

[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94107618.0

[51]Int.Cl⁶

[43]公开日 1995 年 7 月 12 日

C07C251 / 86

[22]申请日 94.10.6

[30]优先权

[32]93.10.6 [33]JP[31]250602 / 93

[71]申请人 住友化学工业株式会社

地址 日本大阪府

[72]发明人 广濑太郎 泷敏晃 富冈广树

岸田博 齐藤茂

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 王其灏

A01N 33 / 26

说明书页数:

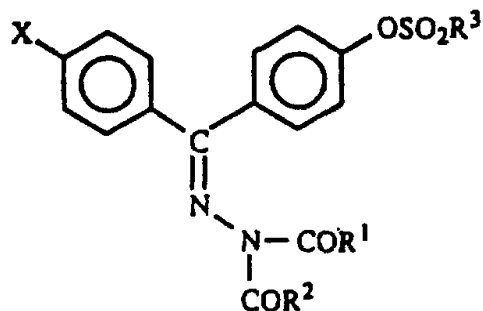
附图页数:

[54]发明名称 脞化合物和含有作为活性成分的该化合物的杀虫剂

[57]摘要

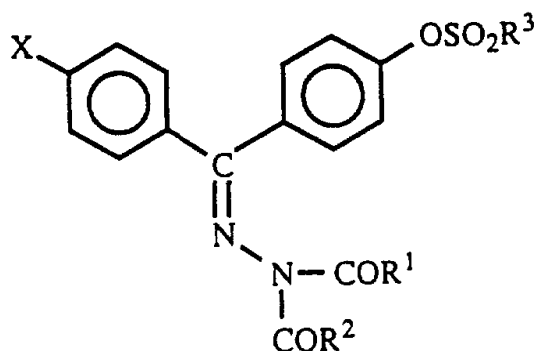
本发明提供了式 I 的脞化合物:

其中 R^1 和 R^2 可以相同或不同, 分别是氢、 C_1-C_2 烷基、 C_1-C_2 烷氧基、甲氧基甲基或氰基甲基, 其前提是 R^1 和 R^2 不能同时是氢; R^3 是三氟甲基或甲基; X 是卤素, 和含有作为活性成分的该脞化合物的杀虫剂。该脞化合物具有好的杀虫活性和对哺乳动物具有低的急性毒性。



(I)

1. 式 I 的腙化合物:



其中 R^1 和 R^2 可以相同或不同, 分别是氢、 C_1 - C_2 烷基、 C_1 - C_2 烷氧基、甲氧基甲基或氟甲基, 其前提是 R^1 和 R^2 不能同时是氢; R^3 是三氟甲基或甲基; 和X是卤素。

2. 根据权利要求1的腙化合物, 其中 R^3 是三氟甲基; 和X是氯。

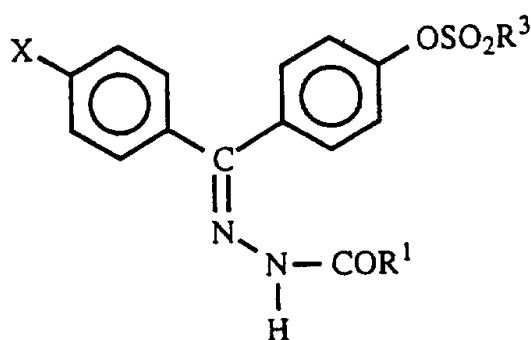
3. 根据权利要求2的腙化合物, 其中X是氯。

4. 根据权利要求3的腙化合物, 其为4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮- N' , N' -二乙酰基腙。

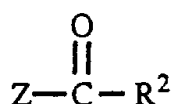
5. 根据权利要求3的腙化合物, 其为4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮- N' , N' -二(乙氧羰基)腙。

6. 根据权利要求3的腙化合物, 其为4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮- N' , N' -二(甲氧基乙酰基)腙。

7. 根据权利要求3的脞化合物, 其为4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮-N', N'-二(氟基甲基)脞。
8. 一种含有作为活性成分的根据权利要求1的脞化合物的杀虫剂。
9. 一种控制有害昆虫的方法, 包括将有效量的权利要求1的脞化合物施用于虫害蔓延的场所。
10. 根据权利要求1的脞化合物作为活性剂用于控制害虫的用途。
11. 一种制备权利要求1的脞化合物的方法, 包括在碱存在下将式II化合物:

