



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.³: C 07 D 231/06
A 01 N 47/38

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



PATENT SCHRIFT A5

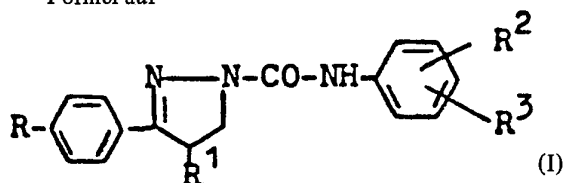
11

634 304

<p>21 Gesuchsnummer: 16317/77</p> <p>22 Anmeldungsdatum: 01.01.1978 Massgebendes Datum für den Vorrang: 30.12.77 (Art. 144 Abs. 2 PatG)</p> <p>30 Priorität(en): 05.01.1977 DE 2700288</p> <p>24 Patent erteilt: 31.01.1983</p> <p>45 Patentschrift veröffentlicht: 31.01.1983</p>	<p>73 Inhaber: Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)</p> <p>72 Erfinder: Dr. Wilhelm Sirrenberg, Sprockhövel (DE) Dr. Erich Klauke, Odenthal (DE) Dr. Ingeborg Hammann, Köln 1 (DE) Dr. Wilhelm Stendel, Wuppertal 1 (DE)</p> <p>74 Vertreter: E. Blum & Co., Zürich</p>
--	--

54 **Phenylcarbamoyl-pyrazoline, Verfahren zu deren Herstellung sowie die Verbindungen enthaltende Insektizide.**

57 Phenylcarbamoyl-pyrazoline weisen die folgende Formel auf



worin

R für Halogen,
R¹ für Wasserstoff oder Alkyl,
R² für Wasserstoff oder Halogen und
R³ für Halogenalkyl stehen.

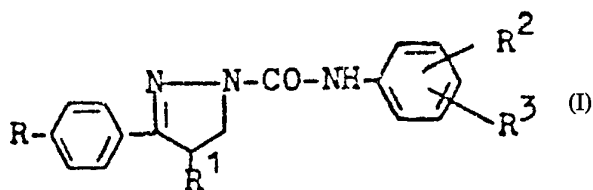
Diese Verbindungen werden hergestellt, indem man ein 3-Halogenphenyl-2-pyrazolin mit einem entsprechenden Isocyanat umsetzt.

Ein insektizides Mittel enthält als Wirkstoffkomponente mindestens eine neue Verbindung der Formel I.

Das insektizide Mittel kann zur Bekämpfung von pflanzenschädigenden Insekten und gegen Ektoparasiten verwendet werden.

PATENTANSPRÜCHE

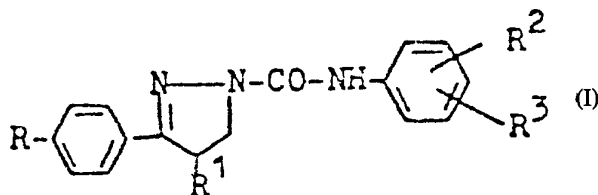
1. Phenylcarbamoyl-pyrazoline der allgemeinen Formel I



in welcher

R für Halogen,
 R¹ für Wasserstoff oder Alkyl,
 R² für Wasserstoff oder Halogen und
 R³ für Halogenalkyl stehen.

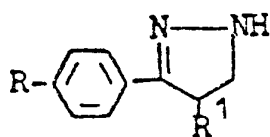
2. Verfahren zur Herstellung von neuen Phenylcarbamoyl-pyrazolinen der Formel



in welcher

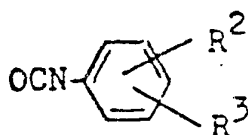
R für Halogen,
 R¹ für Wasserstoff oder Alkyl,
 R² für Wasserstoff oder Halogen und
 R³ für Halogenalkyl stehen,

dadurch gekennzeichnet, dass man 3-Halogenphenyl-2-pyrazoline der Formel (II)



in welcher

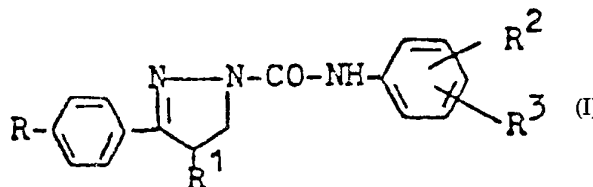
R und R¹ die oben angegebene Bedeutung haben, mit
 Phenylisocyanaten der Formel (III)



in welcher

R² und R³ die oben angegebene Bedeutung haben, um-
 setzt.

