



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1187704** **A**

(51) 4 A 01 N 57/14, 53/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21) 3339200/05

(22) 29.09.81

(31) 136005/1980

(32) 30.09.80

(33) JP

(46) 23.10.85. Бюл. № 39

(71) Кумияй Кемикал Индастриз Ко.,
Лтд (JP)

(72) Харуки Агава и Томонори Симазу
(JP)

(53) 632.951.2(088.8)

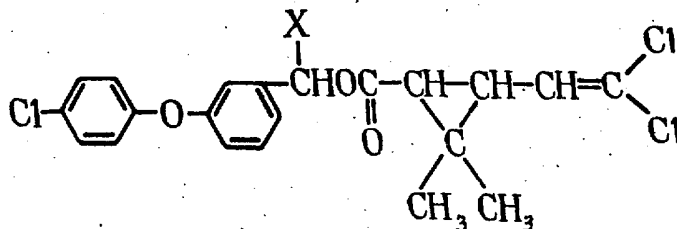
(56) Патент Великобритании

№ 1413491, кл. C2C, опублик. 1975.

Химия, 1979, № 5, реф. 50420П.

(54) ИНСЕКТИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ (ЕЕ
ВАРИАНТЫ).

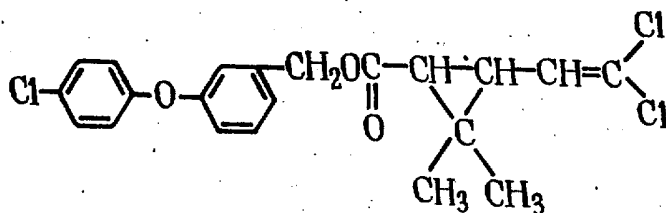
(57) 1. Инсектицидная композиция,
содержащая 0,0-диизопропил-S-бензил-
фосфотиолат, отличающаяся тем, что, с целью повышения
активности, она дополнительно содержит
пиретроидное соединение в транс-
форме общей формулы



где X - водород или этинил,
при массовом соотношении (9-1):(1-9)
соответственно.

2. Инсектицидная композиция, со-
держащая 0,0-диизопропил-S-бензил-

фосфотиолат, отличающаяся тем, что, с целью повышения
активности, она дополнительно содержит
пиретроидное соединение в цис-
форме формулы:

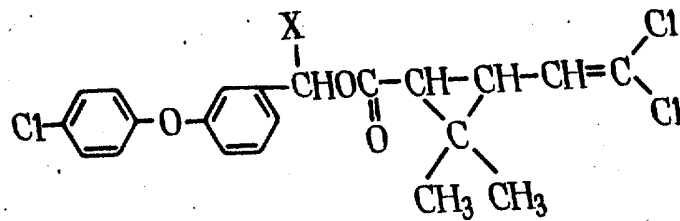


при массовом соотношении (1-10):1
соответственно.

3. Инсектицидная композиция, со-
держащая 0,0-диизопропил-S-бензил-

фосфотиолат, отличающаяся тем, что, с целью повышения
активности, она дополнительно содержит
пиретроидное соединение в цис-
или транс-форме общей формулы

059 **SU** (11) **1187704** **A**



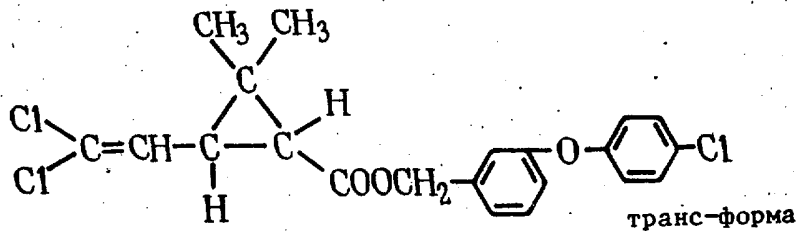
где X - водород, этинил,
при массовом соотношении

6:1 соответственно.

