-
kyanát, je možno průběh reakce popsat následujícím reakčním schématem:



Nové sloučeniny podle vynálezu jsou shora uvedeným vzorcem I obecně definovány. V tomto vzorci představují s výhodou:

R přímou nebo rozvětvenou halogenalkylovou skupinu obsahující 1 až 4, zejména 1 nebo 2 atomy uhlíku a 1 až 4 atomy halogenů, a

R¹ atom vodíku, atom chloru nebo trifluormethylovou skupinu.

Zvláště je třeba vyzdvihnout následující sloučeniny obecného vzorce I:

N-[2-chlor-5-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)]-fenyl-,

N-[4-chlor-3-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)]-fenyl-,

N-[3-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)]fenyl-,

N-[3-chlor-4-(chlordifluormethoxy)]fenyl-,

N-[3-chlor-4-(chlordifluormethylthio)]fenyl-,

N-[2-chlor-4-(chlordifluormethoxy)]fenyl-,

N-[2-chlor-4-(chlordifluormethylthio)]fenyl-,

N-[2-chlor-5-(chlordifluormethoxy)]fenyl-,

N-[2-chlor-5-(trifluormethylthio)]fenyl-,

-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močovinu.

Substituované aniliny obecného vzorce II, používané jako výchozí látky, jsou buď známé, nebo je lze připravit postupy známými z literatury [viz například J. Org. Chem. **25** (1960), 965 a **29** (1964), 1; J. Am. Chem. Soc. **73** (1951) 5831; Bull. Soc. Chim. France **4** (1957), 531; Ž. obšč. Chim. **35** (1965), 1377, anglický překlad; J. Am. Chem. Soc. **83** (1961), 4360 a americký patentní spis č. 3 387 037].

Jako příklady výchozích látek používaných při práci způsobem podle vynálezu se uvádějí:

4-difluormethoxy-,

4-difluormethylthio-,

3-difluormethoxy-,

3-difluormethylthio-,

2-difluormethoxy-,

2-difluormethylthio-,

4-trifluormethoxy-,

4-trifluormethylthio-,

3-trifluormethoxy-,

3-trifluormethylthio-,

2-trifluormethoxy-,

2-trifluormethylthio-,

4-chlordifluormethoxy-,

4-chlordifluormethylthio-,

3-chlordifluormethoxy-,

3-chlordifluormethylthio-,

2-chlordifluormethoxy-,

2-chlordifluormethylthio-,

3-trifluormethyl-4-trifluormethoxy-,

3-trifluormethyl-4-trifluormethylthio-,

3-trifluormethyl-4-difluormethoxy-,

3-trifluormethyl-4-trifluormethylthio-,

3,4-bis(difluormethoxy)-,

3,4-bis(difluormethylthio)-,

3,4-bis(trifluormethoxy)-,

3,4-bis(trifluormethylthio)-,

2-chlor-4-trifluormethoxy-,

2-chlor-4-trifluormethylthio-,

3-chlor-4-trifluormethoxy-,

3-chlor-4-trifluormethylthio-,

2-chlor-4-chlordifluormethoxy-,

2-chlor-4-chlordifluormethylthio-,
 3-chlor-4-chlordifluormethoxy-,
 3-chlor-4-chlordifluormethylthio-,
 2-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-,
 3-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-,
 4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-,
 2-chlor-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-,
 3-chlor-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-,
 4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)-,
 2-chlor-4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)-,
 3-chlor-4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)- a
 4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethylthio)anilin.

Jako další výchozí materiál používaný 2-chlor-6-fluorbenzoylisokyanát lze rovněž připravit metodami známými z literatury [viz J. Org. Chem. **30** (1965), 4306, popřípadě Beilstein „Handbuch der organischen Chemie“, sv. 9, str. 336].

