



NORGE

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 167281

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.⁵ C 07 C 69/743, A 01 N 53/00

(21) Patentsøknad nr. **880718**

(22) Inngivelsesdag 18.02.88

(24) Løpedag 18.02.88

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,**
DW-5090 Leverkusen, Bayerwerk
DE

(83)

(86) Int. inngivelsesdag og int. søknads nr. ---

(85) Videreforingsdag ---

(41) Alment tilgjengelig fra 22.08.88

(44) Utlegningsdag 15.07.91

(72) Oppfinner **KLAUS NAUMANN, Leverkusen,**
WOLFGANG BEHRENZ, Overath, DE.

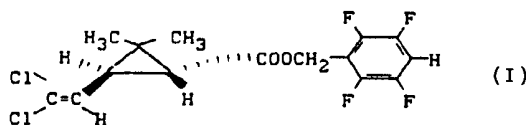
(74) Fullmektig Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 19.02.87, DE, 3705224.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **(+)-1R-TRANS-2,2-DIMETYL-3-(2,2-DIKLORVINYL)-CYKLOPROPAN-KARBOKSYLSYRE-2,3,5,6-TETRA-FLUORBENZYLESTER OG INSEKTICID INNEHOLDENDE DENNE.**

(57) Sammendrag

Nye (+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylestere av formel (I) er tilveiebragt.



Forbindelsene har ved utpreget lav toksisitet en fremragende insekticid virksomhet.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Foreliggende oppfinnelse vedrører (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylester samt insekticid inneholdende denne forbindelse.

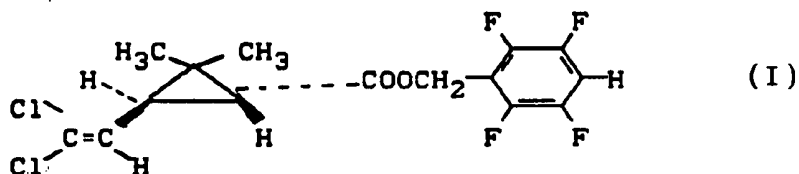
5 Det er allerede kjent at estere av 2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinylcyklopropankarboksylsyre) med polyfluorerte benzylalkoholer oppviser insekticide egenskaper (se DE-PS 2 658 074, hhv. GB-PS 1 567 820). Pentafluorbenzylesteren
10 oppviser en fremragende virkning, idet allerede en femtedel av denne avliver fluer i løpet av samme tid som en blanding av like deler av 2,3,5,6-tetrafluorbenzyl- og 3,5,6-trifluorbenzylesterne. Tetrafluorbenzylesteren alene viser også en god insekticid virkning.

15 Det er videre kjent at (-)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-pentafluorbenzylester er fremragende egnet for bekjempelse av husholdnings-, hygiene- og forrådsskadedyr. (Behrenz, Naumann 1982). Fra den
20 samme publikasjonen er det også kjent at dette virksomme stoffet har en relativt høy pattedyrtoksisitet (LD₅₀ oralt i mg/kg rotte: 90-105). En enda høyere toksisitet har også cis/trans-blandingen av den tilsvarende 2,3,5,6-tetrafluorbenzylesteren (LD₅₀ oralt i mg/kg hannrotte: 10-25).
25 Anvendelsen av slike toksiske virksomme stoffer i husholdnings-, hygiene- og forrådsbeskyttelsesmidler må nødvendigvis ikke være prohibitivt dersom de kan anvendes i tilsvarende lave doseringer. Det er likevel en forskningsoppgave å søke stadig mindre giftige stoffer som har et stadig større sprang
30 mellom virksom dose på skadedyr på den ene siden, og toksisk virkning for mennesker og dyr på den andre siden, dvs. som har en meget gunstig terapeutisk indeks, idet sikkerheten ved anvendelsen av slike forbindelser derved forhøyes.