3. Insektizides Mittel, dadurch gekennzeichnet, dass es neue Phenylcarbamoyl-pyrazoline der Formel (I)



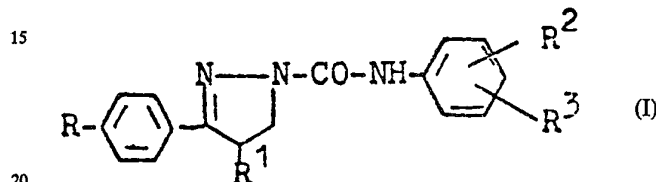
in welcher

R für Halogen
 R¹ für Wasserstoff oder Alkyl,
 R² für Wasserstoff oder Halogen und
 R³ für Halogenalkyl stehen,
 als mindestens eine aktive Komponente enthält.

Die vorliegende Erfindung betrifft Phenylcarbamoylpyrazoline, ein insektizides Mittel, das als Wirkstoffkomponente diese neuen Phenylcarbamoyl-pyrazoline enthält sowie ein Verfahren zur Herstellung der neuen aktiven Verbindungen.

Es ist bereits bekannt, dass Phenylcarbamoyl-mono- bzw. -diphenylpyrazoline, z.B. 1-(4-Chlorphenylcarbamoyl)-3-(4-chlorphenyl)-, 1-(4-Chlorphenylcarbamoyl)-3-(4-chlorphenyl)-4-methyl- bzw. 1-(4-Chlorphenylcarbamoyl)-3,5-bis-(4-chlorphenyl)-2-pyrazolin sich durch insektizide Wirksamkeit auszeichnen (vergleiche z.B. Deutsche Offenlegungsschriften 2 304 584 und 2 529 689).

Es wurden nun die neuen Phenylcarbamoyl-pyrazoline der Formel (I)

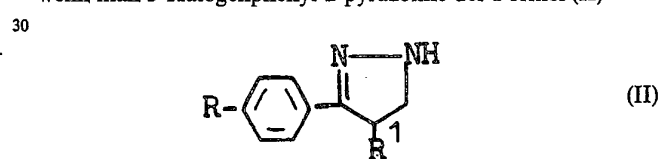


in welcher

R für Halogen,
 R¹ für Wasserstoff oder Alkyl,
 R² für Wasserstoff oder Halogen und
 R³ für Halogenalkyl stehen,

gefunden.

Weiterhin wurde gefunden, dass die Phenylcarbamoyl-pyrazoline der Formel (I) erfindungsgemäss erhalten werden, wenn man 3-Halogenphenyl-2-pyrazoline der Formel (II)



in welcher

R und R¹ die oben angegebene Bedeutung haben, mit Phenylisocyanaten der Formel (III)

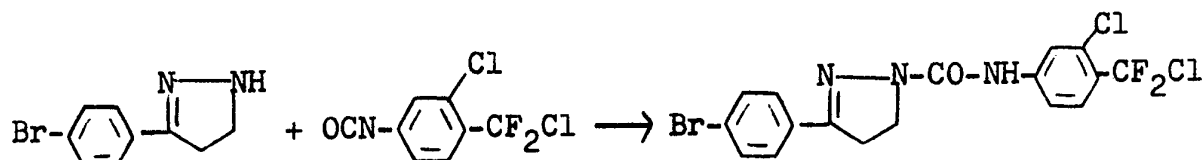


(III) in welcher

R² und R³ die oben angegebene Bedeutung haben, gegebenenfalls in Gegenwart eines Lösungs- oder Verdünnungsmittels, umgesetzt.

Überraschenderweise zeigen die neuen aktiven Phenylcarbamoyl-pyrazoline eine bessere insektizide Wirkung als die entsprechenden Phenylcarbamoyl-mono- bzw. -diphenylpyrazoline analoger Konstitution und gleicher Wirkungsrichtung. Die genannten Produkte stellen somit eine echte Bereicherung der Technik dar.