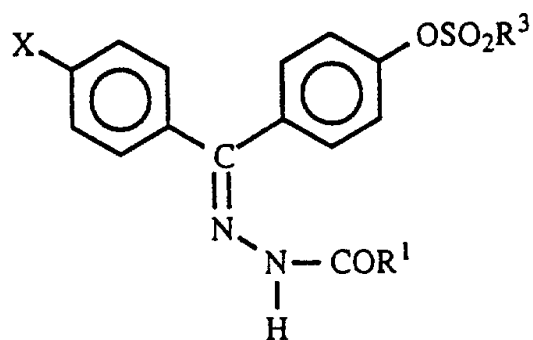


其中 R^1 是氢、 C_1 - C_2 烷基、 C_1 - C_2 烷氧基、甲氧基甲基或氟基甲基; R^3 是三氟甲基或甲基; 和X是卤素, 与式III化合物反应:

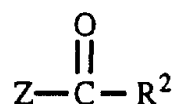


其中 R^2 与上面定义的 R^1 相同, 其前提条件是 R^1 和 R^2 不能同时是氢; Z是氯、溴、式- OCOR^2 基团或 C_1 - C_2 烷氧基。

12. 一种制备权利要求1的脞化合物的方法, 包括在缩合剂存在下将式II化合物:

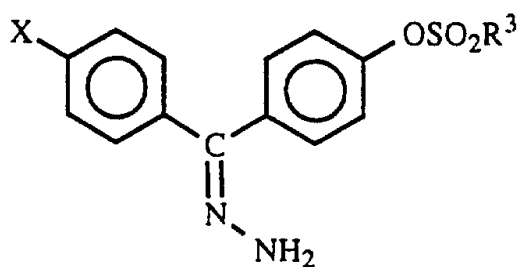


其中 R^1 是氢、 C_1-C_2 烷基、 C_1-C_2 烷氧基、甲氧基甲基或氰基甲基； R^3 是三氟甲基或甲基；和X是卤素，与式Ⅲ化合物反应：

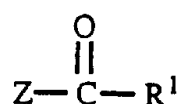


其中 R^2 与上面定义的 R^1 相同，其前提条件是 R^1 和 R^2 不能同时是氢；和Z是羟基。

13. 一种制备权利要求1的胍化合物的方法，包括在碱存在下将式Ⅳ的化合物：

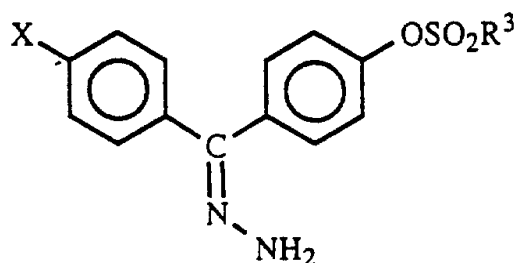


其中 R^3 是三氟甲基或甲基；X是卤素，与式V化合物反应：

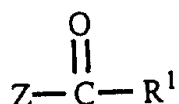


其中 R^1 是 C_1-C_2 烷基、 C_1-C_2 烷氧基、甲氧基甲基或氰基甲基和Z是氯、溴、式 $-\text{OCOR}^1$ 基团或 C_1-C_2 烷氧基。

14. 一种制备权利要求1的胍化合物的方法，包括在缩合剂存在下将式IV化合物：



其中 R^3 是三氟甲基或甲基；和X是卤素，与式V化合物反应：



其中 R^1 是 C_1-C_2 烷基、甲氧基甲基或氰基甲基；和Z是羟基。

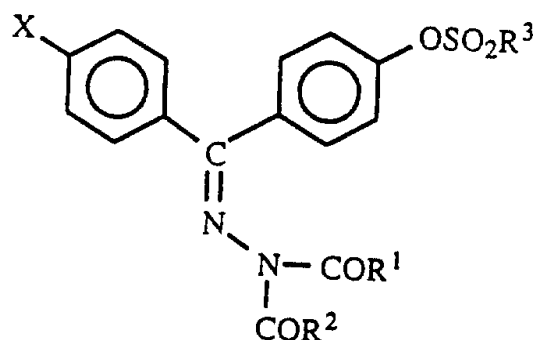
胂化合物和含有作为活性成分 的该化合物的杀虫剂

本发明涉及胂化合物和含有作为活性成分的该化合物的杀虫剂。

在美国专利US4344893中揭示了一种二苯酮-N', N'-单酰胂杀虫剂。但是, 该化合物的杀虫活性和对哺乳动物的毒性并不总是令人满意的。

从环境上考虑, 本发明人致力于研究以便得到具有好的杀虫活性和对哺乳动物具有较低急性毒性的化合物。结果, 他们发现某些胂化合物具有好的杀虫活性和对哺乳动物具有较低的急性毒性。