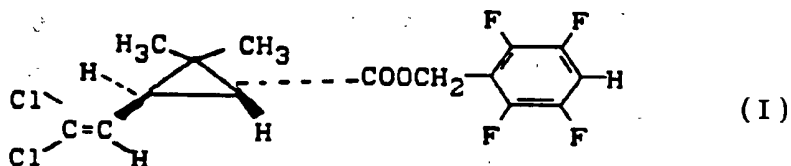
35 Foreliggende oppfinnelse omfatter nye (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylestere kjennetegnet ved formelen

167281

2

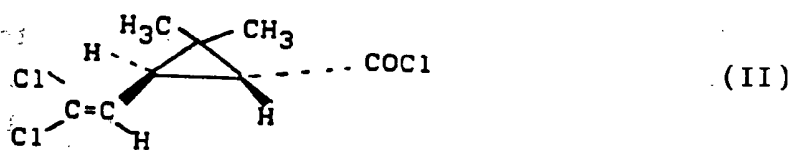


Man oppnår (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-
cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylesteren av
10 formel (I)



når man

20 a) enten omsetter (+)1R-trans-permetrinsyreklorid av formelen



med 2,3,5,6-tetrafluorbenzylalkohol av formelen

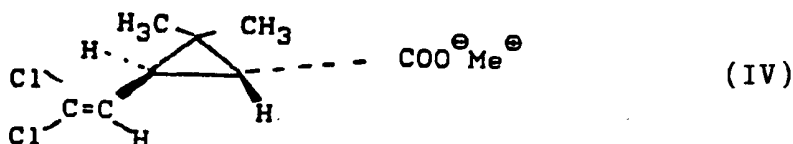


35 ved temperaturer mellom 20 og 100°C, eller

167281

3

b) omsetter saltet av (+)1R-trans-permetrinsyre av formelen



hvor

Me^+ står for et enverdig kation, med en forbindelse av formelen



hvor

X står for en anionisk avspaltbar rest.

Den nye (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksytsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylesteren viser en i overraskende grad gunstig terapeutisk indeks, idet den ved høy virksomhet har en ekstremt lav pattedyrtoksisitet (LD_{50} oral i mg/kg hannrotte: større enn 5000!).

Pattedyrtoksisiteten er altså mer enn 250 ganger lavere enn den for cis/trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksytsyre-tetrafluorbenzyl- og 50 ganger lavere enn den for (-)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksytsyre-pentafluorbenzylester. Dette alene ville ikke være så overraskende dersom de aktuelle nye forbindelsene i samme grad også tapte virksomhet overfor skadeorganismer. Dette er imidlertid ikke tilfellet. Derimot har de mer toksiske cis/trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksytsyre-tetrafluorbenzylesterne en lavere biologisk virkning enn den mindre toksiske (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksytsyre-