Verwendet man beispielsweise 3-(4-Bromphenyl)-2-pyrazolin und 3-Chlor-4-monochlordifluormethyl-phenylisocyanat als Ausgangsstoffe, so kann der Reaktionsverlauf durch das folgende Formelschema wiedergegeben werden:



Die als Ausgangsstoffe zu verwendenden 3-Halogenphenyl-2-pyrazoline und die Phenylisocyanate sind durch die Formeln (II) und (III) allgemein definiert. Vorzugsweise stehen darin jedoch

R für Chlor oder Brom,

R¹ für Wasserstoff oder geradkettiges oder verzweigtes Alkyl mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, insbesondere Methyl,

R² für Wasserstoff oder Chlor und

R³ für Monochlordifluormethyl, Dichlormonofluormethyl, Monofluormethyl oder Difluormethyl.

Die als Ausgangsstoffe zu verwendenden 3-Halogenphenyl-2-pyrazoline (II) sind bekannt oder nach literaturbekannten Verfahren herstellbar (vergleiche z.B. Deutsche Offenlegungsschrift 2 529 689).

Als Beispiele für die 3-Halogenphenyl-2-pyrazoline seien im einzelnen genannt:

3-(4-Chlorphenyl)-2-pyrazolin

3-(4-Bromphenyl)-2-pyrazolin

3-(4-Chlorphenyl)-4-methyl-2-pyrazolin

3-(4-Bromphenyl)-4-methyl-2-pyrazolin.

Die weiterhin als Ausgangsstoffe zu verwendenden Phenylisocyanate (III) sind teilweise bekannt oder nach literaturbekannten Verfahren herstellbar (vergleiche z.B. Deutsche Offenlegungsschrift 2 529 689).

Als Beispiele dafür seien im einzelnen genannt:

4-Monofluormethyl-phenylisocyanat

4-Difluormethyl-phenylisocyanat

4-Monochlordifluormethyl-phenylisocyanat

4-Dichlormonofluormethyl-phenylisocyanat

3-Chlor-4-monofluormethyl-phenylisocyanat

3-Chlor-4-difluormethyl-phenylisocyanat

3-Chlor-4-monochlordifluormethyl-phenylisocyanat

3-Chlor-4-dichlormonofluor-phenylisocyanat.

Das Verfahren zur Herstellung der neuen Verbindungen wird bevorzugt unter Mitverwendung geeigneter Lösungs- oder Verdünnungsmittel durchgeführt. Als solche kommen praktisch alle inerten organischen Solventien infrage. Hierzu gehören insbesondere aliphatische und aromatische, gegebenenfalls chlorierte Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol, Xylol, Benzin, Methylenchlorid, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Chlorbenzol, oder Äther, z.B. Diäthyl- und Dibutyläther, Dioxan, ferner Ketone, beispielsweise Aceton, Methyläthyl-, Methylisopropyl- und Methylisobutylketon, ausserdem Nitrile, wie Aceto- und Propionitril.

Die Reaktionstemperatur kann innerhalb eines grosseren Bereichs variiert werden. Im allgemeinen arbeitet man zwischen 20 und 120°C, vorzugsweise bei 50 bis 90°C.

Die Umsetzung lässt man im allgemeinen bei Normaldruck ablaufen.

Zur Durchführung des Verfahrens setzt man die Ausgangsstoffe vorzugsweise in äquimolarem Verhältnis ein. Ein Überschuss der einen oder anderen Komponente bringt keine wesentlichen Vorteile. Die Reaktion wird vorzugsweise in einem der angegebenen Lösungs- oder Verdünnungsmittel bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Nach beendeter Reaktion wird gewöhnlich abgekühlt, wobei die Verbindungen auskristallisieren.

Die neuen Verbindungen (I) fallen in kristalliner Form an und werden durch ihren Schmelzpunkt charakterisiert.

Wie bereits mehrfach erwähnt, zeichnen sich die neuen aktiven Carbamoyl-pyrazoline durch eine hervorragende insektizide Wirksamkeit aus. Sie wirken gegen pflanzen-

schädigende Insekten und können auf dem veterinärmedizinischen Sektor gegen Ektoparasiten, wie parasitierende Fliegenlarven, eingesetzt werden.

- 10 Die Wirkstoffe eignen sich bei guter Pflanzenverträglichkeit und günstiger Warmblüttoxizität zur Bekämpfung von tierischen Schädlingen, insbesondere Insekten, die in der Landwirtschaft, in Forsten, im Vorrats- und Materialschutz sowie auf dem Hygienesektor vorkommen. Sie sind gegen
15 normal sensible und resistente Arten sowie gegen alle oder einzelne Entwicklungsstadien wirksam. Zu den oben erwähnten Schädlingen gehören:

Aus der Ordnung des Isopoda z.B. *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*.

