

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

214803
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 23 08 79
(21) [PV 5736-79]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 24 08 78
(P 28 37 086.7)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 10 09 81

(45) Vydáno 15 10 84

(51) Int. Cl.³
A 01 N 37/18
A 01 N 37/26
C 07 C 157/12

(72)
Autor vynálezu

SIRRENBURG WILHELM, SPROCKHÖVEL, KLAUKE ERICH, ODENTHAL,
HAMMANN INGEBORG, KREHAN INGOMAR, KRAUS PETER, KÖLN,
STENDEL WILHELM, WUPPERTAL (NSR)

(73)
Majitel patentu

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, LEVERKUSEN (NSR)

(54) Insekticidní, akaricidní, nematocidní a baktericidní prostředky a způsob výroby účinné složky

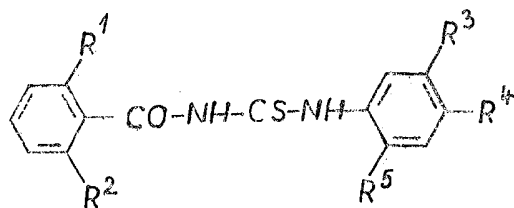
1

Vynález se týká insekticidních, akaricidních, nematocidních a baktericidních prostředků, které obsahují jako účinné látky nové substituované N-fenyl-N'-benzoylthiomochoviny. Dále se vynález týká způsobu výroby těchto nových účinných látek a jejich použití jakožto prostředků k potírání hmyzu, svluškovitých, hub a bakterií napadajících rostliny.

Je již známo, že určité substituované benzoylthiomochoviny, jako například N-(2,6-dichlorbenzoyl)-N'-(3,4-dichlorfenyl)thiomochovina, jsou insekticidně účinné (srov. americký patentní spis č. 3 933 908).

Dále je známo, že určité sloučeniny mědi, jako například oxychlorid měďnatý, mají fungicidní a baktericidní vlastnosti.

Nyní byly nalezeny nové N-fenyl-N'-benzoylthiomochoviny obecného vzorce I



(1)

2

v němž

R¹ znamená halogen,

R² znamená vodík nebo halogen,

R³ znamená vodík, halogen nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R⁴ znamená halogen, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku s tím, že R³ znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, když R⁴ znamená halogen, a

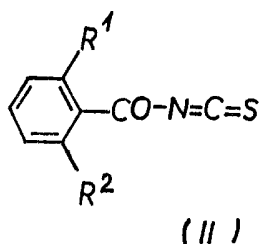
R⁵ znamená vodík nebo halogen.

Nové sloučeniny vykazují velmi dobré účinky jako účinné složky insekticidních, akaricidních, nematocidních a baktericidních prostředků. Zejména se vyznačují vynikající insekticidní účinností a jsou kromě toho fungicidně a baktericidně účinné.

Předmětem vynálezu je tedy insekticidní, akaricidní, nematocidní a baktericidní prostředek, který se vyznačuje tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu N-fenyl-N'-benzoylthiomochovinu obecného vzorce I.

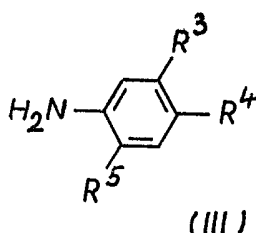
Dále bylo zjištěno, že nové N-fenyl-N'-benzoylthiomochoviny obecného vzorce I se

získají tím, když se benzoylisothiokyanáty obecného vzorce II



v němž

R^1 a R^2 mají shora uvedený význam, uvádějí v reakci se substituovanými aniliny obecného vzorce III



v němž

R^3 , R^4 a R^5 mají shora uvedený význam, popřípadě za použití inertních ředidel.

S překvapením vykazují nové N-fenyl-N'-

-benzoylthiomočoviny podle vynálezu podstatně lepší insekticidní, akaricidní, nematocidní a baktericidní účinnost, zejména vykazují podstatně vyšší insekticidní účinek než nejbližší známé benzoylthiomočoviny a podstatně lepší baktericidní účinek než známý oxychlorid měďnatý. Látky podle předloženého vynálezu tak představují cenné obohacení techniky.

Předmětem vynálezu jsou výhodně insekticidní, akaricidní, nematocidní a baktericidní prostředky, které obsahují jako účinnou složku N-fenyl-N'-benzoylthiomočoviny obecného vzorce I, v němž

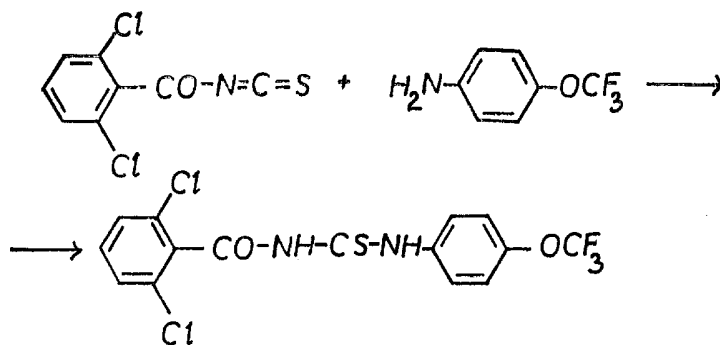
R^1 znamená fluor, chlor, brom nebo jod, R^2 znamená vodík, fluor, chlor, brom nebo jod,

R^3 znamená vodík, chlor nebo trifluormethylovou skupinu,

R^4 znamená chlor, fluor- nebo chlorfluoralkylovou skupinu, fluor- nebo chlorfluoralkoxyskupinu, fluor- nebo chlorfluoralkylthioskupinu nebo fluoralkylsulfonylovou skupinu, přičemž halogenalkylové skupiny obsahují vždy 1 nebo 2 atomy uhlíku, s tím, že R^3 znamená trifluormethylovou skupinu, jestliže R^4 znamená chlor, a

R^5 znamená vodík nebo chlor.

