

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(10)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

240991

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

A 01 N 47/34

/22/ Přihlášeno 24 01 84

/21/ PV 528-84

/32/ /31//33/ Právo přednosti od 24 01 83

/č. 8300239/ Nizozemí

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 14 08 87

(72) Autor vynálezu

BROUWER MARIUS S.; GROSSCURT ARNOLDUS C.; VAN HES ROELOF, WEESP,
/Nizozemí/

(73) Majitel patentu

DUPHAR INTERNATIONAL RESEARCH B. V., WEESP /Nizozemí/

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

1

Předložený vynález se týká insekticidního a akaricidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku nové deriváty benzoylmočoviny. Dále se vynález týká způsobu přípravy těchto nových derivátů benzoylmočoviny a jejich použití k boji proti hmyzu nebo/a roztočům.

Nové deriváty benzoylmočoviny vyráběné postupem podle vynálezu mají dále cenné farmakologické vlastnosti a mohou se rovněž používat ve farmacii jako protinádorové prostředky.

Je již známo, že určité deriváty N-benzoyl-N'-fenylylmočoviny mají insekticidní účinnost. Z holandské zveřejněné přihlášky vynálezu č. 7105350 je známo, že zejména struktura substituentů benzoylové skupiny má hlavní vliv na zmíněnou účinnost.

Vysoká insekticidní účinnost byla obecně zjištěna u derivátů benzoylmočoviny, jejichž benzoylová skupina je substituována v polohách 2 nebo 2,6, například jedním nebo dvěma atomy halogenu. Substituenty na jiném místě molekuly, například na fenylovém kruhu substituujícím atom N', jsou méně podstatné pro insekticidní účinek, mohou mít však přesto vliv na tuto účinnost v tom směru, že takový derivát benzoylmočoviny je lépe nebo hůře vhodný pro praktickou aplikaci.

Tak se například v článku Wellinga a dalších v J. Agr. Food Chem., Vol. 21, č. 3, 1973, str. 348 až 354 uvádí, že substituenty na N'-fenylovém kruhu představující donory elektronů, jako například methoxyskupina, mají nepříznivý vliv na insekticidní účinnost.

S překvapením bylo nyní zjištěno, že deriváty benzoylmočoviny obsahující cyklohexyloxy-skupinu, která je popřípadě substituována jedním nebo několika alkylovými alkenylovými nebo cykloalkylovými zbytky, jako substituent N'-fenylového kruhu, mají zajímavou insekticidní

účinnost. Kromě toho byla u nových derivátů benzoylmočoviny podle vynálezu nalezena také akaricidní účinnost.

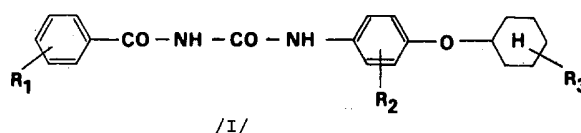
Navíc bylo zjištěno, že deriváty cyklohexyloxyfenylmočoviny podle vynálezu vykazují dokonce zajímavou účinnost i tehdy, když nejsou přítomny substituenty v poloze 2 nebo v polohách 2,6 benzoylové skupiny /srov. s údaji uvedenými shora/.

To je opak k tomu, co bylo možno očekávat, zvláště se zřetelem na údaje obsažené v článku Wellinga a dalších v J. Agr. Food Chem., Vol. 21, č. 6, 1973, str. 993 až 998.

Chemicky příbuzné deriváty benzoylmočoviny se popisují v naší holandské zveřejněné přihlášce vynálezu č. 7905155, například N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/1-fenylcyklohexyloxy/fenyl]-močovina.

Z dále uvedených příkladů je zřejmé, že tato známá sloučenina je podstatně méně účinná, než nové sloučeniny podle předloženého vynálezu.

Předmětem předloženého vynálezu je insekticidní a akaricidní prostředek, který se vyznačuje tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden derivát benzoylmočoviny obecného vzorce I



v němž

R_1 znamená atom vodíku nebo představuje 1 nebo 2 substituenty zvolené ze skupiny, která je tvořena atomem halogenu, alkylovou a halogenalkylovou skupinou vždy s 1 až 4 atomy uhlíku,

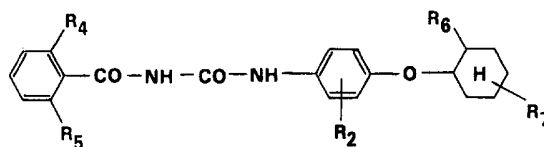
R_2 znamená atom vodíku nebo představuje 1 nebo 2 substituenty zvolené ze skupiny, která je tvořena chlorem, methylovou skupinou a trifluormethylovou skupinou, a

R_3 znamená atom vodíku nebo představuje 1 až 3 alkylové nebo alkenylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku,

nebo R_3 společně s cyklohexylovým kruhem, na který je vázán, tvoří bi- nebo polycyklický uhlovodíkový zbytek s 8 až 14 atomy uhlíku.

Tyto sloučeniny mají zajímavou insekticidní a akaricidní účinnost a mají široké spektrum účinků jak bude blíže ilustrováno v příkladové části.

Alkylová skupina, alkenylová skupina nebo cykloalkylová skupina v ortho-poloze cyklohexyloxy skupiny obecně rovněž zvyšuje insekticidní účinnost. Výhodné jsou tudíž deriváty benzoylmočoviny, které odpovídají obecnému vzorci



v němž

R_2 má shora uvedený význam,

R₄ znamená atom halogenu nebo methylovou skupinu,

R₅ znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

R₆ znamená alkylovou nebo alkenylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku, a

R₇ znamená atom vodíku, alkylovou nebo alkenylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku,

nebo

R₆ a R₇ společně s cyklohexylovým kruhem, na který jsou tyto substituenty vázány, tvoří 2-bornylovou nebo 2-adamantylovou skupinu.

Z posléze uvedených sloučenin se ukázaly výtečně vhodnými menthyloxyderiváty, zejména N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/4-menthyloxyfenyl/močovina a N⁻/2-chlorbenzoyl/-N⁻/4-menthyloxyfenyl/močovina, a to nejen pro svou vysokou insekticidní účinnost ale také pro snadnou dostupnost surovin.

Tyto menthyloxyderiváty se mohou vyskytovat ve dvou stereoisomerech, tj. v D- a L-formě, i když jsou zajisté možné také směsi těchto stereoisomerů. Pokud je to žádoucí, mohou se tyto stereoisomery vzájemně rozdělit způsoby, které jsou pro tyto účely známy, avšak pro praktické účely je výhodné použití stericky čistého cyklohexanolderivátu jako výchozí látky pro přípravu jednoho ze stereoisomerů v čisté formě.