- 20 Aus der Ordnung der Diplopoda z.B. *Blaniulus guttulatus*.

Aus der Ordnung der Chilopoda z.B. *Geophilus carpophagus*, *Scutigera spec.*

- Aus der Ordnung der Symphyla z.B. *Scutigera imma-*
25 *culata*.

Aus der Ordnung der Thysanura z.B. *Lepisma saccharina*.

Aus der Ordnung der Collembola z.B. *Onychiurus armatus*.

- Aus der Ordnung der Orthoptera z.B. *Blatta orientalis*,
30 *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa spp.*, *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.

- Aus der Ordnung der Dermaptera z.B. *Forficula auricularia*.

- 35 Aus der Ordnung der Isoptera z.B. *Reticulitermes spp.*

Aus der Ordnung der Anoplura z.B. *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spp.*, *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus spp.*, *Linognathus spp.*

- 40 Aus der Ordnung der Mallophaga z.B. *Trichodectes spp.*, *Damalinea spp.*

Aus der Ordnung der Thysanoptera z.B. *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.

- Aus der Ordnung der Heteroptera z.B. *Eurygaster spp.*,
45 *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma spp.*

- Aus der Ordnung der Homoptera z.B. *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*,
50 *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus spp.*, *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca spp.*, *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*,
55 *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus spp.*, *Psylla spp.*

- Aus der Ordnung der Lepidoptera z.B. *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chrysorrhoea*,
60 *Lymantria spp.*, *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis spp.*, *Euxoa spp.*, *Feltia spp.*, *Earias insulana*, *Heliothis spp.*, *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera spp.*, *Trichoplusia ni*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris spp.*, *Chilo spp.*,
65 *Pyrausta nubilalis*, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*.

Aus der Ordnung der Coleoptera z.B. *Anobium punctatum*, *Rhizophorthera dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria* spp., *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus assimilis*, *Hypera postica*, *Dermestes* spp., *Trogoderma* spp., *Anthrenus* spp., *Attagenus* spp., *Lyctus* spp., *Meligethes aeneus*, *Ptinus* spp., *Niptus hololeucus*, *Gibbium psyllioides*, *Tribolium* spp., *Tenebrio molitor*, *Agriotes* spp., *Conoderus* spp., *Melolontha melolontha*, *Amphimallon solstitialis*, *Costelytra zealandica*.

Aus der Ordnung der Hymenoptera z.B. *Diprion* spp., *Hoplocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Vespa* spp.

Aus der Ordnung der Diptera z.B. *Aedes* spp., *Anopheles* spp., *Culex* spp., *Drosophila melanogaster*, *Musca* spp., *Fannia* spp., *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia* spp., *Chrysomya* spp., *Cuterebra* spp., *Gastrophilus* spp., *Hyppobosca* spp., *Stomoxys* spp., *Oestrus* spp., *Hypoderma* spp., *Tabanus* spp., *Tannia* spp., *Bibio hortulanus*, *Oscinella frit*, *Phorbia* spp., *Pegomyia hyoscyami*, *Ceratitis capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*.

Aus der Ordnung der Siphonaptera z.B. *Xenopsylla cheopis*, *Ceratophyllus* spp.

Die Wirkstoffe können in die üblichen Formulierungen übergeführt werden, wie Lösungen, Emulsionen, Spritzpulver, Suspensionen, Pulver, Stäubemittel, Schäume, Pasten, lösliche Pulver, Granulate, Aerosole, Suspensions-Emulsionskonzentrate, Saatgutpuder, Wirkstoff-impregnierter Natur- und synthetische Stoffe, Feinstverkapselungen in polymeren Stoffen und in Hüllmassen für Saatgut, ferner in Formulierungen mit Brennsätzen, wie Räucherpatronen, -dosen, -spiralen u.ä. sowie ULV-Kalt- und Warmnebel-Formulierungen.