Použije-li se například jako výchozích látek 2,6-dichlorbenzoylisothiokyanátu a 4-trifluormethoxyanilinu, pak lze reakci těchto sloučenin znázornit následujícím reakčním schématem:



Používané výchozí látky jsou definovány vzorci II a III.

Výhodně znamenají v těchto vzorcích R^1 až R^5 ty zbytky, které byly uvedeny jako výhodné při definici zbytků R^1 až R^5 ve vzorci I.

Benzoylisothiokyanáty vzorce II používané jako výchozí látky jsou známé nebo se dají vyrobit podle údajů známých z literatury (srov. Houben—Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4. vydání, sv. 9, str. 878—879, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1955). Tyto sloučeniny se získávají zejména ve vysoké čistotě reakcí trimethylsilylthiokyanátu s příslušně substituovanými benzoylhalogenidy při teplotách mezi 100 a 250 °C (srov. DAS 1 215 144).

Jako příklady benzoylisothiokyanátů vzorce II lze uvést:

2-fluor-, 2-chlor-, 2-brom- a 2-jodbenzoylisothiokyanát, 2,6-difluor- a 2,6-dichlorbenzoylisothiokyanát jakož i 2-chlor-6-fluorbenzoylisothiokyanát.

Substituované aniliny vzorce III, které se používají jako další výchozí látky, jsou rovněž známé nebo se dají vyrobit známými postupy [srov. například J. Org. Chem. 29 (1964), 1—11 a americký patentní spis č. 3 387 037].

Jako příklady substituovaných anilinů vzorce III lze uvést:

4-trifluormethylanilin,
3,4-bis-trifluormethylanilin,

2-chlor-4-trifluormethylanilin,
 3-chlor-4-trifluormethylanilin,
 4-chlor-3-trifluormethylanilin,
 4-difluormethoxyanilin,
 4-trifluormethoxyanilin a
 4-trifluormethylthioanilin,
 2-chlor- a 3-chlor-4-trifluormethoxyanilin,
 3-chlor- a 3-chlor-4-trifluormethylthioanilin,
 4-chlorifluormethoxy- a 4-chlordifluor-
 methylthioanilin,
 2-chlor- a 3-chlor-4-chlordifluormethoxy-
 anilin,
 2-chlor- a 3-chlor-4-chlordifluormethyl-
 thioanilin,
 4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethoxy)- a
 4-(2-chlor-1,2,2-trifluorethylthio)anilin,
 2-chlor a 3-chlor-4-(2-chlor-1,1,2-tri-
 fluorethoxy)anilin,
 2-chlor- a
 3-chlor-4-(2-chlor-1,1,2-trifluorethylthio)-
 anilin,
 4-trifluormethylsulfonylanilin jakož i
 2-chlor- a 3-chlor-4-trifluormethylsulfonyl-
 anilin.

Způsob výroby N-fenyl-N'-benzoylthiomocovin podle vynálezu se provádí výhodně za použití vhodných rozpouštědel nebo ředidel. Jako taková přicházejí v úvahu prakticky všechna inertní organická rozpouštědla. K těm náleží zejména alifatické a aromatické, popřípadě chlorované uhlovodíky, jako benzin, benzen, toluen, xylén, methylenchlorid, chloroform, tetrachlormethan, chlorbenzen a o-dichlorbenzen, ethery, jako diethylether a dibutylether, tetrahydrofuran a dioxan, ketony jako aceton, methylethylketon, methylisopropylketon a methylisobutylketon, jakož i nitrily, jako acetonitril a propionitril.

Reakční teplota se může měnit v širokém rozsahu. Obecně se pracuje při teplotách mezi 0 a 150 °C, výhodně při 20 až 100 °C. Postup podle vynálezu se provádí obecně při atmosférickém tlaku.

Při provádění postupu podle vynálezu se výchozí látky používají obvykle v ekvimolárních množstvích. Nadbytek jedné nebo druhé reakční složky nepřináší žádnou podstatnou výhodu. Reakce se obecně provádí ve vhodném ředidle a reakční směs se míchá jednu nebo několik hodin při potřebné teplotě. Potom se nechá reakční směs ochladit na teplotu místnosti a vykrystalovaný produkt se odfiltruje. K charakterizování slouží teplota tání.

N-fenyl-N'-benzoylthiomocoviny podle vynálezu se vyznačují vynikající insekticidní účinností.

Dále vykazují velmi dobrou účinnost proti fytopathogenním bakteriím a houbovým chorobám.