Jako příklady nových derivátů benzořlmočoviny podle vynálezu lze uvést:

/1/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/2/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/4-D-menthyloxyfenyl/močovina,

/3/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/4/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/4-D-menthyloxyfenyl/močovina,

/5/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/4-L-menthyloxyfenyl/močovina,

/6/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/4-L-menthyloxyfenyl/močovina,

/7/ N-/2-methylbenzoyl/-N⁻/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/8/ N-benzoyl-N⁻/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/9/ N-benzoyl-N⁻/3-chlor-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/10/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/3-chlor-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/11/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/3-chlor-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/12/ N-benzoyl-N⁻/3-methyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/13/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/3-methyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/14/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻/3-methyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,

/15/ N-/2-chlorbenzoyl/-N⁻/4-cyklohexyloxyfenyl/močovina,

- /17/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/ 4-cyklohexyloxyfenyl/močovina,
/18/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/2-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/19/ N-/2-methylbenzoyl/-N'-[4-/2-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/20/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-/2-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/21/ N-benzoyl-N'-[4-/2-ethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/22/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/2-ethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/23/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-/2-ethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/24/ N-benzoyl-N'-[4-/2-terc.butylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/25/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/2-terc.butylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/26/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-/2-terc.butylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/27/ N-benzoyl-N'-[4-/2,6-dimethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/28/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/2,6-dimethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/29/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-/2,6-dimethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/30/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[3-methyl-4-/2-ethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/31/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[3-methyl-4-/2-ethylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/32/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/33/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/34/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[3-methyl-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/35/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[3-methyl-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/36/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[3-methyl-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/37/ N-benzoyl-N'-/3-trifluormethyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/38/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/3-trifluormethyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/39/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/3-trifluormethyl-4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/40/ N-benzoyl-N'-[4-/2-isopropenyl-5-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/41/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-/2-isopropenyl-5-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/42/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-/2-isopropenyl-5-methylcyklohexyloxy/fenyl]močovina,
/43/ N-benzoyl-N'-[4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/44/ N-benzoyl-N'-[3-chlor-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,

- /45/ N-/2-chlorbenzoyl-N'-[3-chlor-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/46/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[3-chlor-4-born-2-yloxyfenyl]močovina,
/47/ N-benzoyl-N'-[4-adamant-2-yloxyfenyl]močovina,
/48/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-adamant-2-yloxyfenyl]močovina,
/49/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-adamant 2-yloxyfenyl]močovina,
/50/ N-/4-chlorbenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/51/ N-/4-trifluormethylbenzoyl/-N'-/4-DL-mentyloxyfenyl/močovina,
/52/ N-/3,5-dichlorbenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/53/ N-/4-fluorbenzoyl/-N'-/4-DL-mentyloxyfenyl/močovina,
/54/ N-/3,4-dichlorbenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/55/ N-/4-brombenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina,
/56/ N-/3-brombenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina a
/57/ N-/2,4-difluorbenzoyl/-N'-/4-DL-menthyloxyfenyl/močovina.
/58/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/3,5-dichlor-4-l-methylxyfenyl/močovina,
/59/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/3,5-dichlor-4-l-methyloxyfenyl/močovina,
/60/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/3,5-dichlor-4-DL-methyloxyfenyl/močovina,
/61/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/3,5-dichlor-4-DL-methyloxyfenyl/močovina,
/62/ N-benzoyl-N'-/4-isomethyloxyfenyl/močovina,
/63/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/4-isomenthhyloxyfenyl/močovina,
/64/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-isomenthhyloxyfenyl/močovina,
/65/ N-benzoyl-N'-/4-neomenthhyloxyfenyl/močovina,
/66/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/4-neomenthhyloxyfenyl/močovina,
/67/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-neomenthhyloxyfenyl/močovina,
/68/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/4-DL-isopinokamfenoxyfenyl/močovina,
/69/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-DL-isopinokamfenoxyfenyl/močovina,
/70/ N-benzoyl-N'-/4-adamantyl-1-yloxyfenyl/močovina,
/71/ N-/2-chlorbenzoyl/-N'-[4-adamant-1-yloxyfenyl]močovina,
/72/ N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-[4-adamant-1-yloxyfenyl]močovina.

Sloučeniny podle vynálezu se mohou používat k boji proti roztočům a hmyzu v zemědělství a zahradnictví v lesním hospodářství a v povrchových vodách stejně dobře jako k ochraně textilií proti napadení například moly a brouky poškozujícími koberce, proti hmyzu v zásobách, například ve skladovaném obilí, jakož i proti hmyzu ve veterinární oblasti a oblasti lékařsko-hygienické.

Sloučeniny podle předloženého vynálezu se mohou používat také k potírání hmyzu žijícího v hnoji teplokrevných zvířat, například hovězího dobytka, prasat a slepic. Pro tuto aplikaci je možno účinné látky podávat orálně zvířatům, například smísením s krmivem, takže se tyto sloučeniny po určité době dostanou do hnoje.

Sloučeniny podle vynálezu jsou zvláště účinné proti larvám a vajíčkům roztočů a hmyzu. V zásadě je možno popisované sloučeniny používat proti všem druhům hmyzu uvedeným v Pestic. Sci. 9, 373-386 /1978/.

Navíc bylo zjištěno, že sloučeniny podle vynálezu mají cytostatickou účinnost a protinádorovou účinnost, která se projevuje v inhibičním účinku na růst nádorů. Pro účely farmaceutických přípravků pro léčení nádorů u živočichů se sloučeniny podle vynálezu zpracovávají spolu s farmaceuticky upotřebitelnými nosnými látkami.

K praktickým aplikacím pro pesticidní účely se sloučeniny podle vynálezu obvykle zpracovávají na příslušné prostředky. V těchto prostředcích je účinná látka smísená s pevným nosným materiálem nebo je rozpuštěna či dispergována v kapalném nosiči, popřípadě v kombinaci s pomocnými látkami, jako jsou například emulgátory, smáčedla, dispergátory a stabilizátory.

Jako příklady prostředků podle vynálezu je možno uvést vodné roztoky a disperze, olejové roztoky a olejové disperze, roztoky v organických rozpouštědlech, pasty, popraše, dispergovatelné prášky, mísitelné oleje, granuláty, palety, invertní emulze, aerosolové prostředky a dýmotvorné svíčky.

Dispergovatelné prášky, pasty a mísitelné oleje jsou koncentrované prostředky, které se před nebo během použití ředí.

Invertní emulze a roztoky v organických rozpouštědlech se používají hlavně k letecké aplikaci, při níž se velké plochy ošetřují poměrně malým množstvím prostředku. Invertní emulzi je možno připravit emulgováním vody v olejovém roztoku nebo olejové disperzi účinné látky v postřikovacím zařízení krátce před nebo dokonce i během postřiku.