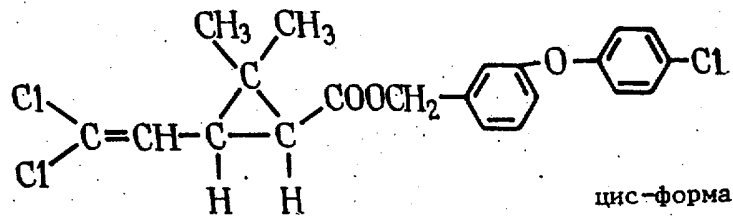
1
Изобретение относится к химическим средствам защиты растений от вредных насекомых, а именно к инсектицидной композиции, содержащей 0,0-диизопропил-S-бензилфосфоротиолат и пиретроидное соединение.

2
Цель изобретения - повышение активности.

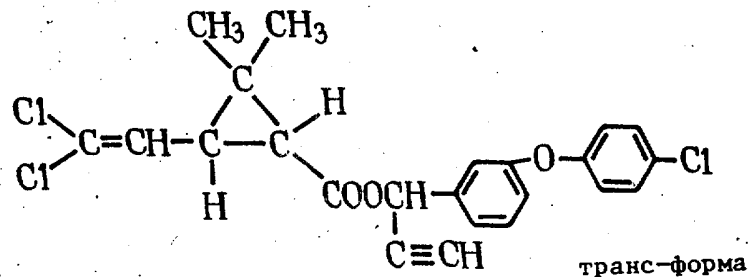
В композиции используются следующие пиретроидные соединения:
соединение 1



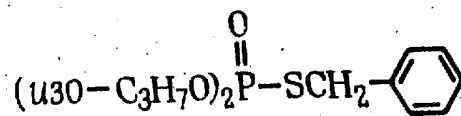
соединение 2



соединение 3



и 0,0-диизопропил-S-бензилфосфоротиолат формулы



обозначенный как IBP (1).

Пример 1. Получение соединения 2.

В 20 мл сухого бензола растворяют 2,28 г цис-2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропанкарбонилхлорида и затем к раствору добавляют 2,34 г 3-(4-хлорфенокси) бензилового спирта и 1,58 г пиридина и эту смесь перемешивают при комнатной температуре в течение ночи. Реакционную смесь промывают разбавленной соляной кислотой и водой и затем высушивают над безводным сульфатом магния. При пониженном давлении отгоняют низкокипящую фракцию, получая маслянистый продукт. Этот продукт очищают методом препаративной жидкостной хроматографии (силикагелевая колонка, смешанный растворитель диизопропиловый эфир/н-гексан в отношении 6:94 по объему), получая 3,91 г 3-(4-хлорфенокси)бензилового эфира цис-2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)-циклопропанкарбоновой кислоты (соединение 2) с выходом 92%, который имеет следующий ЯМР-спектр при 90 МГц: δ относительно гексаметилсилана (ГМС) в растворе CDCl_3 , м.д.: 1,17 (s-синглет) 6H; 1,72-2,08 (m) 2H; 5,00 (s) 2H; 6,18 (d-дублет) 1H; 6,80-7,38 (m-мультиплет) 8H.

Пример 2. Соединение 1 получают по примеру 1 с тем исключением, что вместо цис-2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропанкарбонилхлорида используют транс-2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропанкарбонилхлорид, получают с выходом 90% 3,81 г 3-(4-хлорфенокси) бензилового эфира транс-2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропановой кислоты (соединение 1), который имеет следующий ЯМР-спектр при 90 МГц: δ ГМС (CDCl_3): 1,11 (s) 3H; 1,21 (s) 3H; 1,56 (d) 1H; 2,18 (dd) 1H; 5,03 (s) 2H; 5,53, (d) 1H; 6,80-7,38 (m) 8H.

Пример 3. Получение соединений 3 и 4.