Účinné látky mají dobrou snášitelnost pro rostliny a příznivou toxicitu pro teplotokrevné, a hodí se k hubení škůdců, zejména hmyzu a svluškovitých v zemědělství, lesním hospodářství, při ochraně zásob a ma-

teriálů, jakož i v oblasti hygieny. Zmíněné látky jsou účinné proti normálně citlivým i rezistentním druhům, jakož i proti všem nebo jen jednotlivým vývojovým stádiím škůdců. K výše zmíněným škůdcům patří:

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

z třídy mnohonožek (Diplopoda), například mnohonožka slepá (*Blaniulus guttulatus*);

z třídy stonožek (Chilopoda), například zemivka (*Geophilus carpophagus*),
 strašník (*Scutigera spec.*);

z řádu stonoženek (Symphyla), například *Scutigera immaculata*;

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

z řádu chvostoskoků (Collembola), například larvénka obecná (*Onychiurus armatus*);

z řádu rovnokřídlých (Orthoptera), například
 šváb obecný (*Blatta orientalis*),
 šváb americký (*Periplaneta americana*),
Leucophaea maderae,
 rus domácí (*Blattella germanica*),
Acheta domesticus,
 krtonožka (*Gryllotalpa spec.*),
 saranče stěhovavá (*Locusta migratoria migratorioides*),
Melanoplus differentialis,
 saranče pustinná (*Schistocerca gregaria*);

z řádu škvorů (Dermaptera), například škvor obecný (*Forficula auricularia*);

z řádu všekazů (Isoptera), například všekaz (*Reticulitermes spec.*);

z řádu všů (Anoplura), například mšička (*Phylloxera vastatrix*),
 dutilka (*Pemphigus spec.*),
 veš šatní (*Pediculus humanus corporis*),
Haematopinus spec.,
Linognathus spec.;

z řádu všenek (Mallophaga), například všenka (*Trichodectes spec.*),
Damalinea spec.;

z řádu trásnokřídlých (Thysanoptera), například
 trásněnka hnědonohá (*Hercinothrips femoralis*),
 trásněnka zahradní (*Thrips tabaci*);

z řádu ploštic (Heteroptera), například kněžice (*Eurygaster spec.*),
Dysdercus intermedius,

sítěnka řepná (*Piesma quadrata*),
štěnice domácí (*Cimex lectularius*),
Rhodnius prolixus,
Triatoma spec.;

z řádu stejnořídlých (Homoptera), například

molice zelná (*Aleurodes brassicae*),
Bemisia tabaci,
molice skleníková (*Trialeurodes vaporariorum*),
mšice bavlníková (*Aphis gossypii*),
mšice zelná (*Brevicoryne brassicae*),
mšice rybízová (*Cryptomyzus ribis*),
mšice maková (*Doralis fabae*),
mšice jabloňová (*Doralis pomi*),
vlnatka krvavá (*Eriosoma lanigerum*),
mšice (*Hyalopterus arundinis*),
Macrosiphum avenae,
Myzus spec.,
mšice chmelová (*Phorodon humuli*),
mšice střemchová (*Rhopalosiphum padi*),
pidikřísek (*Empoasca spec.*),
křísek (*Euscelis bilobatus*),
Nephotettix cincticeps,
Lecanium corni,
puklice (*Saissetia oleae*),
Laodelphax striatellus,
Nilaparvata lugens,
Aonidiella aurantii,
štítenka břečťanová (*Aspidiotus hederiae*),
červec (*Pseudococcus spec.*),
mera (*Psylla spec.*);

z řádu motýlů (Lepidoptera), například

Pectinophora gossypiella,
pídalka tmavoskvrnáč (*Bupalus piniarius*),
Cheimatobia brumata,
klíněnka jabloňová (*Lithocolletis blancardella*),
mol jabloňový (*Hyponomeuta padella*),
předivka polní (*Plutella maculipennis*),
bourovec prstěncitý (*Malacosoma neustria*),
bekyně pižmová (*Euproctis chrysorrhoea*),
bekyně (*Lymantria spec.*),
Bucculatrix thurberiella,
listovníček (*Phyllocnistis citrella*),
Agrostis spec.,
osenice (*Euxoa spec.*),
Feltia spec.,
Earias insulana,
šedavka (*Heliothis spec.*),
blýskavka červivcová (*Laphygma exigua*),
můra zelná (*Mamestra brassicae*),
můra sosnokaz (*Panolis flammea*),
Prodenia litura,
Spodoptera spec.,
Trichoplusia ni,
Carpocapsa pomonella,
bělásek (*Pieris spec.*),
Chilo spec.,
zavíječ kukuřičný (*Pyrausta nubilalis*),
mol moučný (*Ephestia kuehniella*),
zavíječ voskový (*Galleria mellonella*),
obaleč (*Cacoecia podana*),

Capua reticulana,
Choristoneura fumiferana,
Clysia ambiguella,
Homona magnanima,
obaleč dubový (*Tortrix viridana*);

z řádu brouků (Coleoptera), například
červotoč proužkovaný (*Anobium punctatum*),