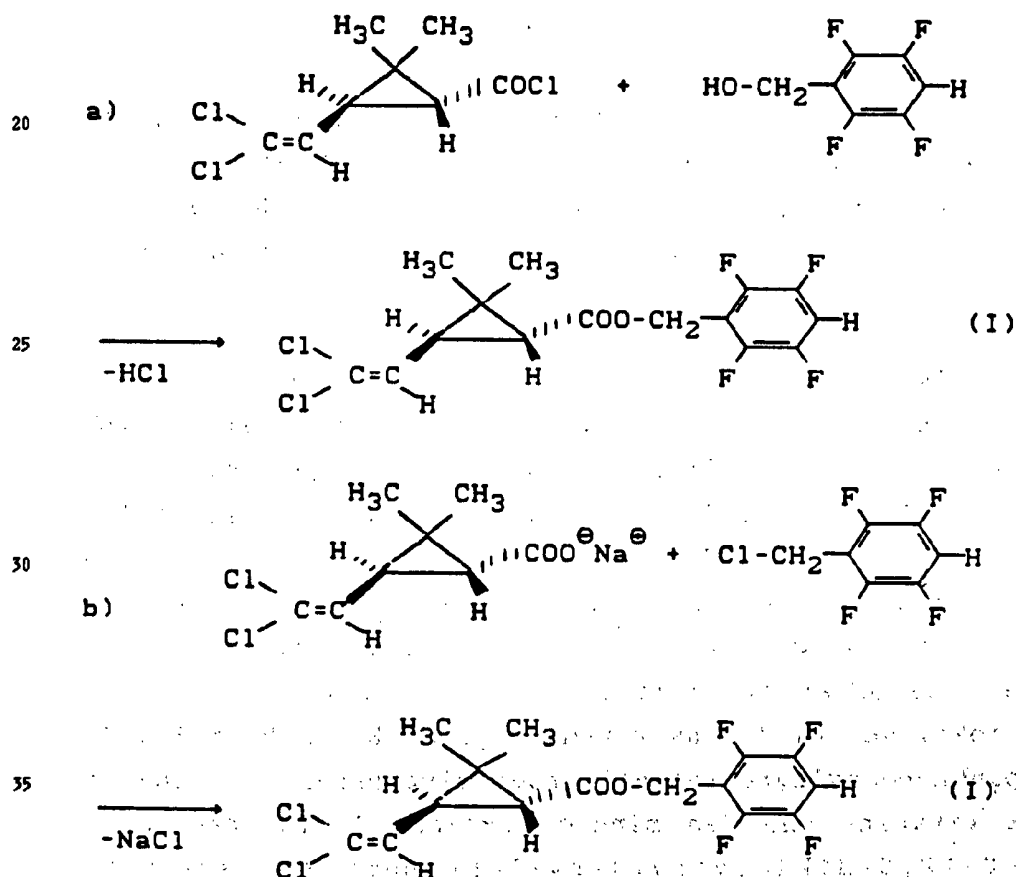
167281

4

tetrafluorbenzylesteren ifølge oppfinnelsen. Sammenlignet med (-)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-pentafluorbenzylesteren har (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-tetrafluorbenzylesteren av formel (I) i den samme eller bare svakt forhøyet dosering en sammenlignbar insekticid virksomhet.

Tilveiebringelsen av den nye (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylesteren er et stort fremskritt sammenlignet med teknikens stand.

Fremstillingen av (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylesteren kan gjengis ved følgende formelskjema:



Ved fremgangsmåtevariant a) omsetter man det fra Pesticide Science 1974, 796 kjente (+)1R-trans-permetinsyrekloridet i nærvær eller fravær av oppløsningsmidler og eventuelt i nærvær av syrebindemidler med den fra J. Chem. Soc. C. 1968, 1575 kjente 2,3,5,6-tetrafluorbenzylalkoholen ved temperaturer mellom 20 og 100°C.

Herved omsettes komponentene fortrinnsvis i fravær av oppløsningsmidler og av syrebindende midler ved temperaturer mellom 30 og 80°C, hvorved man lar de dannede lettflyktige komponentene (fortrinnsvis hydrogenkloridgass) unngå og deretter opparbeider reaksjonsproduktet, fortrinnsvis destillativt. Utgangskomponentene for fremgangsmåtevariant a) anvendes fortrinnsvis i ekvimolare mengder.

Ved fremgangsmåtevariant b) omsetter man saltene (spesielt alkalisaltene) av (+)1R-trans-permetinsyre også fortrinnsvis i ekvimolare mengder med fortrinnsvis 2,3,5,6-tetrafluorbenzylklorid, -bromid eller -tosylat som en forestringsreaksjon, analogt fremgangsmåten beskrevet i Synthesis 1985, 805, i nærvær eller i fravær av en alkyleringskatalysator.

Ved utgangsforbindingene av formel (IV) står Me^+ fortrinnsvis for et enverdig metallkation og spesielt for et alkalimetallkation, eksempelvis kan Na^+ nevnes.

Ved utgangsforbindingene av formel (V) står X fortrinnsvis for halogen, spesielt for klor eller brom, eller for tosylatresten (=resten av p-toluensulfonsyre).

Omsetningen ved fremgangsmåtevariant b) gjennomføres fortrinnsvis i et oppløsningsmiddel, spesielt et for omsetningen inert, polart organisk oppløsningsmiddel. Eksempelvis kan nevnes: acetonitril, aceton, dimetylformamid.

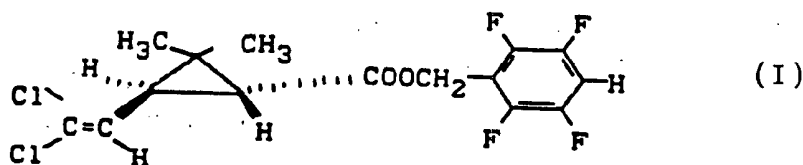
Opparbeidelsen av den dannede forbindelsen av formel (I) finner også her fortrinnsvis sted destillativt.