В 120 мл сухого бензола растворяют 11,4 г 2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропанкарбонилхлорида (отношение цис- и транс-изомеров приблизительно 50:50), затем добавляют 12,9 г 3-(4-хлорфенокси)- α -этинилбензилового спирта и потом по каплям добавляют 7,9 г пиридина. Эту

смесь перемешивают при комнатной температуре в течение ночи. После этого реакционную смесь разбавляют 100 г воды; бензольный слой отделяют, промывают разбавленной соляной кислотой и водой и высушивают над безводным сульфатом магния. Затем при пониженном давлении отгоняют низкокипящую фракцию, получая масло. Этот маслянистый продукт очищают методом препаративной жидкостной хроматографии (силикагелевая колонка, смешанный растворитель диэтиловый эфир/н-гексан в объемном отношении 2:98). По указанной методике получают с выходом 90% 20,2 г 3-(4-хлорфенокси)- α -этинилбензилового эфира 2,2-диметил-3-(2,2-дихлорвинил)циклопропановой кислоты. Разделение один от другого цис- и транс-изомеров может быть осуществлено указанным методом препаративной жидкостной хроматографии. ЯМР-спектры этих изомеров при 90 МГц:

δ ГМС (CDCl_3): транс-изомер (соединение 3): 1,08, 1,13, 1,17, 1,25 (каждый s) 6H; 1,56 (d), 1,58 (d) 1H; 2,04-2,31 (m) 1H; 2,52-2,61 (m) 1H; 5,55 (d) 1H; 6,36-6,43 (m) 1H; 6,76-7,43 (m) 8H.

Пример 4. Проверка смертности коричневого дельфаида.

Горшок, имеющий диаметр 10 см, с двумя саженцами риса на стадии пятого листа покрывают клеткой с проводочными ячейками и выпускают туда женских взрослых особей коричневого дельфаида. Каждую композицию распыляют на проверяемых насекомых с помощью распыляющей камеры со стеклянным колпаком, которая имеет сечение дна 500 cm^2 , при пониженном давлении по 20 см рт.ст. в каждой дозе. Горшок выдерживают в этой камере в течение 2 мин. Снимают распыляющую камеру со стеклянным колпаком, и каждый горшок выдерживают в теплице. Через 24 ч проверяемые насекомые исследуются и определяется процент их смертности.

Результат опыта представлен в табл. 1.

Пример 5. Смертность гусениц резистентной зеленой рисовой цикадки при различных температурах.

Три саженца на стадии третьего листа помещают в черную бутылку, при-

чем их стебли фиксируют резиновой пробкой. Каждую композицию распыляют на эти саженцы с помощью распыляющей камеры со стеклянным колпаком, которая имеет сечение дна 1300 см², при давлении 560 мм рт.ст. Бутылку выдерживают в этой камере в течение 2 мин. После распыления композиции бутылку помещают в стеклянный цилиндр, который покрывают алюминиевой крышкой. Каждую бутылку выдерживают в камерах с постоянной температурой при 15,23 и 30°C, и в цилиндр выпускают гусениц резистентной зеленой рисовой цикадки. Спустя 24 ч проверяемых насекомых исследуют и определяют процент их смертности.

Результаты опыта представлены в табл. 2.

Пример 6. Проверка смертности коричневого дельфацида.

Каждый рисовый саженец на стадии третьего листа погружают в отдельный раствор с заданной концентрацией активных компонентов, высушивают на воздухе и ставят в черную бутылку, наполненную водой. Бутылку помещают в стеклянный цилиндр, выпускают в него взрослых женских особей коричневого дельфацида и покрывают его алю-

миниевой крышкой. Каждую бутылку выдерживают в камере при постоянной температуре 25°C. Спустя 24 ч проверяемых насекомых исследуют и определяют процент их смертности.

Результаты показаны в табл. 3.

Пример 7 (проверочный эксперимент). Проверка смертности гусениц резистентной капустной моли.

Каждый гладкий лист капусты погружают в отдельный раствор активных компонентов с заданной концентрацией в течение 1 мин, высушивают на воздухе и помещают в отдельную пластмассовую чашку диаметром 5,5 см и высотой 4 см и выпускают в нее гусениц резистентной капустной моли. Каждую чашку выдерживают в камере при постоянной температуре 25°C. Спустя 48 ч проверяемых насекомых исследуют и определяют процент их смертности. Испытание повторяют три раза, используя по 10 насекомых в каждом испытании.