Způsob výroby N-fenyl-N'-benzoylmočoviny podle vynálezu se s výhodou provádí za použití vhodných ředidel. Jako tato ředidla přičítají v úvahu prakticky všechna inertní organická rozpouštědla, k nimž náleží zejména alifatické a aromatické, popřípadě chlorované uhlovodíky, jako benzi, benzen, toluen, xylén, methylenchlorid, chloroform, tetrachlormethan, chlorbenzen a o-dichlorbenzen, ethery, jako diethylether, dibutylether, tetrahydrofuran a dioxan, ketony, jako aceton, methylethylketon, methylisopropylketon a methylisobutylketon, jakož i nitrily, jako acetonitril a propionitril.

Reakční teploty při práci způsobem podle vynálezu se mohou pohybovat v širokém rozmezí. Obecně se pracuje při teplotě mezi 0 a 120 °C, s výhodou při teplotě 70 až 85 °C.

Reakce podle vynálezu se obecně provádí za normálního tlaku.

Při práci způsobem podle vynálezu se výchozí látky s výhodou nasazují v ekvimolárních množstvích. Nadbytek některé z reakčních složek nepřináší žádné podstatné výhody.

Obecně se postupuje tak, že se reakční složky smísí v některém z výše uvedených rozpouštědel.

Reakce podle vynálezu se provádí za výše zmíněných podmínek a výsledné produkty se izolují filtrací. Nové sloučeniny podle vynálezu rezultují v krystalické formě s ostrým bodem tání.

Jak již bylo uvedeno výše, vyznačují se N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močoviny podle vynálezu vynikající insekticidní účinností.

Zmíněné látky působí rovněž v oblasti veterinární medicíny proti zvířecím parazitům (ektoparazitům), jako proti parazitujícím larvám dvoukřídlých.

Účinné látky podle vynálezu mají dobrou snášitelnost pro rostliny a příznivou toxicitu pro teplokrevné a hodí se k hubení škůdců, zejména hmyzu, sviluškovitých a nematodů v zemědělství, lesním hospodářství, při ochraně zásob a materiálů, jakož i v oblasti hygieny. Zmíněné látky jsou účinné proti normálně citlivým i resistantním 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 (Porcellio scaber);

z třídy mnohonožek (Diplopoda) například:

mnohonožka slepá (Blaniulus guttulatus);

z třídy stonožek (Chilopoda) například:

zemivka (Geophilus carpophagus),
 strašník (Scutigera spec.);

z třídy stonoženek (Symphyla) například:

Scutigera immaculata;

z řádu šupinušek (Thysanura) například:

rybenka domácí (Lepisma saccharina);

z řádu chvostoskoků (Collembola) například:

larvénka 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 domestica),
 kratochvílka (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 vši (Anoplura) 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 třásnokřídých (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 stejnokřídých (Homoptera) například:

mšice 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*),
Laodelphax striatellus,
Nilaparvata lugens,
Aonidiella aurantii,
štítenka břečťanová (*Aspidiotus hederæ*),
červec (*Pseudococcus spec.*),
mera (*Psylla spec.*);

z řádu motýlů (Lepidoptera) například:

Pectinophora gossypiella,
pídačka tmavoskvrnáč (*Bupalus piniarius*),
Cheimatobia brumata,
klíněnka jabloňová (*Lithocolletis blancardella*),
mol jabloňový (*Hyponomeuta padella*),

předivka polní (*Plutella maculipennis*),
bourovec prstěncitý (*Malacosoma nectaria*),
bekyně pižmová (*Euproctis chrysorrhoea*),
bekyně (*Lymantria spec.*),
Bucculatrix thurberiella,
listovníček (*Phyllocnistis citrella*),
osenice (*Agrotis spec.*),
osenice (*Euxoa spec.*),
Feltia spec.,
Earia 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*),
tesářík krovový (*Hylotrupes 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,
potemník (*Tribolium spec.*),

potemník 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.*),
ováč (*Tabanus spec.*),
Tannia spec.,
muchnice zahradní (*Bibio hortulanus*),
bzunka ječná (*Oscinella frit*),
Phorbia spec.,
květilka řepná (*Pegomyia hyoscyami*),
vrtule obecná (*Ceratitis capitata*),
Dacus oleae,
tiplice bahenní (*Tipula paludosa*);