Roztoky účinných látek v organických rozpouštědlech mohou obsahovat látku snižující fyto-toxicitu, jako tuk z ovčí vlny, kyselinu nebo alkohol tuku z ovčí vlny.

V další části jsou podrobně popsány příklady několika prostředků podle vynálezu.

Granuláty se vyrábějí například tak, že se účinná látka rozpustí v rozpouštědle nebo disperguje v ředidle a vzniklým roztokem nebo suspenzí se, popřípadě v přítomnosti pojidla, impregnuje granulovaný nosný materiál, jako jsou porézní granule /například pemza nebo attaclay/, minerální neporézní granule /písek nebo mletý slín/ nebo organické granulované materiály /například vysušená kávová sedlina, sekané tabákové stonky a granulovaná dřeň kukuřičných klasů/.

Účinný prostředek ve formě granulátu lze rovněž připravit slisováním účinné složky spolu s práškovým minerálním nosičem v přítomnosti lubrikačních přísad a pojidel, rozdrčením výlisků a prosátím na žádanou velikost granulí.

Granulované prostředky lze dále připravit smísením práškové účinné látky s práškovým nosičem a pak aglomerací směsi na žádanou velikost částic.

Popraše je možno získat důkladným promísením účinné látky s inertním pevným nosným materiálem, například maskem.

Dispergovatelné prášky se připravují smísením 10 až 80 dílů hmotnostních pevného inertního nosiče, například kaolinu, dolomitu, sádry, křídý, bentonitu, attapulgitu, koloidního oxidu křemičitého nebo směsí těchto a podobných látek s 10 až 80 díly hmotnostními účinné látky, 1 až 5 díly hmotnostními dispergátorem, například ligninsulfonátu nebo alkylnaftalensulfonátu, známých pro použití k těmto účelům, a výhodně rovněž s 0,5 až 5 díly hmotnostními smáčedla, jako například sulfatovaného mastného alkoholu, alkylarylsulfonátu, kondenzačního produktu mastné kyseliny nebo polyoxyethylenderivátu, a v případě potřeby pak s dalšími přísadami.

K přípravě mísitelných olejů je možno účinnou látku rozpustit ve vhodném rozpouštědle, s výhodou obtížně mísitelném s vodou, a k roztoku přidat jeden nebo několik emulgátorů. Vhodnými rozpouštědly jsou například xylen, toluen, ropné destiláty bohaté na aromáty, jako je solventnafta, destilovaný dehtový olej a směsi těchto kapalin.

Jako emulgátory je možno použít například polyoxyethylenderiváty nebo/a alkylarylsulfonáty. Koncentrace účinné látky v těchto mísitelných olejích není omezena nějakým úzkým rozmezím a může se pohybovat například mezi 2 a 50 % hmotnostními.

Kromě mísitelných olejů je možno jako kapalnou a vysoce koncentrovanou primární kompozici uvést roztok účinné látky v kapalině, která je dobře mísitelná s vodou, například v glykolu nebo glykoletheru. K tomuto roztoku se přidává dispergační činidlo a popřípadě povrchově aktivní činidlo. Zředěním tohoto koncentráту vodou krátce před nebo během postřiku se získá vodná disperze účinné látky.

Aerosolové prostředky podle vynálezu se připravují obvyklým způsobem kombinací účinné látky popřípadě v rozpouštědle, s těkavou kapalinou používanou jako propellant, jako je například směs chlorovaných a fluorovaných derivátů methanu a ethanu, směs nižších uhlovodíků, dimethylether nebo plyny, jako oxid uhlíčitý, dusík nebo oxid dusnatý.

Dýmotvorné svíčky nebo dýmotvorné prášky, tj. prostředky schopné při hoření vyvíjet pesticidní dým, se získávají inkorporací účinné látky do hořlavé směsi, která může obsahovat například cukr nebo dřevo, s výhodou v rozemlněné formě, jako palivo, a látku schopnou udržet hoření, jako je například dusičnan amonný nebo chlorečnan draselný, a dále látku schopnou zpomalovat hoření, například kaolín, bentonit nebo/a koloidní kyselinu křemičitou.

Kromě shora uvedených přísad mohou prostředky podle vynálezu obsahovat ještě další látky, jejichž použití v prostředcích tohoto typu je známé.

Tak například do dispergovatelných prášků a do směsí určených ke granulaci je možno přidávat kluznou látku, jako vápenatou sůl stearové kyseliny nebo hořečnatou sůl stearové kyseliny.

Ke zlepšení přilnavosti pesticidu k ošetřované kulturní rostlině je možno přidávat rovněž "adheziva", jako jsou deriváty polyvinylalkoholu a celulózy nebo jiné koloidní materiály, jako kasein. Přidávat je možno i látky snižující fytotoxicitu účinné sloučeniny, nosného materiálu nebo pomocné látky, jako tuk z ovčí vlny nebo alkohol tuku z ovčí vlny.

K prostředky podle vynálezu je možno rovněž přidávat známé pesticidně účinné sloučeniny. Přidavek těchto látek rozšiřuje spektrum účinnosti zmíněných prostředků a může vést i k synergismu.

Pro použití v takovýchto kombinovaných prostředcích přicházejí v úvahu následující známé insekticidní, akaricidní a fungicidní sloučeniny:

Insekticidy, jako

1/ organické chlorderiváty, například 6,7,8,9,10,10-hexachlor-1,5,5a,6,9,9a-hexahydro-6,9-methano-2,4,3-benzo[e]dioxathiepin-3-oxid,

2/ karbamáty, například 2-dimethylamino-5,6-dimethylpyrimidin-4-yl-dimethylkarbamát a 2-isopropoxyfenylmethylkarbamát,

3/ di/m/ethylfosfáty, například 2-chlor-2-diethylkarbamoyl-1-methylvinyl/, 2-methoxykarbonyl-1-methylvinyl/, 2-chlor-1-/2,4-dichlorfenyl/vinyl- a 2-chlor-1-/2,4,5-trichlorfenyl-/vinyl-di/m/ethylfosfát,

4/ O,O-di/m/ethylfosforothioáty, například O/S/-2-methylthioethyl-, S-2-ethylsulfinylethyl-, S-2-/1-methylkarbamoylethylthio/ethyl/, O-4-brom-2,5-dichlorfenyl/, O-3,5,6-trichlor-2-pyridyl-, O-2-isopropyl-6-methylpyrimidin-4-yl- a O-4-nitrofenyl-O,O-di/m/ethylfosforothioát,

5/ O,O-di/m/ethylfosforodithioáty, například S-methylkarbamoylmethyl/, S-2-ethylthioethyl-, S-/3,4-dihydro-4-oxobenzo[d]-1,2,3-triazin-3-yl-methyl-, S-1,2-di/ethoxykarbonyl-/ethyl-, S-6-chlor-2-oxobenzoxazolin-3-ylmethyl- a S-2,3-dihydro-5-methoxy-2-oxo-1,3,4-thiadiazol-3-ylmethyl-O,O-di/m/ethylfosforodithioát,

6/ fosfonáty, například dimethyl-2,2,2-trichlor-1-hydroxyethylfosfonát,

7/ přírodní a syntetické pyrethroidy,

8/ amidiny, například N'-/2-methyl-4-chlorfenyl/-N,N-dimethylformamidin,

9/ mikrobiální insekticidy, jako *Bacillus thuringiensis*,

10/ karbamoyloxiny, jako například
S-methyl-N-/methylkarbamoyloxy/thioacetamidát, a

11/ další deriváty benzoylmočoviny, jako například
N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-chlorfenyl/močovina.