167281

6

Begge variantene a) og b) gjennomføres fortrinnsvis ved normaltrykk.

Foreliggende oppfinnelse omfatter videre et insekticid som er kjennetegnet ved at det inneholder (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylestere av formelen



Det virksomme stoffet ifølge oppfinnelsen egner seg for bekjempelse av skadedyr, spesielt av insekter som forekommer innenfor husholdning, eller som hygiene- og forrådsskadedyr. Det er virksomt mot normalsensible og/eller resistente arter, samt mot alle eller enkelte utviklingsstadier av disse. Til de ovenfor nevnte skadedyrene hører:

Fra ordenen Thysanura, f.eks. *Lepisma saccharina*.

Fra ordenen Orthoptera, f.eks. *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*.

Fra ordenen Dermaptera, f.eks. *Forficula auricularis*.

Fra ordenen Isoptera, f.eks. *Reticulitermes* spp..

Fra ordenen Anoplura, f.eks. *Pediculus humanus corporis*.

Fra ordene Heteroptera, f.eks. *Cimex lectularius*, *Rhordnius prolixus*, *Triatoma infestans*.

Fra ordenen Lepidoptera, f.eks. *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*.

Fra ordenen Coleoptera, f.eks. *Anobium punctatum*, *Rhizopherta dominica*, *Hylotrupes bajulus*, *Oryzaephilus surinamensis*, *Sitophilus* spp., *Dermestes* spp., *Trogoderma* spp., *Anthrenus*

spp., *Lyctus* spp., *Niptus hololeucus*, *Gibbium psylloides*, *Tribolium* spp..

Fra ordenen Hymenoptera, f.eks. *Monomorium pharaonis*, *Losius niger*, *Vespa* spp..

5 Fra ordenen Diptera, f.eks. *Aedes aegypti*, *Anopheles* spp., *Culex* spp., *Musca* spp., *Fannia* spp., *Calliphora* spp., *Lucilia* spp., *Chrysomyia* spp., *Stomoxys* spp., *Tabanus* spp..

Fra ordenen Siphonaptera, f.eks. *Xenopsylla cheopis*, *Ceratophyllus* spp..

10 Det virksomme stoffet ifølge oppfinnelsen kan anvendes alene eller i blanding med andre insekticider, som fosforsyreestere, karbamater, pyretroider eller arylpyrazoler.

15 Ved blanding med andre insekticider kan følgende komponenter eksempelvis oppføres.

Fosforsyreestere: "Dichlorvos" (DDVP), "Fenitotion", "Malathion", "Chlorpyrifos", "Diazinon", "Methylpyrimiphos".

20 Karbamater: "Propoxur", "Carbofuran", Carbaryl" og "Bendiocarb".

25 Pyretroider: "Cyfluthrin", "Tetramethrin", "Allethrin", "Vaporthrin", "Terallethrin", "Bioresmethrin", "Esbiol", "Cypermethrin", "Alphamethrin", "Decis", "Permethrin".

30 Ved kombinasjonen av det virksomme stoffet ifølge oppfinnelsen ved ett eller flere insekticide virkestoffer fra rekken fosforsyreestere, karbamater og ytterligere pyretroider, kan det eventuelt oppnås en synergistisk virkningsøkning.

35 Som det fremgår fra eksempel A og tabell 1, kunne det eksempelvis ved kombinasjonen av det virksomme stoffet ifølge oppfinnelsen med "Dichlorvos" (DDVP) oppnås en synergistisk virkningsøkning.

For fremstillingen av bruksferdige preparater overføres det virksomme stoffet alene, eller i kombinasjon med andre, til vanlige preparater som oppløsninger, emulsjoner, makro- og mikro-emulsjoner, sprøytepulvere, suspensjoner, puddere, støvmidler, skum, pastaer, aerosoler, oljesprøytemidler, suspensjonskonsentrater, naturlige og syntetiske stoffer impregnert med virksomt stoff, spesielt såkalte "slow release"-preparater, som avgir det virksomme stoffet langsomt i dosert mengde, fininnkapslinger av polymere stoffer, brennsatser, røkpatroner, røkdoser, myggspiraler, ULV-, kald- og varm-tåkepreparater, møllpapir, samt fordampningsplater for anvendelse på elektrisk eller kjemotermisk oppvarmede innretninger.