z řádu Siphonaptera například:

blecha morová (*Xenopsylla cheopis*),
blecha (*Ceratophyllus 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 kapalnými rozpouštědly, zka-

palnými 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 parafíny, například ropné frakce, alkoholy, jako butanol nebo glykol, jakož i jejich ethery a estery, dále ketony, jako aceton, methylethylketon, methylisobutylketon 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, propan, dusík a kyslík uhlíčitý. Jako pevné nosné látky přicházejí v úvahu: přírodní kamenné moučky, jako kaolín, alumíny, mastek, křída, křemen, attapulgit, montmorillonit nebo křemelina, a syntetické kamenné moučky, jako vysoce disperzní kyselina křemičitá, kyslík hliníkový a křemičitany. Jako pevné nosné látky pro přípravu granulátů přicházejí v úvahu drce 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 kyslík železitý, kyslík 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 mezi 0,1 až 95 % hmotnostními, s výhodou mezi 0,5 a 90 % hmotnostními 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 do 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.

Ve veterinárním sektoru se účinné látky podle vynálezu aplikují známým způsobem, jako orálně ve formě například tablet, kapslí, nábojů nebo granulátů, dermálně ve formě například ponořovacích lázní, postřiků, prostředků k polévání (tzv. „pour-on“ a „spot-on“) a pudrů, a parenterálně ve formě například injekcí.

Příklad A

Test na předivku polní (*Plutella maculipennis*)

rozpouštědlo: 3 hmotnostní díly dimethylformamidu

emulgátor: 1 hmotnostní díl alkylarylpolglykoetheru

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.

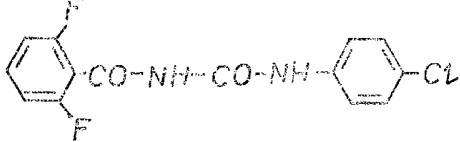
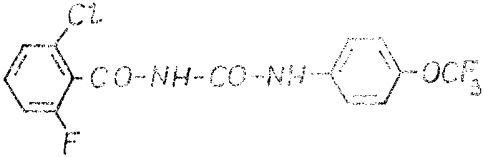
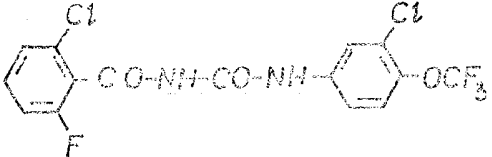
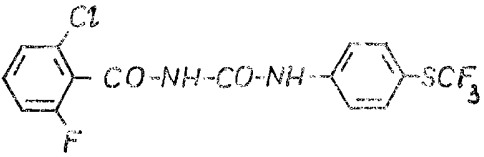
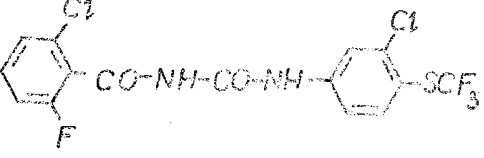
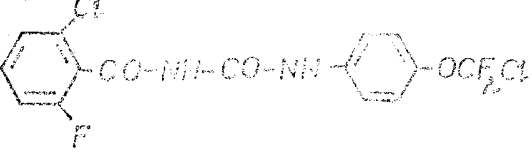
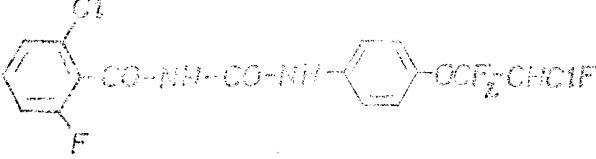
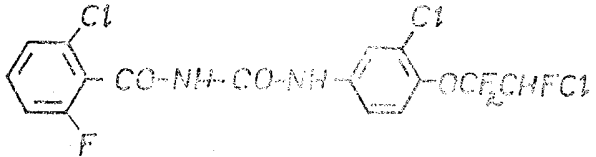
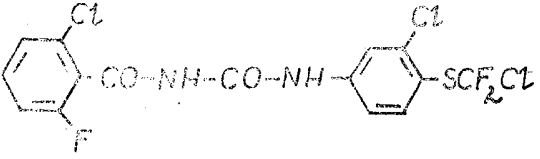
Listy kapusty (*Brassica oleracea*) se ošetří ponořením do prostředku obsahujícího účinnou látku v žádané koncentraci a ještě za vlhka se obsadí housenkami předivky polní (*Plutella maculipennis*).