Akaricidy, jako například

1/ organické sloučeniny cínu, například tricyklohexylcínhydroxid a di[tri-/2-methyl-2-fenylpropyl/cín]oxid,

2/ organické halogenderiváty, například
isopropyl-4,4'-dibrombenzilát,
2,2,2-trichlor-1,1-di/4-chlorfenyl/ethanol a
2,4,5,4'-tetrachlordifenylsulfon,

3/ syntetické pyrethroidy,

a dále 3-chlor-alfa-ethoxyimino-2,6-dimethoxybenzylbenzoát a O,O-dimethyl-S-methylkarbamoylmethylfosforothioát.

Fungicidy, jako

1/ organické sloučeniny cínu, například trifenylocínhydroxid a trifenylocínacetát,

2/ alkylen-bis-dithiokarbamáty, například ethylen-bis-dithiokarbamát zinečnatý a ethylen-bis-dithiokarbamát manganatý,

3/ 1-acyl- nebo 1-karbamoyl-N-benzimidazol-2-yl-karbamáty a 1,2-bis/3-alkoxykarbonyl/-2-thioureidobenzen,

a dále

2,4-dinitro-6-/2-oktylfenylkrotonát/,

1-[bis/dimethylamino/fosforyl]-3-fenyl-5-amino-1,2,4-triazol,

N-trichlormethylthioftalimid,

N-trichlormethylthiotetrahydroftalimid,

N-/1,1,2,2-tetrachlorethylthio/tetrahydroftalimid,

N-dichlorfluormethylthio-N-fenyl-N,N'-dimethylsulfamid,

tetrachlorisofthalonitril,

2-/4'-thiazolyl/benzimidazol,

5-butyl-2-ethylamino-6-methylpyrimidin-4-yl-dimethylsulfamát,

1-/4-chlorfenoxy/-3,3-dimethyl-1-/1,2,4-triazol-1-yl/-2-butanon,

alfa-/2-chlorfenyl/-alfa-/4-chlorfenyl/-5-pyrimidinmethanol,

1-/isopropylkarbamoyl/-3-/3,5-dichlorfenyl/hydantoin,

N-/1,1,2,2-tetrachlorethylthio/-4-cyklohexen-1,2-karboximid,

N-trichlormethylmerkapt-4-cyklohexen-1,2-dikarboximid a

N-tridecyl-2,6-dimethylmorfolin.

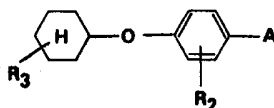
Dávkování prostředků podle vynálezu při praktickém použití pochopitelně závisí na různých faktorech, například na ošetřované ploše, na zvolené účinné látce, na formě prostředku, na charakteru a rozsahu zamoření a na povětrnostních podmínkách.

Obecně se dosahuje příznivých výsledků při aplikaci dávek odpovídajících 1 až 5 000 g účinné látky na 1 ha.

Pro shora popisovanou orální aplikaci zvířatům spolu s krmivem se účinná látka mísí s krmivem v takovém množství, které je účinné pro insekticidní použití.

Sloučeniny podle vynálezu jsou novými látkami, které lze připravovat způsobem o sobě známým pro výrobu příbuzných sloučenin.

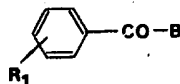
Postupem podle vynálezu se sloučeniny obecného vzorce I připravují například tak, že se na sloučeninu obecného vzorce



v němž

R_2 a R_3 mají shora uvedené významy a

A znamená aminoskupinu nebo isokyanatoskupinu, působí sloučeninou obecného vzorce



v němž

R_1 má shora uvedený význam a

B znamená isokyanatoskupinu nebo aminoskupinu,

s tím, že když A znamená aminoskupinu, pak B znamená isokyanatoskupinu a jestliže A znamená isokyanatoskupinu, pak B znamená aminoskupinu, v přítomnosti organického rozpouštědla při reakční teplotě mezi 0 °C a teplotou varu použitého rozpouštědla.

Reakce podle vynálezu se výhodně provádí v přítomnosti organického rozpouštědla, například aromatického uhlovodíku, alkylhalogenidu, cyklického dialkyletheru nebo dialkyletheru s otevřeným řetězcem, nebo acetonitrilu, při reakční teplotě mezi 0 °C a teplotou varu použitého rozpouštědla.

I když shora uvedené metody přípravy jsou metodami nejvhodnějšími, lze nové sloučeniny připravovat také jiným způsobem, například způsobem popsaným ve shora citované zveřejněné přihlášce vynálezu č. 7105350 nebo podle metod, které se popisují ve zveřejněných holandských přihláškách vynálezu č. 7806678 nebo 8005588.

Vynález blíže popisují následující příklady, které však jeho rozsah v žádném případě neomezuje.

P ř í k l a d I

Příprava N-/2,6-difluorbenzoyl/-N-/4-DL-menthyloxyfenyl/močoviny /1/

1,9 g 2,6-difluorbenzoylisokyanátu se za míchání při teplotě místnosti přidá k roztoku 2,47 g 4-DL-methyloxyanilinu ve směsi 15 ml diethyletheru a 15 ml petroletheru /s rozsahem teploty varu od 60 do 80 °C/.

Po přidání 35 ml petroletheru /60 až 80 °C/ se v míchání pokračuje další hodinu a potom se vzniklá sraženina odfiltruje. promyje se petroletherem a vysuší se. Žádaný produkt se získá ve výtěžku 4,1 g. Teplota tání 189° až 190 °C.

Derivát anilinu, který se používá jako výchozí látka, se získá z odpovídající nitrosloučeniny redukcí vodíkem za působení Raneyova niklu jako katalyzátoru, a za použití ethylacetátu jako rozpouštědla.

Výchozí 1-nitro-4-DL-menthyloxybenzen se připravuje reakcí DL-mentholu s 1-fluor-4-nitrobenzenem v terc. butanolu jako rozpouštědle v přítomnosti terc.butoxidu draselného.