Результаты опыта приведены в табл. 4.

Таким образом, предлагаемая инсектицидная композиция обладает повышенной активностью.

Т а б л и ц а 1

Активный компонент и его количество, %		Доза, мг/колпак	Количество активного компонента, мг/колпак	Количество насекомых	Смертность, %
1	2	3	4	5	
Соединение 1	0,5	12,5	0,0625+0,375	30	60,0
+					
IBP(1)	3	25	0,125+0,75	30	93,3
		50	0,25+1,5	30	100
Соединение 2	0,5	12,5	0,0625+0,375	30	43,3
+					
IBP(1)	3	25	0,125+0,75	30	90,0
		50	0,25+1,5	30	100

1		2	3	4	5
Соединение 3	0,5	12,5	0,0625+0,375	30	70,0
+					
IBP(1)	3	25	0,125+0,75	30	93,3
		50	0,25+1,5	30	96,7
Соединение 1	0,5	12,5	0,0625	30	6,7
		25	0,125	30	6,7
		50	0,25	30	60,0
Соединение 2	0,5	12,5	0,0625	30	0
		25	0,125	30	23,3
		50	0,25	30	80,0
Соединение 3	0,5	12,5	0,0625	30	6,7
		25	0,125	31	54,8
		50	0,25	29	92,9
IBP (1)	3	50	1,5	30	3,3
		100	3	30	13,8
Без обработки		-	-	30	0

П р и м е ч а н и е. 50 мг/колпак соответствует дозе 1 кг/10 ар.

Т а б л и ц а 2

Активный ингредиент	Количество активного компонента, %	Доза, мг/кол- пак	Смертность, %, при темпе- ратуре, °C		
			15	23	30
Соединение 1 + IBP(1)	0,5+3,0	65	100	96,6	70,0
Соединение 2 + IBP(1)	0,5+3,0	65	93,5	96,7	53,3
Соединение 1	0,5	65	96,7	78,1	63,3
Соединение 2	0,5	65	63,3	40,0	6,7
IBP (1)	5,0	65	0	0	0
Без обработки	-	-	0	0	0

Концентрация, млн. доли,			Соотношение активных компонентов IBP(1): соединение 1	Количество на секомых	Смертность, %
IBP(1)	соединения 1	соединения 2			
1000	0	-	10:0	30	20,0
900	100	-	9:1	30	80,0
800	200	-	8:2	30	90,0
700	300	-	7:3	30	93,3
600	400	-	6:4	30	93,3
500	500	-	5:5	30	100
400	600	-	4:6	30	100
300	700	-	3:7	30	96,7
200	800	-	2:8	30	93,3
100	900	-	1:9	30	83,3
0	1000	-	0:10	30	53,3
300	-	30	-	30	83,3
240	40	-	6:1	30	86,7
150	150	-	1:1	30	86,7
300	-	40	-	30	83,3
300	40	-	7,5:1	30	86,7
200	100	-	2:1	30	86,7
300	100	-	3:1	30	93,3
300	50	-	6:1	30	86,7
100	-	30	-	30	80,0
300	40	-	7,5:1	30	83,3
300	40	-	7,5:1	30	73,3
300	60	-	5:1	30	90,0
	100	-	-	30	10,0
		100	-	30	6,7
		-	-	30	6,7
300	-	-	-	30	0
Без обработки	-	-	-	30	0

Активный компонент	Концентрация, млн. доли	Смертность, %
Соединение 1	200	30,0
	40	6,7
Соединение 2	200	50,0
	40	26,7
Соединение 1 +	200 + 200	90,0
IBP (1)	40 + 40	70,0
Соединение 2 +	200 + 200	100
IBP (1)	40 + 40	76,7
IBP (1)	200	6,7
Без обработки	-	0

Редактор А.Козориз

Составитель Н.Кибалова
Техред М.Кузьма

Корректор М.Самборская

Заказ 6565/61

Тираж 742

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4