korovník (*Rhizopertha dominica*),
Bruchidius obtectus,
zrnokaz (*Acanthoscelides obtectus*),
tesářík krovový (*Hylotrupes bajulus*),
bázlivec olšový (*Agelastica alni*),
mandelinka bramborová (*Leptinotarsa decemlineata*),
mandelinka řeřišnicová (*Phaedon cochleariae*),
Diabrotica spec.,
dřepčík olejkový (*Psylliodes chrysocephala*),
Epilachna varivestis,
maločlenec (*Atomaria spec.*),
lesák skladištní (*Oryzaephilus surinamensis*),
květopas (*Anthonomus spec.*),
pilous (*Sitophilus spec.*),
lalokonosec rýhovaný (*Otiorrhynchus sulcatus*),
Cosmopolites sordidus,
krytonosec šesulový (*Ceuthorrhynchus assimilis*),
Hypera postica,
kožojed (*Dermestes spec.*),
Trogoderma spec.,
rušník (*Anthrenus spec.*),
kožojed (*Attagenus spec.*),
hrbohlav (*Lyctus spec.*),
blýskáček řepkový (*Meligethes aeneus*),
vrtavec (*Ptinus spec.*),
vrtavec plstnatý (*Niptus hololeucus*),
Gibbium psyllodes,
potemník (*Tribolium spec.*),
potemník moučný (*Tenebrio molitor*),
kovařík (*Agriotes spec.*),
Conderus spec.,
chroust obecný (*Melolontha melolontha*),
chroustek letní (*Amphimallon solstitialis*),
Costelytra zealandica;

z řádu blanokřídlých (Hymenoptera), například

hřebenule (*Diprion spec.*),
pilatka (*Hoplocampa spec.*),
mravenec (*Lasiuc spec.*),
Monomorium pharaonis,
sršeň (*Vespa spec.*);

z řádu dvoukřídlých (Diptera), například

komár (*Aedes spec.*),
anofeles (*Anopheles spec.*),
komár (*Culex spec.*),
octomilka obecná (*Drosophila melanogaster*),
moucha (*Musca spec.*),
slunilka (*Fannia spec.*),

bzučivka obecná (*Calliphora erythrocephala*),
 bzučivka (*Lucilia spec.*),
Chrysomya spec.,
Cuterebra spec.,
 střechek (*Gastrophilus spec.*),
Hyppobosca spec.,
 bodalka (*Stomoxys spec.*),
 střechek (*Oestrus spec.*),
 střechek (*Hypoderma spec.*),
 ovád (*Tabanus spec.*),
Tannia spec.,
 muchnice zahradní (*Bibio hortulanus*),
 bzunka ječná (*Oscinella frit*),
Phorbia spec.,
 květílka řepná (*Pegomyia hyoscyami*),
 vrtule obecná (*Ceratitis capitata*),
Dacus oleae,
 tiplice bahenní (*Tipula paludosa*);

z řádu Siphonaptera, například
 blecha morová (*Xenopsylla cheopis*),
 blecha (*Ceratophyllus spec.*);

z řádu Arachnida, například
Scorpio maurus,
 snovačka (*Latrodectus mactans*);

z řádu roztočů (*Acarina*), například
 zákožka svrabová (*Acarus siro*),
 klíšťák (*Argas spec.*),
Ornithodoros spec.,
 čmelík kuří (*Dermanyssus gallinae*),
 vlnovník rybízový (*Eriophyes ribis*),
Phyllocoptura oleivora,
 klíšť (*Boophilus spec.*),
Rhipicephalus spec.,
 piják (*Amblyomma spec.*),
Hyalomma spec.,
 klíště (*Ixodes spec.*),
 prašivka (*Psoroptes spec.*),
 strupovka (*Chorioptes spec.*),
Sarcoptes spec.,
 roztočík (*Tarsonemus spec.*),
 sviluška rybízová (*Bryobia praetiosa*),
 sviluška (*Panonychus spec.*),
 sviluška (*Tetranychus spec.*).

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

Tyto prostředky se připravují známým způsobem, například smísením účinné látky s plnidly, tedy kapalnými rozpouštědly, zkapalněnými plyny nacházejícími se pod tlakem nebo/a pevnými nosnými látkami, popřípadě za použití povrchově aktivních činidel, tedy emulgátorů nebo/a dispergá-

torů nebo/a zpěňovacích činidel. V případě použití vody jako plnidla je možno jako pomocná rozpouštědla používat například takové organická rozpouštědla. Jako kapalná rozpouštědla přicházejí v podstatě v úvahu: aromáty, jako xylen, toluen nebo alkyl-naftaleny, chlorované aromáty nebo chlorované alifatické uhlovodíky, jako chlorbenzeny, chlorethyleny nebo methylenchlorid, alifatické uhlovodíky, jako cyklohexan nebo parafiny, například ropné frakce, alkoholy, jako butanol nebo glykol, jakož i jejich ethery a estery, dále ketony, jako aceton, methylethylketon, methylisobutylketon nebo cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako dimethylformamid a dimethylsulfoxid, jakož i voda. Zkapalněnými plynnými plnidly nebo nosnými látkami se míní takové kapaliny, které jsou za normální teploty a normálního tlaku plynné, například aerosolové propelanty, jako halogenované uhlovodíky, jakož i butan, propan, dusík a kyslíčník uhlíčitý.

Jako pevné nosné látky přicházejí v úvahu: přírodní kamenné moučky, jako kaoliny, aluminy, mastek, křída, křemen, attapulgit, montmorillonit nebo křemelina, a syntetické kamenné moučky, jako vysoce disperzní kyselina křemičitá, kyslíčník hliníkový a křemičitany. Jako pevné nosné látky pro přípravu granulátů přicházejí v úvahu drcené a frakcionované přírodní kamenné materiály, jako vápenec, mramor, pемза, sepiolit a dolomit, jakož i syntetické granuláty z anorganických a organických mouček a granuláty z organického materiálu, jako z pilin, skořápek kokosových ořechů, kukuřičných palic a tabákových stonků. Jako emulgátory nebo/a zpěňovací činidla přicházejí v úvahu neionogenní a anionické emulgátory, jako polyoxyethylenestery mastných kyselin, polyoxyethylenethery mastných alkoholů, například alkylarylpolyglykolether, alkylsulfonáty, alkylsulfáty, arylsulfonáty a hydrolyzáty bílkovin, a jako dispergátory například lignin, sulfátové odpadní louhy a methylcelulóza.