Odpovídajícím způsobem, při němž se popřípadě místo diethyletheru jako rozpouštědla pro vznik močoviny používá acetonitril, se připraví následující sloučeniny /číslování sloučenin odpovídá číslování, kterého bylo použito shora v předcházející části popisu/:

sloučenina číslo	teplota tání /°C/
2	192 - 194
3	129 - 132
4	152 - 154
5	186 - 188
6	155 - 157
7	154 - 156
8	199 - 201
9	176 - 182
10	183 - 186
11	165 - 171
12	189 - 193
13	175 - 177
14	201 - 204
15	189 - 193
16	166 - 169
17	184 - 189
18	176 - 180
19	153 - 156
20	171 - 172,5
21	132 - 136
22	142 - 146
23	160 - 163
24	184 - 188
25	187 - 189
26	205 - 208
27	158 - 166
28	148 - 160
29	155 - 175
30	148 - 163
31	181 - 189
32	179 - 182
33	216 - 217
34	189 - 190
35	186 - 190
36	183 - 185
37	158 - 160
38	139 - 143
39	181 - 185
40	182 - 187
41	164 - 170
42	188 - 192
43	190 - 192
44	185 - 188
45	218 - 220
46	205 - 207
47	214 - 214,5
48	214 - 215,5
49	220 - 222

Příklad II

Příprava N-/4-fluorbenzoyl/-N-/4-DL-menthyloxyfenyl/močoviny /53/

2,75 g 4-DL-menthyloxyfenylisokyanátu se přidá k roztoku 1,4 g 4-fluorbenzamidů ve 30 ml xylenu. Směs se zahřívá 4 hodiny k varu pod zpětným chladičem. Po ochlazení se vzniklá sraženina odfiltruje, promyje se diethyletherem a vysuší se. Žádaný produkt se získá ve výtěžku 2,9 g. Teplota tání 203 až 204 °C.

Výchozí isokyanát se získá z 4-DL-menthyloxyanilinu /připraveného postupem, který se popisuje v příkladu I/ reakcí s fosgenem ve vroucím toluenu. Produkt se čistí destilací.

Odpovídajícím způsobem se připraví následující sloučeniny /číslování sloučenin odpovídá číslování, kterého bylo použito v předcházející části popisu/:

sloučenina číslo	teplota tání /°C/
50	223 - 224
51	221 - 222
52	138 - 145
54	196 - 199
55	218 - 222
56	187 - 188
57	166 - 167

Analogickým postupem jako je popsán v příkladu I se dále vyrobí následující sloučeniny:

sloučenina číslo	teplota tání /°C/
58	196 - 202
59	182 - 183
60	201 - 205
61	179 - 183
62	174 - 175
63	146 - 147
64	146 - 147
65	206 - 207
66	194 - 195
67	215 - 216
68	192 - 193
69	184 - 185
70	239 - 241
71	233 - 234
72	233 - 234

Příklad III

/a/ Příprava roztoku účinné látky, tj. N-(2,6-difluorbenzoyl)-N'-(4-DL-menthyloxyfenyl)-močoviny v kapalině mísitelné s vodou /"kapalný prostředek"/

10 g shora uvedené účinné látky se rozpustí ve směsi 10 ml isoforonu a asi 70 ml dimethylformamidu, načež se k roztoku jako emulgátor přidá 10 g polyoxyethylenglykolricinyletheru.

Další účinné látky se odpovídajícím způsobem zpracují na 10% nebo 20% "kapalné prostředky".

Analogickým způsobem se získají "kapalné prostředky" v N-methylpyrrolidonu, dimethylformamidu a směsi N-methylpyrrolidinu a isoforonu jako rozpouštědla.

/b/ Příprava roztoku účinné látky v organickém rozpouštědle

200 mg testované účinné látky se rozpustí v 1 000 ml acetonu v přítomnosti 1,6 g nonyl-fenolpolyoxyethylenu. Po vylití tohoto roztoku do vody lze vzniklý roztok používat jako postřikovou kapalinu.

/c/ Příprava emulgovatelného koncentrátu účinné látky

10 g testované účinné látky se rozpustí ve směsi 15 ml isoforonu a 70 ml xylenu. K získanému roztoku se přidá 5 g směsi polyoxyethylensorbitanesteru a alkylbenzensulfonátu jako emulgátoru.

/d/ Příprava dispergovatelného prášku /smáčitelného prášku/ účinné látky

25 g testované účinné látky se smísí s 68 g kaolinu v přítomnosti 2 g natriumbutyl-naftalensulfonátu a 5 g ligninsulfonátu.

/e/ Příprava suspenzního koncentrátu účinné látky

Směs 10 g účinné látky, 2 g ligninsulfonátu a 0,8 g natriumalkylsulfátu se doplní vodou až na celkový objem 100 ml.

/f/ Příprava granulátu účinné látky

7,5 g účinné látky, 5 g sulfitového výluhu a 87,5 g mletého dolomitů se smísí, načež se výsledná směs zpracuje na granulovaný prostředek aglomerační metodou.

P ř í k l a d IV

Mladé rostliny růžičkové kapusty o výšce zhruba 15 cm se postříkají prostředky získanými podle příkladu III/b/ v různých koncentracích. K těmto přípravkům se navíc přidává zhruba 250 mg alkylovaného fenolpolyoxyethylenu /Citowett/ na 1 litr.

Poté, když rostliny oschnou, umístí se do válců z plexiskla a infikují se 5 laryami bělásky zelného /*Pieris brassicae*/ ve třetím larválním stádiu. Válce se poté přikryjí gázem a uchovávají se v místnosti, ve které se střídá cyklus světlo-tma, a to 16 hodin světla a 8 hodin tmy.

Za světla činí teplota 24 °C a relativní vlhkost 70 % a za tmy činí teplota 19 °C a relativní vlhkost 80 až 90 %. Po pěti dnech se zjistí mortalita larev v %. Každý pokus se provádí třikrát.

Průměrné výsledky pokusů jsou uvedeny v následující tabulce A. Symboly používané v tabulce mají následující významy:

- + = 90 až 100% mortalita
- ± = 50 až 90% mortalita
- = mortalita menší než 50 %

Ke srovnání byla testována jako známá účinná látka N-/2-chlorbenzoyl/-N'-4-/1-fenylcyklohexyloxy/fenylmočovina /"známá"/.