Diese Formulierungen können in bekannter Weise hergestellt werden, z.B. durch Vermischen der Wirkstoffe mit Streckmitteln, also flüssigen Lösungsmitteln, unter Druck stehenden verflüssigten Gasen und/oder festen Trägerstoffen, gegebenenfalls unter Verwendung von oberflächenaktiven Mitteln, also Emulgiermitteln und/oder Dispergiertmitteln und/oder schaumzeugenden Mitteln. Im Falle der Benutzung von Wasser als Streckmittel können z.B. auch organische Lösungsmittel als Hilfslösungsmittel verwendet werden. Als flüssige Lösungsmittel kommen im wesentlichen infrage: Aromaten, wie Xylol, Toluol, oder Alkyl-naphthalin, chlorierte Aromaten oder chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Chlorbenzol, Chloräthylene oder Methylenchlorid, aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Cyclohexan oder Paraffine, z.B. Erdölfraktionen, Alkohole, wie Butanol oder Glycol sowie deren Äther und Ester, Ketone, wie Aceton, Methyläthylketon, Methylisobutylketon oder Cyclohexanon, stark polare Lösungsmittel, wie Dimethylformamid und Dimethylsulfoxid, sowie Wasser; mit verflüssigten gasförmigen Streckmitteln oder Trägerstoffen sind solche Flüssigkeiten gemeint, welche bei normaler Temperatur und unter Normaldruck gasförmig sind, z.B. Aerosol-Treibgase, wie Halogenkohlenwasserstoffe sowie Butan, Propan, Stickstoff und Kohlendioxid; als feste Trägerstoffe: natürliche Gesteinsmehle, wie Kaoline, Tonerden, Talkum, Kreide, Quarz, Aattapulgit, Montmorillonit oder Diatomeenerde und synthetische Gesteinsmehle, wie hochdisperse Kieselsäure, Aluminiumoxid und Silikate; als feste Trägerstoffe für Granulate: gebrochene und fraktionierte natürliche Gesteine wie Calcit, Marmor, Bims, Sepiolith, Dolomit sowie synthetische Granulate aus anorganischen und organischen Mehlen sowie Granulate aus organischem Material wie Sägemehle, Kokosnussschalen, Maiskolben und Tabakstengel;

als Emulgier- und/oder schaumzeugende Mittel; nichtionogene und anionische Emulgatoren, wie Polyoxyäthylen-Fettsäure-Ester, Polyoxyäthylen-Fettalkohol-Äther, z.B. Alkylaryl-polyglykol-äther, Alkylsulfonate, Alkylsulfate, Arylsulfonate sowie Eiweißhydrolysate; als Dispergiertmittel: z.B. Lignin, Sulfatablaugen und Methylcellulose.

Es können in den Formulierungen Haftmittel wie Carboxymethylcellulose, natürliche und synthetische pulverige, körnige oder latexförmige Polymere verwendet werden, wie Gummiarabicum, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat.

Es können Farbstoffe wie anorganische Pigmente, z.B. Eisenoxid, Titanoxid, Ferrocyanblau und organische Farbstoffe, wie Alizarin-, Azo-Metallphthalocyaninfarbstoffe und Spurennährstoffe wie Salze von Eisen, Mangan, Bor, Kupfer, Kobalt, Molybdän und Zink verwendet werden.

Die Formulierungen enthalten im allgemeinen zwischen 0,1 und 95 Gewichtsprozent Wirkstoff, vorzugsweise zwischen 0,5 und 90%.

Die Anwendung der neuen Wirkstoffe erfolgt im allgemeinen in Form ihrer handelsüblichen Formulierungen und/oder den aus diesen Formulierungen bereiteten Anwendungsformen.

Der Wirkstoffgehalt der aus den handelsüblichen Formulierungen bereiteten Anwendungsformen kann in weiten Bereichen variieren. Die Wirkstoffkonzentration der Anwendungsformen kann von 0,0000001 bis zu 100 Gew.-% Wirkstoff, vorzugsweise zwischen 0,01 und 10 Gew.-% liegen.

Die Anwendung geschieht in einer den Anwendungsformen angepassten üblichen Weise.

Die Anwendung der genannten Wirkstoffe kann im Veterinärsektor in bekannter Weise erfolgen, wie durch orale Anwendung in Form von beispielsweise Tabletten, Kapseln, Tränken, Granulaten, durch dermale Anwendung in Form beispielsweise des Tauchens (Dippen), Sprühens (Sprayen), Aufgiessens (pour-on and spot-on) und des Einpuderns sowie durch parenterale Anwendung in Form beispielsweise der Injektion.