Preparatene fremstilles på kjent måte, f.eks. ved blanding av det virksomme stoffet med drøyemidler, flyktige oppløsningsmidler, flytendegjorte gasser som står under trykk og/eller faste bærerstoffer, eventuelt under anvendelse av overflateaktive midler, emulgeringsmidler og/eller dispergeringsmidler og/eller skumdannende midler. Dersom vann anvendes som drøyemiddel kan f.eks. også organiske oppløsningsmidler anvendes som hjelpe-oppløsningsmiddel. Som flytende oppløsningsmidler kommer i det vesentlige på tale: aromatiske forbindelser som xylen, toluen eller alkylnaftaliner, klorerte aromatiske forbindelser og klorerte alifatiske hydrokarboner, som klorbenzener, kloretylen eller metylenklorid, alifatiske hydrokarboner som cykloheksan eller parafiner, f.eks. jordoljefraksjoner, alkoholer som butanol eller glyserol samt deres etere og estere, ketoner, som aceton, metyletylketon, metylisobutylketon og cykloheksanon, sterkt polare oppløsningsmidler som dimetylformamid og dimetylsulfoksyd, samt vann; med flytendegjorte gassformige drøyemidler eller bærerstoffer forstås væsker som ved normal temperatur og under normalt trykk er gassformige, f.eks. aerosoldrivgasser samt halogenerte hydrokarboner som butan, propan, nitrogen og karbondioksyd, som faste bærerstoffer kan

nevnes: naturlige steinmel, som kaolin, leire, talkum, kritt, kvarts, attapulgitt, montmorillonitt eller diatoméjord og syntetiske steinmel, som høydispers kiselsyre, aluminiumoksyd og silikater; som faste bærerstoffer for granulater: brukne og fraksjonerte steiner som kalsitt, marmor, pimpstein, sepiolitt, dolomitt, samt syntetiske granulater av uorganiske og organiske mel, samt granulater av organisk materiale som sagmel, kokosnøttskall, maiskolber og tobakstengler; som emulgerings- og/eller skumdannende middel: ikke-ionogene og anioniske emulgatorer, som polyoksyetylen-fettsyreestere, polyoksyetylen-fettalkoholeter, f.eks. alkylarylpolyglykoleter, alkylsulfonater, alkylsulfater, arylsulfonater samt eggehvitelydrolysater; som dispergeringsmidler: f.eks. lignin-sulfittavluter og metylcellulose.

I preparatene kan det også anvendes heftemiddel som karboksymetylcellulose, naturlige og syntetiske pulverformige, kornformige og lateksformige polymerer, som gummi arabicum, polyvinylalkohol, polyvinylacetat.

Handelsvanlige ferdigpreparater eller konsentratene som skal fortynnes videre inneholder generelt 0,005 til 96 vekt-% virksomt stoff, fortrinnsvis mellom 0,02 og 90%.

Innholdet av virksomt stoff i de av de handelsvanlige preparatene fremstilte anvendelsesformene kan variere innenfor et vidt område. Konsentrasjonen av virksomt stoff for anvendelsesformene kan variere mellom 0,001 til 100 vekt-% virksomt stoff, men ligger fortrinnsvis mellom 0,01 og 20 vekt-%.

Anvendelsen finner sted på vanlig måte tilpasset anvendelsesformen.

Spesielt foretrukket er spraypreparater og fordampningsplater.

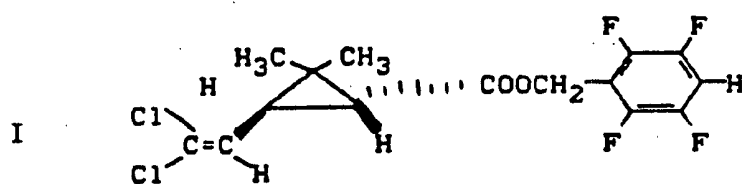
167281

10

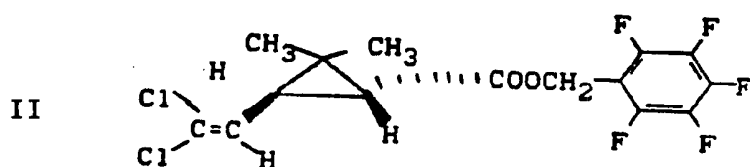
Som eksempler er følgende preparateksempler angitt.