T a b u l k a A

Insekticidní účinek vůči larvám bělásky zelného /*Pieris brassicae*/ ve třetím larválním stádiu/

240991

14

sloučenina
číslo

koncentrace účinné látky v mg/litr

	300	100	30	10	3	1	0,3	0,1	0,3
/1/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/2/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/3/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/4/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/5/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/6/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/7/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/8/	+	+	+	+	+	+	+	-	
/9/	+	+	+	+	+	+	-		
/10/	+	+	+	+	+	+	+	-	
/11/	+	+	+	+	+	+	+	-	
/12/	+	+	+	+	+	+	±	-	
/13/	+	+	+	+	+	+	+	-	
/14/	+	+	+	+	+	+	+	±	-
/15/	+	+	+	+	±	-			
/16/	+	+	+	+	±	-			
/17/	+	+	+	+	+	+	+	+	-
/18/	+	+	+	+	+	+	±	-	
/19/	+	+	+	+	+	±	-		
/20/	+	+	+	+	+	+	+	±	-
/21/	+	+	+	+	+				
/22/	+	+	+	+	+	+	+	±	-
/23/	+	+	+	+	+	+	+	+	±
/24/	+	+	+	+	-				
/25/	+	+	+	+	+				
/26/	+	+	+	+	+				
/28/	+	+	+	+	+				

pokračování tabulky

sloučenina číslo	koncentrace účinné látky v mg/litr								
	300	100	30	10	3	1	0,3	0,1	0,03
/29/	+	+	+	+	+				
/30/	+	+	+	+	+				
/31/	+	+	+	+	+				
/32/	+	+	+	+	+				
/33/	+	+	+	+	+				
/34/	+	+	+	+	+				
/35/	+	+	+	+	+				
/36/	+	+	+	+	+				
"známá"	+	+	-						

Poznámka:

Jestliže výsledky testu nekončí symbolem "-", pak test nebyl dokončen.

Kapalné insekticidní prostředky se v praxi používají v množství přibližně 1 000 litrů na 1 ha. Pokrytí rostlin prostředkem je v praxi značně menší než při pokusech v laboratoři nebo ve skleníku, jak se popisují shora.

V souhlase s tím bylo zjištěno, že v praxi je nutno zvýšit dávku řádově 10krát, aby se dosáhlo stejného účinku. Proto při praktické aplikaci shora uvedeným množstvím s insekticidním účinkem odpovídají dávky od asi 1 do asi 3 000 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d v

Do vodných suspenzí účinných látek o různých koncentracích, připravených postupem popsaným v příkladu III/e/, se vloží vždy 20 larev komára /Aedes aegypti/. Suspenze se potom udržují 10 dnů při teplotě 25 °C, během kteréžto inkubační doby se larvy krmí vodnou suspenzí práškového tmavého chleba a kvasnic.

Za 10 dnů se zjistí mortalita v % v porovnání s přirozenou mortalitou. Výsledky testů jsou uvedeny v tabulce B. Význam používaných symbolů je stejný jako v příkladu IV.

T a b u l k a B

Insekticidní účinek na larvy komára /Aedes aegypti/ /v prvním larválním stádiu/

sloučenina číslo	koncentrace účinné látky v mg/litr						
	1	0,3	0,1	0,03	0,01	0,003	0,001
/1/	+	+	+	+	+	±	-
/2/	+	+	+	+	+	+	±
/3/	+	+	+	+	+	-	
/4/	+	+	+	+	+	+	-
/5/	+	+	+	+	+	+	±
/6/	+	+	+	+	+	-	
/7/	+	+	+	+	±	-	
/10/	+	+	+				
/11/	+	+	+				
/13/	+	+	+				
/14/	+	+	+				
/17/	+	+	+	+	-		
/18/	+	+	+	-			
/19/	+	+	-				
/20/	+	+	+	+	±	±	-
/22/	+	+	+				
/23/	+	+	+				
/25/	+	+	±				
/26/	+	+	+				
/28/	+	+	±				
/29/	+	+	+				
/30/	+	+	+				
/31/	+	+	+				
/33/	+	+	-				

Příklad VI

Růstové špičky rostlin bobu obecného se čtyřmi dobře vyvinutými listy se odstraní a potom se rostliny ošetří postřikem až do odkapávání kapek přípravky získanými podle příkladu III/b/ o různých koncentracích.

K těmto přípravkům se navíc přidává 250 mg Citowettu na 1 litr. Po oschnutí postřikové vrstvy se rostliny umístí do průhledných válců z plastické hmoty a poté se infikují 5 larvami *Spodoptera littoralis* ve třetím larválním stádiu.

Válce se přikryjí gázou a poté se uchovávají jak uvedeno v příkladu IV. Po 5 dnech se zjistí mortalita larev v %. Každý pokus se provádí třikrát. Průměrné výsledky pokusů jsou uvedeny v tabulce C. Významy symbolů jsou stejné jako v příkladu IV.

Tabulka C

Insekticidní účinnost vůči larvám *Spodoptera littoralis* /ve třetím larválním stádiu/

sloučenina číslo	koncentrace účinné látky v mg/litr								
	300	100	30	10	3	1	0,3	0,1	0,03
/1/	+	+	+	+	+	+	+	±	-
/2/	+	+	+	+	+	±	-		
/3/	+	+	+	+	+	+	+	±	-
/4/	+	+	+	+	+	+	-		
/5/	+	+	+	+	+	+	-		
/7/	+	+	+	+	+	+	-		
/8/	+	+	+	+	+	+	±	-	
/9/	+	+	+	+	±	-			
/10/	+	+	+	+	+				
/11/	+	+	+	+	+				
/12/	+	+	+	+	+				
/13/	+	+	+	+	+				
/14/	+	+	+	+	+				
/22/	+	+	+	±	-				
/23/	+	+	±	±	-				

Při použití v praxi odpovídají shora uvedeným dávkám s insekticidní účinností dávky od asi 3 g do asi 3 000 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d VII

Mladé rostliny brambor, zhruba o výšce 15 cm, se postřikají přípravky získanými podle příkladu III(b) o různých koncentracích. K těmto přípravkům se navíc přidává asi 250 mg Citowettu na 1 litr. Po oschnutí postřikové vrstvy rostlin se rostliny umístí do průhledných válců z plastické hmoty.

Rostliny se potom infikují 10 larvami mandelinky bramborové /ve třetím larválním stádiu /*Leptinotarsa decemlineata*/. Infikované rostliny se potom uchovávají stejným způsobem jako je popsán v příkladu IV.

Po 5 dnech se zjistí mortalita larev v procentech. Pokusy se provádějí třikrát. Průměrné výsledky pokusů jsou uvedeny v následující tabulce D. Významy symbolů jsou shodné jako v příkladu IV. Ke srovnání byla použita též známá sloučenina jako v příkladu IV, která se i zde označuje symbolem "známá".