Beispiel A

Phaedon-Larven-Test

Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Dimethylformamid
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylaryl-polyglykoläther

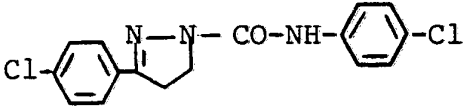
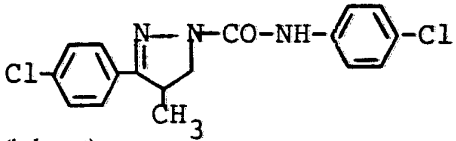
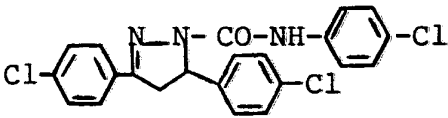
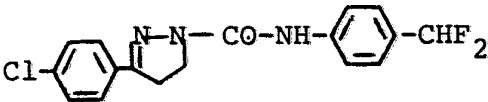
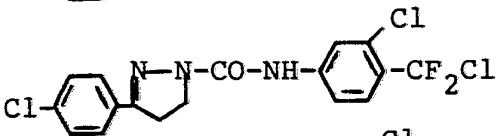
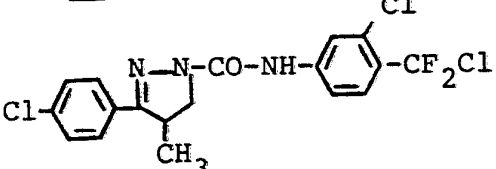
Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteile Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel und der angegebenen Menge Emulgator und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Mit der Wirkstoffzubereitung besprüht man Kohlblätter (*Brassica oleracea*) tropfnass und besetzt sie mit Meerrettichblattkäfer-Larven (*Phaedon Cochleariae*).

Nach den angegebenen Zeiten wird die Abtötung in % bestimmt. Dabei bedeutet 100%, dass alle Käfer-Larven abgetötet wurden; 0% bedeutet, dass keine Käfer-Larven abgetötet wurden.

Wirkstoffe, Wirkstoffkonzentrationen, Zeiten der Auswertung und Resultate gehen aus der nachfolgenden Tabelle hervor:

TABELLE
(pflanzenschädigende Insekten)
Phaedon-Larven-Test

Wirkstoffe	Wirkstoff- konzentration in %	Abtötungsgrad in % nach 4 Tagen
 (bekannt)	0,01 0,001 0,0001	100 50 0
 (bekannt)	0,01 0,001 0,0001	100 20 0
 (bekannt)	0,01 0,001	100 0
 (bekannt)	0,01 0,001 0,0001	100 85 50
 (bekannt)	0,01 0,001 0,0001	100 100 75
 (bekannt)	0,01 0,001 0,0001	100 100 60

Beispiel B

Laphygma-Test

Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Dimethylformamid
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykoläther

45

Zur Herstellung einer zweckmässigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel und der angegebenen Menge Emulgator und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

50

Mit der Wirkstoffzubereitung besprüht man Baumwollblätter (*Gossypium hirsutum*) taufeucht und besetzt sie mit Raupen des Eulenfalters (*Laphygma exigua*).

55

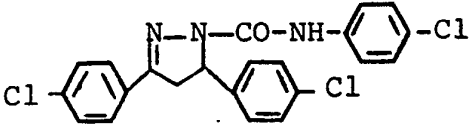
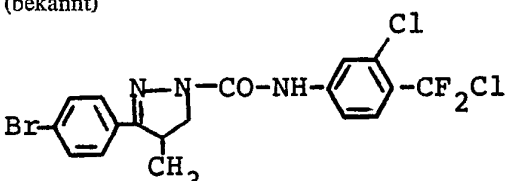
Nach den angegebenen Zeiten wird die Abtötung in % bestimmt. Dabei bedeutet 100%, dass alle Raupen abgetötet wurden; 0% bedeutet, dass keine Raupen abgetötet wurden.