De etterfølgende virksomme stoffene angitt som I til VI
anvendes for dette formålet.

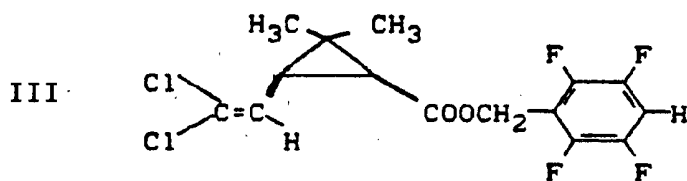
Virksomme stoffer



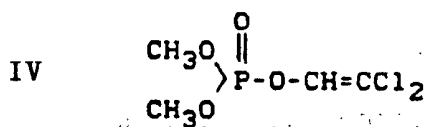
(ifølge oppfinnelsen) (+)1R-trans



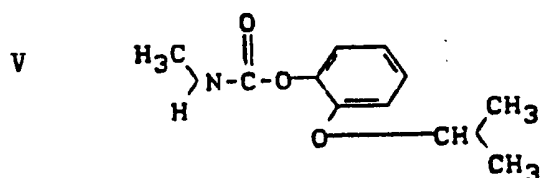
((-))1R-trans-isomerer av "Fenfluthrin")



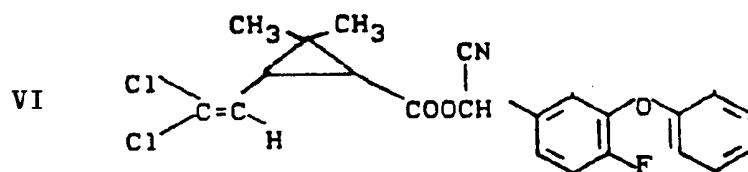
(±)cis/trans-blanding



("Dichlorvos")



("Propoxur")



("Cyfluthrin")

($\pm$)cis/trans-blandingPrepareringseksempler

Vektdeler i %

1. Spraypreparat

Virksomt stoff I	0,04
Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0
Parfymeolje	0,01
Stabilisator	0,1
Drivmiddel: propan/butan 15:85	94,85

2. Spraypreparat

Virksomt stoff II	0,04
Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0

167281

12

	Parfymeolje	0,01
	Stabilisator	0,1
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	94,85
5		
	3. Spraypreparat	
	Virksomt stoff III	0,04
	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0
10	Parfymeolje	0,01
	Stabilisator	0,1
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	94,85
15		
	4. Spraypreparat	
	Virksomt stoff IV	1,0
	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0
20	Parfymeolje	0,01
	Stabilisator	0,1
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	93,89
25		
	5. Spraypreparat	
	Virksomt stoff I	0,04
	Virksomt stoff IV	1,0
	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0
30	Parfymeolje	0,01
	Stabilisator	0,1
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	93,85
35		
	6. Spraypreparat	
	Virksomt stoff II	0,04

167281

13

	Virksomt stoff IV	1,0
	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	5,0
5	Parfymeolje	0,01
	Stabilisator	0,1
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	93,85
10	7. Spraypreparat	
	Virksomt stoff V	1,0
	Virksomt stoff VI	0,025
15	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	38,36
	Parfymeolje	0,03
	Stabilisator	0,1
	Metylenklorid	15,0
20	Drivmiddel: propan/butan 15:85	45,485
	8. Spraypreparat	
	Virksomt stoff V	1,0
25	Virksomt stoff VI	0,025
	Virksomt stoff I	0,04
	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	38,36
30	Parfymeolje	0,03
	Stabilisator	0,1
	Metylenklorid	15,0
	Drivmiddel: propan/butan 15:85	45,445
35	9. Spraypreparat	
	Virksomt stoff V	1,0

167281

14

	Virksomt stoff VI	0,025
	Virksomt stoff II	0,04
5	Desodorert kerosin/blanding av mettede, alifatiske hydrokarboner	38,36
	Parfymeolje	0,03
	Stabilisator	0,1
	Metylenklorid	15,0
10	Drivmiddel: propan/butan 15:85	45,445