T a b u l k a D

Insekticidní účinnost proti larvám mandelinky bramborové /*Leptinotarsa decemlineata*/

sloučenina číslo	koncentrace účinné látky v mg/litr							
	300	100	30	10	3	1	0,3	0,1
1	±	±	±	±	±	±	±	-
2	+	+	+	+	±	-		
3	±	±	±	±	±	±	-	
4	+	+	+	±	-			
5	+	+	+	±	-			
6	+	+	+	±	-			
7	±	±	±	±	±	-		
8	+	+	+	-				
9	+	+	±					
10	+	+	+					
11	+	+	+					
12	+	+	±					
13	+	+	+					
14	+	+	+					
17	±	±	±	±	-			
18	±	±	-					
20	+	+	+	±	-			

pokračování tabulky

sloučenina číslo	koncentrace účinné látky v mg/litr							
	300	100	30	10	3	1	0,3	0,1
22	+	+	+					
23	+	+	+					
"známá"	-							

Shora uvedeným dávkám s insekticidním účinkem odpovídají při praktické aplikaci dávky od asi 30 g do asi 3 000 g účinné látky na 1 ha.

p ř í k l a d VIII

Rostliny fazolu obecného /*Phaseolus vulgaris*/ se dvěma dobře vyvinutými listy se infikují sviluškou /*Tetranychus cinnabarinus*/ umístěním určitého počtu dospělých samičích exemplářů roztoče na rostliny.

Dva dny po infekci se rostliny spolu s přítomnými dospělými roztoči postřikají až do stádia odkapávání kapek prostředky, které byly získány podle příkladu III/b/, o různých koncentracích. Navíc se k postřikové kapalině přidává 150 mg alkylovaného fenolpolyoxyethylenu /Citowett/ na 1 litr.

Pět dnů po postřiku se z rostlin odstraní dospělí jedinci roztoče. Rostliny se potom uchovávají po dobu 2 týdnů v místnosti s kontrolovanou teplotou a relativní vlhkostí vzduchu, ve které se střídá světlo a tma v cyklu 16 hodin světla a 8 hodin tmy.

Za světla činí teplota asi 24 °C a relativní vlhkost vzduchu asi 70 %, zatímco během tmy činí teplota asi 19 °C a relativní vlhkost vzduchu činí 80 až 90 %. Potom se zjistí snížení populace, tj. mortalita počtu adultů, larev a vajíček ve srovnání s rostlinami, které nebyly chemicky ošetřeny. Pokusy se provádějí třikrát.

Použije-li se prostředku, který obsahuje jako účinnou složku N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-DL-menthylfenyl/močovinu /1/, pak se zjistí významné snížení populace ve srovnání s rostlinami, které nebyly chemicky ošetřeny.

p ř í k l a d IX

Růstové vrcholky rostlin fazolu obecného /*Phaseolus vulgaris*/ se dvěma dobře vyvinutými listy se odstraní, a poté se rostliny postřikají prostředkem připraveným podle příkladu III/a/ až do stádia odkapávání kapek.

K prostředku se navíc přidá 125 mg Citowettu na 1 litr. Prostředek obsahuje jako účinnou složku N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-menthyloxyfenyl/močovinu /sloučeninu č. 1/ o různých koncentracích.

Po oschnutí postřikové vrstvy rostlin se rostliny umístí do průhledných válců z plastické hmoty a potom se infikují 5 larvami *Epilachna varivestis* ve druhém larválním stádiu. Válce se potom přikryjí kotoučem papíru a gázou a uchovávají se jak popsáno v příkladu IV.

Po 6 dnech se určí mortalita larev v procentech. Pokusy se provádějí třikrát; většina pokusných sérií se opakuje jednou nebo dvakrát. Průměrné výsledky pokusných sérií jsou uvedeny v následující tabulce E.

T a b u l k a E

Insekticidní účinnost proti larvám *Epilachna varivestis* ve druhém larválním stádiu

koncentrace účinné látky v mg/litr	mortalita v procentech		
10	93	100	
3	100	100	100
1		100	100
0,3		40	87
0,1			0

Dávky s insekticidní účinností ze shora uvedené tabulky odpovídají při použití za praktických podmínek dávkám od asi 3 do asi 100 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d X

Mladé rostliny růžičkové kapusty o výšce zhruba 15 cm se postříkají prostředkem získaným podle příkladu III/a/, ke kterému bylo navíc přidáno 125 mg Citowettu. Prostředek obsahuje N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-menthyloxyfenyl/močovinu /1/ jako účinnou látku v různých koncentracích.

Po oschnutí postřikové vrstvy rostlin se z rostlin odříznou listy a vloží se do Petriho misek. Poté se listy zamoří přenesením larev předivky *Plutella xylostella*/ ve druhém larválním stádiu do každé Petriho misky. Petriho misky se poté uchovávají jak popsáno v příkladu IV, přičemž se listy denně nahrazují čerstvými listy.

Po 6 dnech se zjistí účinnost testovaných látek stanovením dávky pomocí které se zabrání dalšímu výskytu předivky *Plutella xylostella*. Pokusy se provádějí třikrát. Průměrné výsledky pokusů jsou uvedeny v tabulce F.

T a b u l k a F

Insekticidní účinek na larvy předivky *Plutella xylostella* ve druhém larválním stádiu

koncentrace účinné látky v mg/litr	účinnost v procentech
30	100
10	100
3	83
1	97

Dávky uvedené v tabulce F odpovídají při aplikaci v praxi dávkám asi 10 g až asi 300 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d XI

Prostředek obsahující jako účinnou látku N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-menthyloxyfenyl/-močovinu /1/, připravený podle příkladu III/a/, a navíc 200 mg alkylovaného fenolpolyoxyethylenu /Neutronix/ na 1 litr, se testuje ve volné přírodě na účinnost vůči larvám bělásky zelné-
ho *Pieris brassicae*/ ve druhém a třetím larválním stádiu.

Rostliny se postřikají pouze ze shora až do stádia odkapávání kapek. Po 6 dnech se určí stupeň mortality larev. Pokusy se provádějí třikrát. Většina sérií testů se opakuje. Průměrné výsledky testovaných sérií jsou uvedeny v tabulce G.

T a b u l k a G

Insekticidní účinek proti larvám běláška zelného /*Pieris brassicae*/ ve druhém a třetím larválním stádiu /

koncentrace účinné látky v mg/litr	stupeň mortality	
3	100	100
1	100	88
0,3	100	54
0,1	48	46
0,03	8	

Dávkám s insekticidním účinkem uvedeným v tabulce G odpovídají za podmínek praxe dávky od asi 3 g do asi 30 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d XII

Prostředek obsahující jako účinnou látku N-/2,6-difluorbenzoyl/-N⁻-/4-menthyloxyfenyl/-močovinu /1/, připravený podle příkladu III/a/, se testuje ve volné přírodě na účinek vůči larvám mandelinky braborové /*Leptinotarsa decemlineata*/ ve druhém a třetím larválním stádiu. Pokus se provádí následujícím způsobem:

Mladé rostliny brambor o výšce asi 20 cm, se postřikají pouze ze shora účinným prostředkem o různých koncentracích až do stádia odkapávání kapek. Rostliny se potom zamoří 17 larvami mandelinky bramborové /*Leptinotarsa decemlineata*/ a uchovávají se.