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

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

Koncentráty obsahují obecně mezi 0,1 a 95 % hmotnostními, s výhodou mezi 0,5 a 90 % hmotnostními, účinné látky.

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

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

Aplikace se provádí běžným způsobem přizpůsobeným použité aplikační formě.

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

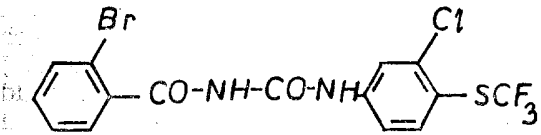
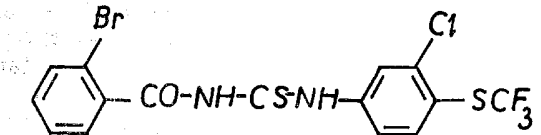
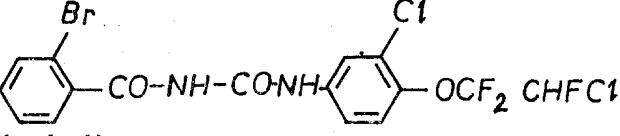
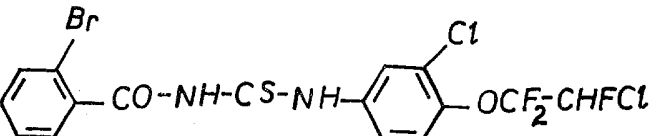
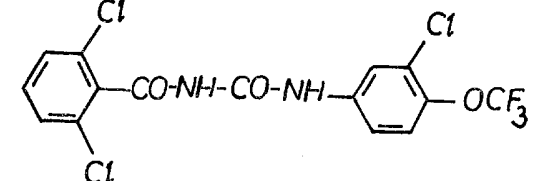
Ve veterinární oblasti se účinné látky podle vynálezu aplikují o sobě známým způsobem, jako orálně ve formě například tablet, kapslí, nápojů či granulátů, dermálně ve formě například ponořovacích lázní, postřiků, prostředků k polévání (pour-on a spot-on) a pudrů, jakož i parenterálně ve formě například injekcí.

Příklad A

Test na předivku polní (*Plutella maculipennis*)

Tabulka A

Test na předivku polní (*Plutella maculipennis*)

Účinná látka	koncentrace účinné látky v %	mortalita v % po 7 dnech
 (známá)	0,001 0,0001 0,00001	100 90 0
 (známá)	0,001 0,0001 0,00001	100 100 90
 (známá)	0,001 0,0001 0,00001	100 80 0
 (známá)	0,001 0,0001 0,00001	100 100 80
 (známá)	0,01 0,001 0,0001	100 80 0

rozpouštědlo: 3 hmotnostní díly dimethylformamidu

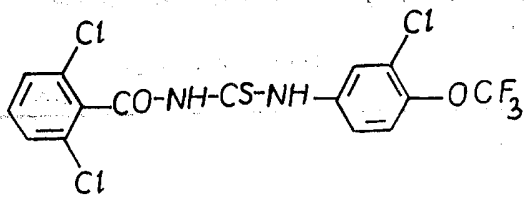
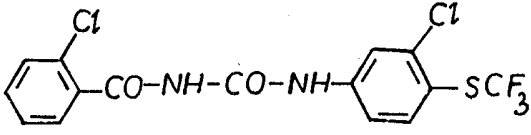
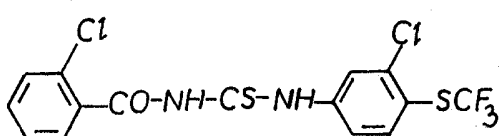
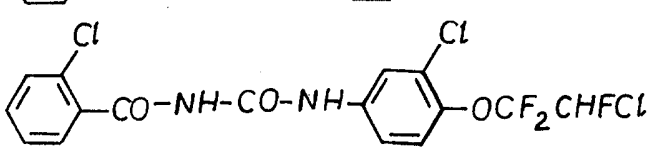
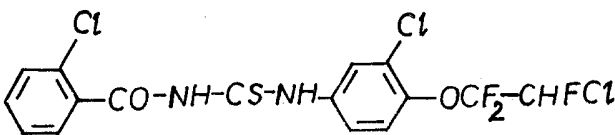
emulgátor: 1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykoetheru

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

Listy kapusty (*Brassica oleracea*) se ponořením do přípravku účinné látky žádané koncentrace ošetří a dokud jsou listy ještě vlhké obsadí se housenkami předivky polní (*Plutella maculipennis*).

Po uvedené době se určí mortalita. Přitom znamená 100% mortalita usmrcení všech škůdců, zatímco 0% znamená, že žádný z exemplářů hmyzu nebyl usmrcen.

Při tomto testu vykazují například následující sloučeniny podle vynálezu vyšší účinek oproti sloučeninám známým ze stavu techniky.