10. Fordampningsplate

	Virksomt stoff I	10, 20 eller 30 mg
15	Diisononylftalat	150 mg
	Parfyme	0,25 mg
	Celluloseplate (16x28x3 mm)	800 mg

20 11. Fordampningsplate

	Virksomt stoff II	10 mg
	Diisononylftalat	150 mg
	Parfyme	0,25 mg
25	Celluloseplate (16x28x3 mm)	800 mg

Eksempel A

I rom med rominnhold 30 m³ opphenges pr. forsøk 3 trådnett
 30 som hver inneholder 20 resistente hannlige Musca domestica.
 Deretter sprøytes spraydoser i rommet som ifølge preparat
 eksemplene 1-9 inneholder virksomme stoffene I, II og III
 eller blandingene av virksomme stoffer I+III; II+III; IV+V;
 IV+V+I og IV+V+II.

35 Den utbragte spraymengden pr. sprayflaske utgjør 12,4 g.
 Etter spraying lukkes rommet og virkningen av spraytåken på

167281

15

fluene observeres løpende gjennom et vindu. Det protokoll-
føres etter hvor mange minutter 50, og etter hvor mange
minutter 95% av dyrene er falt i ryggstilling (knock down-
virkning). Etter 1 times forsøksvarighet angis avslutningsvis
5 prosentdelen dyr som har vært utsatt for knock down. Den
etterfølgende tabellen inneholder de oppnådde verdiene.

10

15

20

25

30

35

T a b e l l e 1
Aerosol-forsøk
(Musca domestica, resistente)

Virksomme stoffer	Utbragt mengde		50% knock down etter minutter	95% knock down etter minutter	% knock down etter 1 time
	Virksomt stoff	mg/30m'			
I		5	22'	47'	96
I		7,5	18'	33'	99
II		5	19'	37'	99
III		5	38'	52'	97
IV		124	-	-	22
I+IV	5 + 124		18'	39'	97
I+IV	7,5 + 124		14'	24'	99
II+IV	5 + 124		15'	26'	99
V+VI	124 + 3,1		18'	27'	100
V+VI+I	124 + 3,1+5		12'	17'	100
V+VI+II	124 + 3,1+5		10'	15'	100

Eksempel B

På varmeplaten av en liten elektrofordamperovn som gir temperaturer på 130 og 160°C, legges små celluloseplater som inneholder virksomt stoff ifølge preparateksemplene nr. 9 og 10. Innretningene forbindes i like store og likt utformede rom via en stikkontakt med strømnettet og oppvarmes.

Under forsøkene ble et vindu i rommene stående åpent utover i vippestilling. Straks ovnene var satt i drift ble det i hvert rom hengt inn to trådkurver hver inneholdende 20 mygg av typen Aedes aegypti, av alder 3-4 dager. En halv, hhv. én time senere ble knock down-virkningen på myggene kontrollert.

Etter lengere brenntid for ovnene ble det til bestemte tidsrom bragt inn nye mygg på samme måte i rommene, og disse ble igjen undersøkt vedrørende virksomhet etter en halv eller én time. Temperaturen for varmeovnene, mengden virksomt stoff, brennvarigheten, forsøkstiden og knock down-virkningen fremgår av den etterfølgende tabellern.

(% knock down: prosentandel av myggene som falt i ryggposisjon).

I det foreliggende forsøket ble de virksomme stoffene I (ifølge oppfinnelsen) og II ((-)-1R-transisomeren av "Fenfluthrin" anvendt.

T a b e l l e 2

Dampforsøk
(Aedes aegypti)

Virksomt stoff I, mengde i mg	Varmovn- temperatur °C	Dyr anvendt etter brenn- varighet for ovnene i timer	Oppholdstid for dyrene i rommet i i timer	% knock down	
				Virksomt stoff I	Virksomt stoff II (10 mg)
10	160	0	1	100	100
		8	1	100	100
		26	1	55	40
10	130	0	1	100	100
		8	1	100	100
		26	1	100	100
		50	1	85	97
20	160	0	1	100	100
		8	1	100	100
		28	1	100	92
20	130	0	1	100	100
		8	1	100	100
		26	1	100	100
		50	1	100	95
30	160	0	0,5	100	45
		8	0,5	100	100
		28	0,5	100	92
		32	0,5	100	47
30	130	0	0,5	97	65