Po určené době se zjistí mortalita v %, přičemž 100 % znamená, že byly usmrceny všechny housenky, zatímco 0 % znamená, že žádná z housenek nebyla usmrcena.

Účinné látky, koncentrace účinných látek v prostředku a dosažené výsledky jsou uvedeny v tabulce A.

Tabulka A

Test na předivku polní (*Plutella maculipennis*)

účinná látka	koncentrace účinné látky v %	mortalita po 7 dnech [%]
	0,01 0,001 0,0001	100 60 35
(známá)		
	0,01 0,001 0,0001	100 100 90
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100
	0,01 0,001 0,0001	100 100 100

Příklad B

Test na larvy komára

pokusný hmyz: larvy komára *Aedes aegypti*
(2. larvální stadium)

rozpouštědlo: 99 hmotnostních dílů acetonu

emulgátor: 1 hmotnostní díl benzylhydroxy-
difenylypolyglykoetheru

K přípravě vhodného účinného prostředku
se dva hmotnostní díly účinné látky rozpustí
v 1000 objemových dílech rozpouštědla, ob-

sahujícího shora uvedené množství emulgá-
toru, a získaný roztok se zředí vodou na žá-
danou nižší koncentraci.

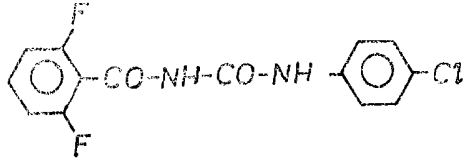
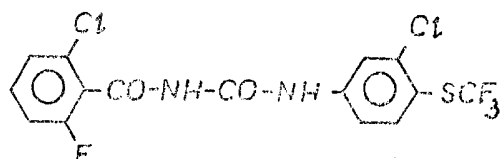
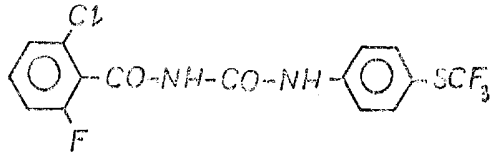
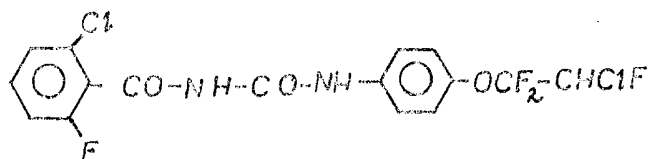
Vodným účinným prostředkem o žádané
koncentraci se naplní skleněné nádoby a do
každé nádoby se přenese asi 20 larev komá-
ra. Larvy se denně krmí krmivem pro ryby.

Po 16 dnech se zjistí a vyjádří v procen-
tech, kolik pokusných exemplářů uhynulo
ve stadiu larvy nebo kukly a nevyvinulo se
v dospělce.

Účinné látky, koncentrace účinných látek
v prostředku a dosažené výsledky jsou uve-
deny v tabulce B.