Účinná látka	koncentrace účinné látky v %	mortalita v % po 7 dnech
	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	60
	0,0001	100
	0,00001	90
	0,000001	0
(známá)		
	0,0001	100
	0,00001	100
	0,000001	100
	0,001	100
	0,0001	95
	0,00001	65
	0,000001	45
(známá)		
	0,001	100
	0,0001	100
	0,00001	100
	0,000001	70

Příklad B

Test na blýskavku (*Laphygma frugiperda*)

rozpouštědlo: 3 hmotnostní díly dimethylformamidu

emulgátor: 1 hmotnostní díl alkylarylpolyglykoetheru

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

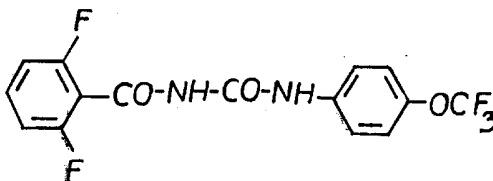
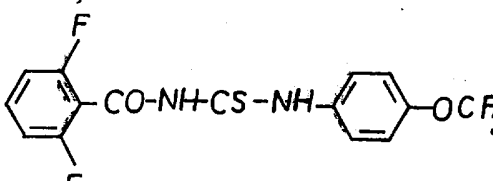
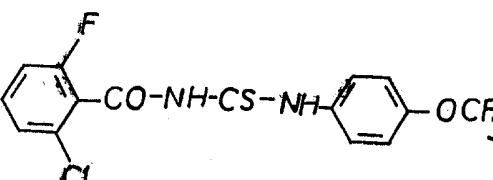
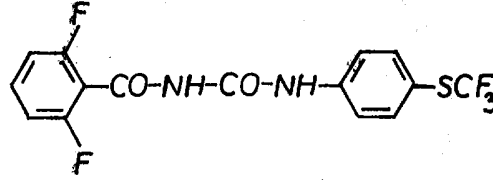
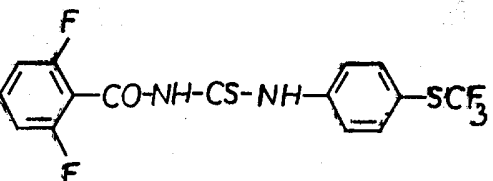
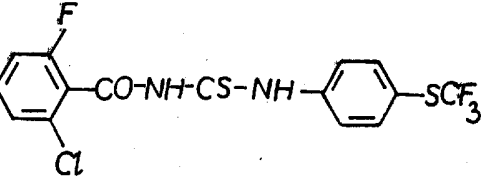
Listy bavlníku (*Gossypium hirsutum*) vysoké asi 10 až 15 cm se ošetří postřikem přípravkem účinné látky žádané koncentrace. Potom po určité době se rostliny zamoří housenkami blýskavky (*Laphygma frugiperda*).

Po uvedené době se určí mortalita. 100 % znamená úplnou mortalitu. 0 % znamená, že žádná housenka nebyla usmrcena.

Při tomto testu vykazují například následující sloučeniny podle vynálezu vyšší účinek než sloučeniny známé ze stavu techniky.

Tabulka B

Test na blýskavku (*Laphygma frugiperda*) po postřiku přípravkem obsahujícím 0,005 proc. účinné látky

účinná látka	4 dnech	mortalita v % po 8 dnech	11 dnech
 (známá)	100	50	75
	100	100	100
	100	100	100
 (známá)	100	100	0
	100	100	90
	100	100	100

Při tomto testu vykazují například následující sloučeniny podle vynálezu vyšší účinek, než sloučeniny známé ze stavu techniky: sloučeniny z příkladů provedení č. 27, 4, 38, 14 a 29.

Příklad F

Test na larvy *Phaedon*

rozpouštědlo: 3 díly hmotnostní dimethylformamidu
emulgátor: 1 díl hmotnostní alkylarylpolyglykoletheru

K přípravě vhodného účinného prostřed-

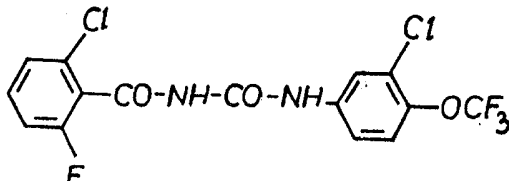
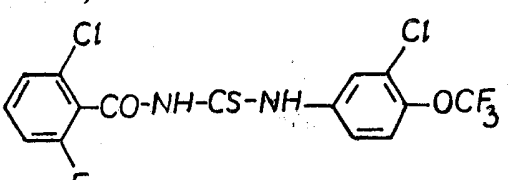
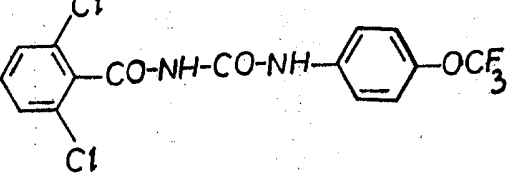
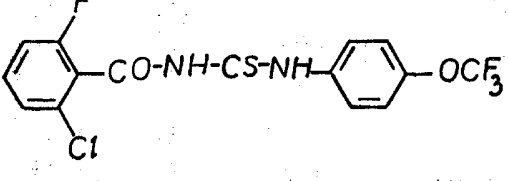
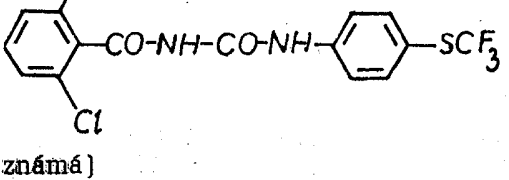
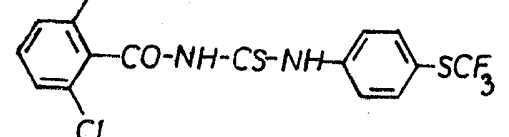
ku se smísí 1 díl hmotnostní účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla a uvedeným množstvím emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na požadovanou koncentraci.