60

Wirkstoffe, Wirkstoffkonzentrationen, Auswertungszeiten und Resultate gehen aus der nachfolgenden Tabelle hervor:

65

TABELLE
(pflanzenschädigende Insekten)
Laphygma-Test

Wirkstoffe	Wirkstoff- konzentration in %	Abtötungsgrad in % nach 4 Tagen
 (bekannt)	0,1 0,01 0,001	100 80 0
	0,1 0,01 0,001	100 100 70

Beispiel C

Test mit parasitierenden Fliegenlarven

Emulgator: 80 Gewichtsteile Rhizinusölpolyglykoläther

Zur Herstellung einer zweckmässigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 20 Gewichtsteile Wirkstoff mit der angegebenen Menge des Emulgators und verdünnt das so er-

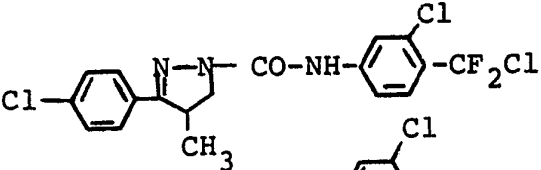
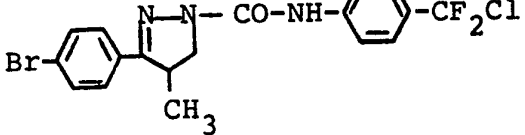
haltene Gemisch mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

- 25 Etwa 20 Fliegenlarven (*Lucilia cuprina*) werden in ein mit Wattestopfen entsprechender Grösse beschicktes Teströhrchen gebracht, welches ca. 3 ml einer 20%igen Eigelbpulver-Suspension in Wasser enthält. Auf diese Eigelbpulver-Suspension werden 0,5 ml der Wirkstoffzubereitung gebracht. Nach 24 Stunden wird der Abtötungsgrad in % bestimmt. Dabei bedeuten 100%, dass alle und 0%, dass keine Larven abgetötet worden sind.

Wirkstoffe, Wirkstoffkonzentrationen und Abtötungsgrad gehen aus der nachfolgenden Tabelle hervor:

TABELLE

Test mit parasitierenden Fliegenlarven

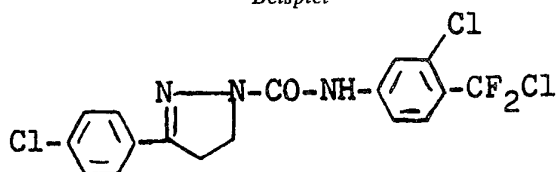
Wirkstoff	Wirkstoff- konzentration in ppm	abtötende Wirkung in % <i>Lucilia cuprina</i> res.
	1000 300 100	100 100 100
	1000 100	100 100

55

Herstellungsbeispiele

Beispiel

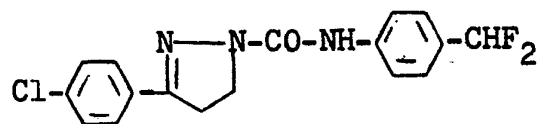
60



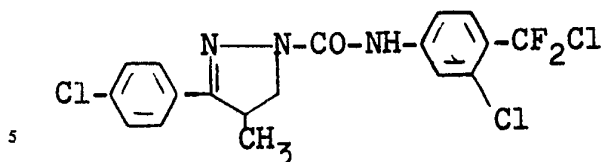
- 65 Zu einer Lösung von 9 g (0,05 Mol) 3-(4-Chlorphenyl)-2-pyrazolin in 60 ccm Toluol fügt man bei 60°C 11,9 g (0,05 Mol) 3-Chlor-4-monochlordifluormethyl-phenylisocyanat in 20 ccm Toluol. Der Ansatz wird 2 Stunden bei 80°C

gerührt. Nach dem Abkühlen der Reaktionslösung kristallisiert die gewünschte Verbindung aus und man erhält nach dem Absaugen derselben 10,8 g (51,5% der Theorie) 1-[(3-Chlor-4-monochlordifluormethyl-phenyl)-carbamoyl]-3-(4-chlorphenyl)-2-pyrazolin mit einem Schmelzpunkt von 197°C. Die Ausbeute wurde nicht optimiert.

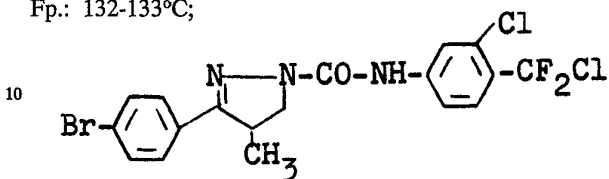
Analog diesem Beispiel wurden die folgenden Verbindungen synthetisiert:



Fp.: 170°C;



Fp.: 132-133°C;



Fp.: 148°C.