Tabulka B

Test na larvy komára

účinná látka	koncentrace účinné látky v roztoku (%)	mortalita v %
	10^{-7}	30
(známá)		
	10^{-8}	90
	10^{-8}	35
	10^{-8}	60

Příklad C

Test s rezistentními larvami bzučivky (*Luci-
lia cuprina*)

rozpouštědlo: 35 hmotnostních dílů ethylen-
glykolmonomethyletheru

emulgátor: 35 hmotnostních dílů nonylfenol-
polyglykoetheru

K přípravě vhodného účinného prostřed-
ku se 30 hmotnostních dílů účinné látky smí-

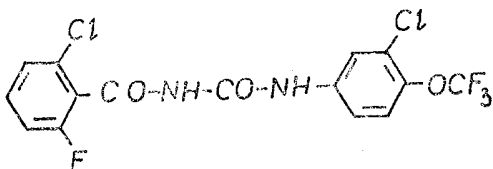
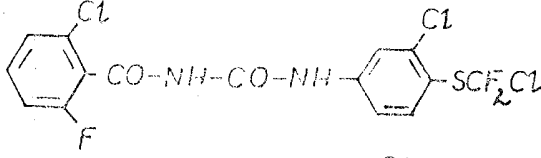
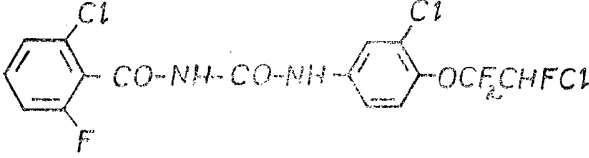
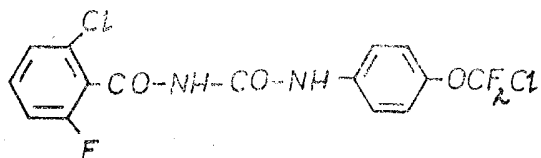
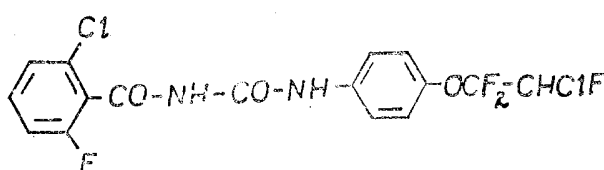
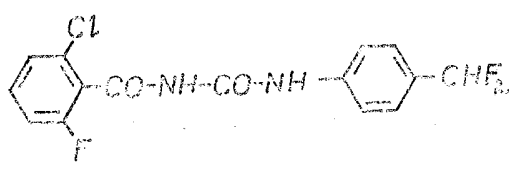
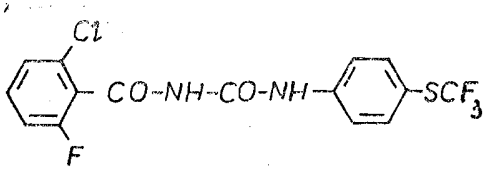
sí se 70 hmotnostními díly shora uvedené
směsi rozpouštědla a emulgátoru a takto zís-
kaný koncentrát se zředí vodou na žádanou
koncentraci.

Asi 20 rezistentních larev bzučivky (*Luci-
lia cuprina*) se vnese do zkumavky obsahu-
jící cca 1 cm³ koňského masa a 0,5 ml účin-
ného prostředku. Po 24 hodinách se zjistí
mortalita.

Účinné látky, koncentrace účinných látek
v prostředku a dosažené výsledky jsou uve-
deny v tabulce C.

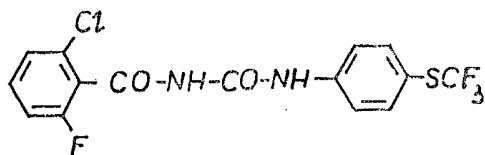
Tabulka C

Test s rezistentními larvami bzučivky
(*Lucilia cuprina*)

účinná látka	koncentrace účinné látky v ppm	mortalita v %
	100 30	100 0
	1000 100 10	100 >50 0
	1000 100 10	100 >50 0
	1000 100 10	100 >50 0
	1000 100 10	100 >50 0
	1000 100 10	100 >50 0
	1000 100 10	100 >50 0

Přípravu účinných látek podle vynálezu ilustrují následující příklady provedení, jimiž se však rozsah vynálezu nikterak neomezuje.