Listy kapusty (*Brassica oleracea*) se ponořením do přípravku účinné látky žádané koncentrace ošetří a dokud jsou listy ještě vlhké obsadí se larvami *Phaedon cochleariae*.

Po uvedeném době se určí mortalita. Přitom znamená 100 % stav, kdy jsou všechny housenky usmrceny, zatímco 0 % znamená stav, kdy žádná z housenek nebyla usmrcena.

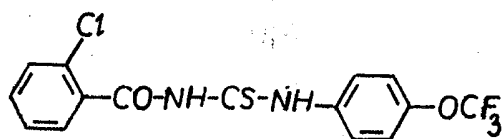
Výsledek testu je patrný z následující tabulky F:

Tabulka F

účinná látka	koncentrace účinné látky v %	mortalita v % po 10 dnech
 [známá]	0,004 0,0008 0,00016	100 85 0
	0,004 0,0008 0,00016	100 90 60
 [známá]	0,02 0,004 0,0008	100 85 20
	0,02 0,004 0,0008	100 100 80
 [známá]	0,02 0,004 0,0008	100 45 0
	0,02 0,004 0,0008	100 90 60

Příklady ilustrující způsob výroby účinné složky:

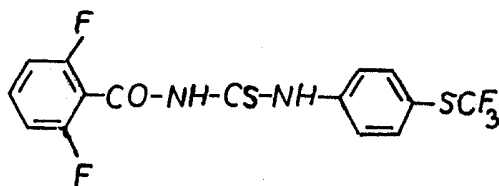
Příklad 1



K roztoku 5,4 g (0,03 mol) 4-trifluormethoxyanilinu v 50 ml toluenu se při teplotě 60 °C přikape 6 g 2-chlorbenzoylisothio-
kvanátu (teplota varu 105 až 106 °C/267 Pa; n_D^{20} : 1,6495) ve 20 ml toluenu. Reakční směs se míchá 1 hodinu při teplotě 80 °C. Po

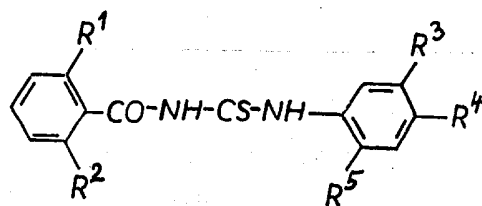
ochlazení na teplotu místnosti se krystalický produkt odfiltruje. Produkt má teplotu tání 197 °C. Jeho indentifikace byla provedena elementární analýzou a pomocí NMR spektra. Výtěžek činí 6,1 g (54 % teorie) N-(2-chlorbenzoyl)-N'-(4-trifluormethoxyfenyl)thiomocoviny.

Příklad 2



K roztoku 5,8 g 4-trifluormethylmerkaptanilinu [0,03 mol] v 60 ml toluenu se přidá roztok 6 g 2,6-difluorbenzoylisothio-
kvanátu [teplota varu: 98 °C/133 Pa n_D^{20} : 1,5872] ve 20 ml toluenu a reakční směs se
míchá 1 hodinu při 80 °C. Při ochlazení se
vyloučí produkt, který se odfiltruje a pro-
myje se petroletherem. Tato látka taje při
207 °C. Identifikace se provádí elementární
analýzou a NMR spektrem. Výtěžek 9,6 g
(81,5 % teorie) N-(2,6-difluorbenzoyl)-N'-
-[4-trifluormethylthiofenyl]thiomočoviny.

Analogicky se připraví následující slou-
čeniny obecného vzorce I

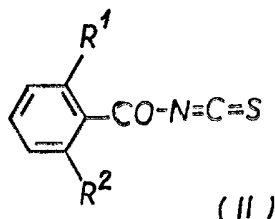


(I)