Fremstillingseksempler

5 (+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropan-
karboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylester (annen betegn-
else: (+)(1R,3S)-3-(2,2-diklorvinyl)-2,2-dimetylcyklopropan-
karboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylester)

Variant a):

10 227 g (1 mol) (+)-1R-trans-permetrinsyreklorid (optisk renhet:
 95%) tilsettes ved 40°C dråpevis til 180 g (1 mol) 2,3,5,6-
 tetrafluorbenzylalkohol. Mot avslutningen av gassutviklingen
 oppvarmes det for å gjøre omsetningen fullstendig til 100°C
 15 og deretter destilleres reaksjonsproduktet. $Kp_{0,15}$: 135°.

Det oppnås 352,4 g (95% av teoretisk) av forbindelsen i
 overskriften av smeltepunkt 31°C, $[\alpha] = +15,3^\circ$ (C=0,5 CHCl₃).
 IR-data: 3080, 2965, 2935, 2895, 1735, 1620, 1510, 1465,
 20 1430, 1395, 1385, 1345, 1290, 1270, 1230, 1180, 1120, 1025,
 1050, 995, 850-950, 785.

Variant b):

25 27 g (0,11 mol) kalium (+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-diklor-
 vinyl-cyklopropankarboksylat og 20 g (0,1 mol) 2,3,5,6-
 tetrafluorbenzylklorid samt 0,005 mol pentametyletylenetriamin
 kokes i 70 ml acetonitril i 5 timer inntil halogenforbind-
 elsen er fullstendig forbrukt.

30 Deretter inndampes på rotasjonsfordamper, opptas med
 petroleumseter, utristes med vann og det oppnås etter
 inndampning av den organiske fasen 367,3 g (90% av teoretisk)
 av forbindelsen i overskriften.

35 For smeltepunkt samt fysikalske data, se ovenfor.

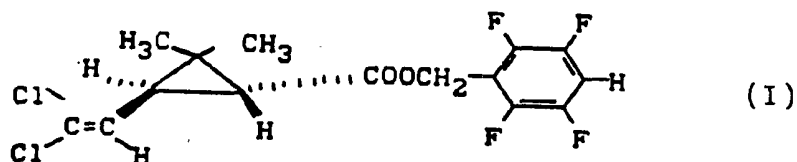
167281

20

P a t e n t k r a v

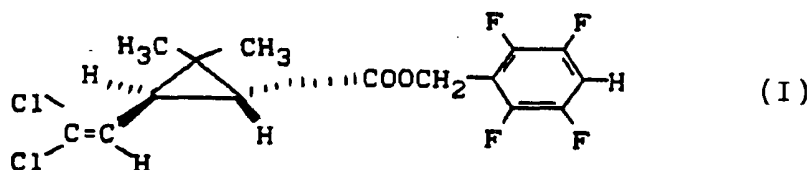
1.

(+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-cyklopropan-
karboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylester, k a r a k t e-
r i s e r t v e d f o r m e l e n



2.

Insekticid, k a r a k t e r i s e r t v e d a t d e t
innholder (+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklorvinyl)-
cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluorbenzylestere a v
f o r m e l



3.

Insekticid ifølge krav 2, k a r a k t e r i s e r t v e d
a t d e t v e d s i d e n a v (+)-1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-diklor-
vinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluor-
benzylestere n i n n e h o l d e r e t t e l l e r f l e r e y t t e r l i g e r e
i n s e k t i c i d e v i r k e s t o f f e r f r a g r u p p e n f o s f o r s y r e e s t e r,
k a r b a m a t o g y t t e r l i g e r e p y r e t r o i d e r.

4.

5 Insekticid ifølge krav 2-3, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det ved siden av (+)1R-trans-2,2-dimetyl-3-(2,2-
diklorvinyl)-cyklopropankarboksylsyre-2,3,5,6-tetrafluor-
benzylesteren inneholder ett eller flere ytterlige insekti-
cide virksomme stoffer fra gruppen "Dichlorvos" (DDVP),
"Propoxur" og "Cyfluthrin".

10

15

20

25

30

35