Po 6 dnech se zjistí stupeň mortality larev. Pokusy se provádějí třikrát. Většina sérií pokusů se opakuje. Průměrné výsledky sérií pokusu jsou uvedeny v tabulce H.

T a b u l k a H

Insekticidní účinek vůči larvám mandelinky bramborové /*Leptinotarsa decemlineata*/ ve druhém a třetím larválním stádiu; pokusy za přírodních podmínek

koncentrace účinné látky v mg/ha	mortalita v procentech	
100	90	95
30	83	92
10	71	87
3	79	82
1		82
0,3		24

Dávkám s insekticidním účinkem uvedeným v tabulce H odpovídají za podmínek praxe dávky od asi 10 do asi 1 000 g účinné látky na 1 ha.

P ř í k l a d XIII

Inhibice růstu nádorových buněk

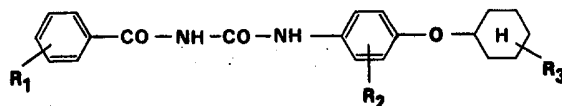
Po předchozí inkubaci při teplotě 37 °C po dobu 3 hodin se testované sloučeniny přidají v množství 5 000 ppm k buňkám melanomu B 16 narůstajícím v jedné vrstvě na živné půdě. Pokus se provádí třikrát.

Směs se potom inkubuje při teplotě 37 °C po dobu 20 hodin. Po odstranění živné půdy a testované sloučeniny se buňky promyjí a přidá se čerstvá živná půda. Množství buněk se zjišťuje 48 hodin od začátku inkubační periody pomocí mikroskopického článku počítáče /Coulter/.

Sloučeniny číslo /3/ a /1/ způsobují 54% a 72% inhibici růstu nádorových buněk ve srovnání s pokusem bez testované sloučeniny /kontrola/.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Insekticidní a akaricidní prostředek, vyznačující se tím, že vedle kapalně nebo pevně nosné látky obsahuje jako účinnou složku alespoň jeden derivát benzoylmočoviny obecného vzorce I



/I/.

v němž

R_1 znamená atom vodíku nebo představuje 1 nebo 2 substituenty zvolené ze skupiny, která je tvořena halogenem, alkylovou skupinou a halogenalkylovou skupinou vždy s 1 až 4 atomy uhlíku,

R_2 znamená atom vodíku nebo představuje 1 nebo 2 substituenty, které jsou zvoleny ze skupiny, která je tvořena chlorem, methylovou skupinou a trifluormethylovou skupinou, a

R_3 znamená atom vodíku nebo představuje 1 až 3 alkylové skupiny nebo alkenylové skupiny obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, nebo R_3 společně s cyklohexylovým kruhem, na který je vázán, tvoří bicyklický nebo polycyklický uhlovodíkový zbytek obsahující 8 až 14 atomů uhlíku.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden derivát benzoylmočoviny obecného vzorce I,

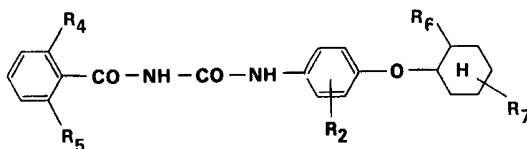
v němž

R_1 znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu v ortho-poloze nebo znamená dva substituenty v poloze 2 a 6 zvolené ze skupiny, která je tvořena halogenem a methylovou skupinou,

R_2 má význam uvedený v bodě 1 a

R_3 znamená atom vodíku nebo představuje 1 až 3 alkylové skupiny, přičemž každá z nich obsahuje 1 až 6 atomů uhlíku.

3. Prostředek podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden derivát benzoylmočoviny obecného vzorce II



/II/

v němž

R_2 má význam uvedený v bodě 1,

R_4 znamená atom halogenu nebo methylovou skupinu,

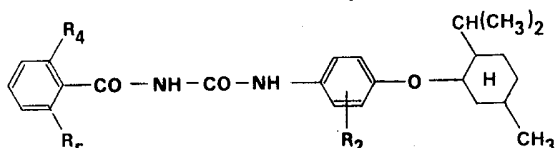
R_5 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

R_6 znamená alkylovou nebo alkenylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku, a

R_7 znamená atom vodíku nebo alkylovou či alkenylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo

R_6 a R_7 společně s cyklohexylovým kruhem, na který jsou vázány, tvoří 2-bornylový nebo 2-adamantylový kruh.

4. Prostředek podle bodu 1 až 3, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce III



/III/

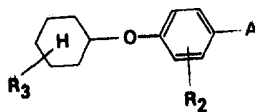
v němž

R_2 má význam uvedený v bodě 1, a

R_4 a R_5 mají významy uvedené v bodě 3.

5. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje N-/2,6-difluorbenzoyl/-N'-/4-menthyloxyfenyl/močovinu nebo N-/2-chlorbenzoyl/-N'-/4-menthyloxyfenyl/-močovinu.

6. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce I, v němž R_1 , R_2 a R_3 mají významy uvedené v bodě 1, vyznačující se tím, že se na sloučeninu obecného vzorce

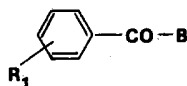


v němž

R_2 a R_3 mají význam uvedený v bodě 1 a

A znamená aminoskupinu nebo isokyanatoskupinu,

působí sloučeninou obecného vzorce



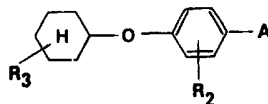
v němž

R_1 má význam uvedený v bodě 1 a

B znamená isokyanatoskupinu nebo aminoskupinu,

s tím, že když A znamená aminoskupinu, pak B znamená isokyanatoskupinu a jestliže A znamená isokyanatoskupinu, pak B znamená aminoskupinu, v přítomnosti organického rozpouštědla při teplotě mezi 0 °C a teplotou varu použitého rozpouštědla.

7. Způsob výroby účinné složky podle bodu 2, obecného vzorce I, v němž R_1 , R_2 a R_3 mají významy uvedené v bodě 2, vyznačující se tím, že se na sloučeninu obecného vzorce

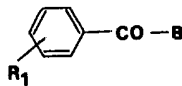


v němž

R_2 a R_3 mají významy uvedené v bodě 2 a

A znamená aminoskupinu nebo isokyanatoskupinu,

působí sloučeninou obecného vzorce



v němž

R_1 má význam uvedený v bodě 2 a

B znamená isokyanatoskupinu nebo aminoskupinu,

s tím, že když A znamená aminoskupinu, pak B znamená isokyanatoskupinu a jestliže A znamená isokyanatoskupinu, pak B znamená aminoskupinu, v přítomnosti organického rozpouštědla a při reakční teplotě mezi 0 °C a teplotou varu použitého rozpouštědla.