příklad č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	teplota tání (°C)	výtěžek (% teorie)
3	Br	H	H	OCF ₂ Cl	H	163	84,5
4	Cl	H	H	CF ₃	H	197	74
5	Cl	H	H	OCF ₂ Cl	H	157	36
6	Cl	H	Cl	SCF ₃	H	128	45,5
7	Cl	H	Cl	OCF ₂ -CHFCI	H	160	79,5
8	Cl	H	Cl	OCF ₃	H	158	72,5
9	Cl	H	H	OCF ₂ -CHFCI	H	160	72
10	Cl	H	Cl	SCF ₂ Cl	H	118	55
11	Cl	H	Cl	CF ₃	H	173	74,5
12	Br	H	H	OCF ₃	H	176	71,5
13	Br	H	H	SCF ₃	H	158	50
14	Br	H	H	CF ₃	H	200	80
15	Br	H	CF ₃	CF ₃	H	163	95,5
16	Br	H	Cl	CF ₃	H	187	64,5
17	Br	H	H	CF ₃	Cl	149	89,5
18	Br	H	Cl	OCF ₂ -CHFC	H	164	90
19	Br	H	Cl	SCF ₂ Cl	H	126	84
20	Br	H	H	OCF ₂ -CHFCI	H	170	95,5
21	Br	H	H	SO ₂ CF ₃	H	165	91
22	Br	H	Cl	OCF ₃	H	168	97
23	Br	H	Cl	SCF ₃	H	138	88,5
24	Cl	H	CF ₃	CF ₃	H	148	80,5
25	Br	H	H	OCF ₂ CHFCI	Cl	158	84,5
26	J	H	H	SCF ₃	H	174,5	76
27	F	H	H	CF ₃	H	116-120	85,5
28	F	H	Cl	OCF ₂ -CHFCI	H	98-100	62
29	Cl	H	CF ₃	Cl	H	180	81
30	Cl	Cl	H	OCF ₃	H	215,5	66
31	Cl	Cl	Cl	OCF ₂ -CHFCI	H	207,5	71,5
32	Cl	Cl	H	SO ₂ CF ₃	H	232	77,5
33	Cl	Cl	H	OCF ₂ -CHFCI	H	210	69
34	Cl	Cl	Cl	SCF ₂ Cl	H	188	62,5
35	Cl	Cl	Cl	OCF ₃	H	221	76
36	Cl	Cl	H	OCF ₂ Cl	H	201	77,5
37	Cl	F	H	OCF ₃	H	187	76,5
38	Cl	F	H	CF ₃	H	226	78
39	Cl	F	H	SCF ₃	H	180	57
40	Cl	F	Cl	OCF ₃	H	198	91
41	Cl	F	H	OCF ₂ -CHFCI	H	195	90
42	Cl	F	Cl	SCF ₂ Cl	H	163	76,5
43	Cl	F	H	SO ₂ CF ₃	H	208	88
44	Cl	F	H	CF ₃	Cl	202	90
45	Cl	F	Cl	OCF ₂ -CHFCI	H	158	95,5
46	Cl	F	H	OCF ₂ Cl	H	175	94,5
47	Cl	F	CF ₃	CF ₃	H	215	89
48	Cl	F	CF ₃	Cl	H	230	94,5
49	Cl	F	H	OCF ₂ CHFCI	Cl	182	85
50	Cl	F	Cl	SCF ₃	H	177	94,5

příklad č.	21			22			
	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	teplota tání (°C)	výtěžek (% teorie)
51	Cl	F	Cl	CF ₃	H	215	86,5
52	F	F	H	CF ₃	H	210	90,5
53	F	F	H	OCF ₃	H	180	97,5
54	Cl	F	H	OCHF ₂	H	179	95,0
55	F	F	Cl	SCF ₂ Cl	H	151	82,0
56	F	F	H	OCF ₂ CHFCI	H	182	89,0
57	F	F	CF ₃	CF ₃	H	186	92,5
58	F	F	H	OCHF ₂	H	174	93,5

Dále uvedené benzoylisothiokyanáty vzorce II

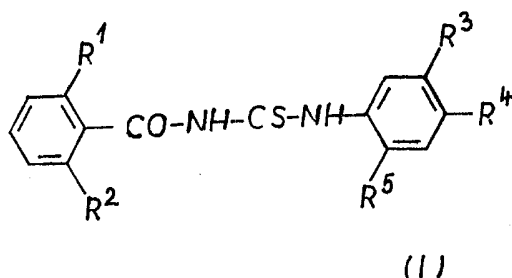


které se používají jako výchozí látky se vyrábí analogicky podle příkladu 1 uvedeného v DAS 1 215 144:

příklad č.	R ¹	R ²	teplota varu (°C)/200 Pa	index lomu:	výtěžek (% teorie)
a	F	H	104	n _D ²⁰ : 1,6200	79
b	Br	H	140	n _D ²⁰ : 1,6702	85,5
c	J	H	148		76,5
d	Cl	H	106	n _D ²⁰ : 1,6495	87,5
e	Cl	F	104	n _D ²⁰ : 1,6018	93
f	Cl	Cl	114	n _D ²⁰ : 1,6205	77
g	F	F	98	n _D ²⁰ : 1,5872	88

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

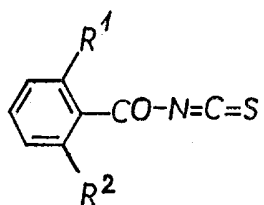
1. Insekticidní, akaricidní, nematocidní a baktericidní prostředky, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahují alespoň jednu N-fenyl-N'-benzoylthiomocovinu obecného vzorce I



v němž

R¹ znamená halogen,
 R² znamená vodík nebo halogen,
 R³ znamená vodík, halogen nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R⁴ znamená halogen, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, s tím, že
 R⁵ znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, když R⁴ znamená halogen, a
 R⁵ znamená vodík nebo halogen.
 2. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce 1, vyznačující se tím, že se benzoylisothiokyanáty obecného vzorce II

23

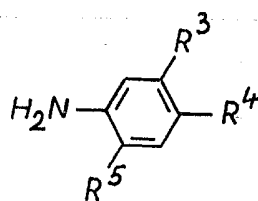


(II)

v němž

R¹ a R² mají shora uvedený význam, uvádějí v reakci se substituovanými aniliny obecného vzorce III

24



(III)

v němž

R³, R⁴ a R⁵ mají shora uvedený význam, popřípadě za použití inertních ředidel.