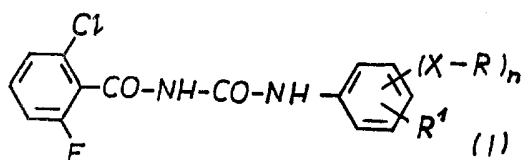
Příklad 1



3,87 g (0,02 mol) 4-trifluormethylmerkaptanilinu se rozpustí v 50 ml suchého toluenu a k roztoku se při teplotě 60 °C přidá

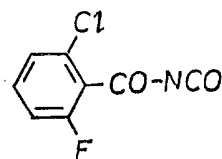
roztok 3,99 g (0,02 mol) 2-chlor-6-fluorbenzoylisokyanátu v 15 ml toluenu. Reakční směs se 1 hodinu míchá při teplotě 80 °C, načež se ochladí na teplotu místnosti. Po vysušení se získá 5,4 g (69 % teorie) N-(4-trifluormethylmerkaptofenyl)-N'-(2-chlor-6-fluorobenzoyl)močoviny. Produkt má teplotu tání 202 °C.

Analogickým způsobem se připraví rovněž produkty v dalších příkladech. V těchto příkladech nebyla prováděna optimalizace výtěžků, i když je v zásadě možná. Čistota a identifikace produktů byla zjišťována, resp. potvrzována elementární analýzou a NMR-spektroskopií. Získané produkty jsou shrnuty do následujícího přehledu:



příklad číslo	R	R ¹	n	X	teplota tání (°C)	výtěžek (% teorie)
2	4-CF ₃	H	1	O	180	63,5
3	3-CF ₃	H	1	O	162	67,5
4	2-CF ₃	H	1	O	154	67,5
5	4-CF ₃	3-Cl	1	O	189	74
6	4-CF ₃	2-Cl	1	O	221	95,5
7	4-CHF ₂	H	1	O	173—174	83,5
8	3-CHF ₂	H	1	O		72,5
9	3,4-CHF ₂	H	2	O	132	89
10	4-CHF ₂	3-CF ₃	1	O	221	84,5
11	4-CF ₂ Cl	H	1	O	203	82,5
12	4-CF ₂ -CHFC1	H	1	O	199	83,5
13	4-CF ₂ -CHFC1	3-Cl	1	O	178	70,5
14	4-CF ₂ -CHF ₂	3-Cl	1	O	176	90,0
15	3-CF ₂ -CHF ₂	H	1	O	185	69,5
16	3-CF ₃	H	1	S	172	43
17	4-CF ₃	3-Cl	1	S	187	54
18	4-CF ₂ Cl	3-Cl	1	S	176	60,5
19	4-CF ₂ CH-FC1	H	1	S	189	91,5

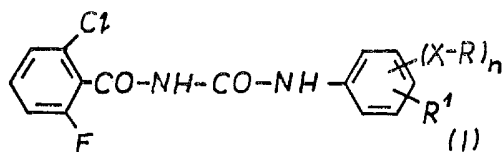
Příprava výchozí látky



2-Chlor-6-fluorbenzoylisokyanát se připraví postupem známým z literatury [viz Speciale a spol., J. Org. Chem. **30** (12), strana 4306—4307 (1965)]. Produkt vře při 75 °C/133 Pa.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Insekticidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje alespoň jednu N-fenyl-N'-(2-chlor-6-fluorbenzoyl)močovinu obecného vzorce I,



ve kterém

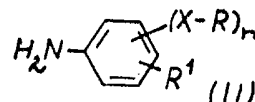
R znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R¹ představuje atom vodíku, atom halogenu nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

X znamená kyslík nebo síru a

n je číslo o hodnotě 1 nebo 2.

2. Způsob výroby účinných látek podle bodu 1, vyznačující se tím, že se substituované aniliny obecného vzorce II,



ve kterém

R, R¹, X a n mají shora uvedený význam, nechají reagovat s 2-chlor-6-fluorbenzoylisokyanátem popřípadě v přítomnosti ředidla.