因此, 本发明提供了式 I 的胂化合物:



其中R¹和R²可以相同或不同, 可以分别是氢, C₁-C₂烷基, C₁-C₂烷氧基, 甲氧基甲基或氰基甲基, 其前提是R¹和R²不能同时是氢;

R^3 是三氟甲基或甲基；X是卤素，和含有作为活性成分的该脞化化合物的杀虫剂。

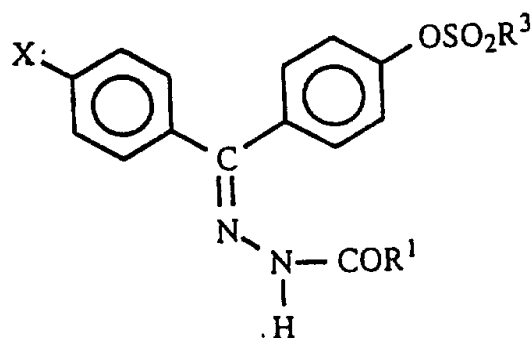
对于取代基 R^1 和 R^2 ， C_1-C_2 烷基的实例是甲基和乙基， C_1-C_2 烷氧基的实例是甲氧基和乙氧基。 R^3 取代基是三氟甲基或甲基。

取代基X是卤素，如氯、溴、氟或碘。

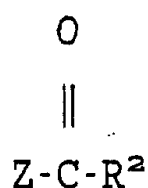
本发明的脞化合物可以根据下面的制备方法A或B制备。

制备方法A

制备方法A包括将式II化合物：



其中 R^1 和 R^3 分别如上定义，与式III化合物反应：



其中 R^2 如上定义；Z是氯、溴、式 $-OCOR^2$ 基团、 C_1-C_2 烷氧基（例如，甲氧基，乙氧基）或羟基，其前提是当Z是羟基时， R^2 不是 C_1-C_2 烷氧基。

当化合物III是活化的羧酸衍生物时，即，Z是氯、溴或式

-OCOR²基团时，化合物II与化合物III的反应通常是碱存在下进行。

碱的例子是有机碱，包括叔烷基胺，如三乙胺、乙基二异丙基胺和三丁基胺；叔二烷基芳基胺，如N, N-二乙基苯胺；杂芳胺，如吡啶类化合物（例如，吡啶，甲基吡啶和4-(N,N-二甲基氨基)吡啶）；无机碱，包括碱金属氢氧化物和氢化物，如氢氧化钠和氢化钠，和碱金属碳酸盐，如碳酸钾；有机金属碱，如丁基锂和二异丙基氨基锂。

对于1摩尔化合物II使用的碱量通常是1摩尔或更多。

方法A的反应通常在惰性有机溶剂中进行。

用于方法A的溶剂是芳香烃，如苯、甲苯、二甲苯、氯苯和邻二氯代苯；芳族杂环化合物，如吡啶和甲基吡啶；卤代烃，如氯仿、二氯甲烷、四氯化碳、1, 2-二氯乙烷、1,1,1-三氯乙烷、四氯乙烯和三氯乙烯；脂肪烃，如正己烷和正庚烷；脂环烃，如环己烷；醚类，如四氢呋喃和乙醚；酮类，如丙酮、甲乙酮和甲基异丁基酮；非质子传递极性溶剂，如N, N-二甲基甲酰胺和二甲基亚砷。这些溶剂可以单独使用或结合使用。

在制备方法A中，当Z是C₁-C₂烷氧基时，该反应可以在催化量的碱存在下进行。在这种情况下，可以使用选自上面描述的碱类中的任何碱。

反应可以在与上述相同的有机溶剂中进行。而且，当R¹和R²相同时，与取代基R¹具有相同烷氧基的醇，如甲醇或乙醇可以单独使用或与上述其他溶剂结合使用。

另一方面，当化合物III中的Z是羟基时，反应通常在缩合剂存在下进行。

作为缩合剂，可以使用任何能够活化羧基和/或从被缩合的反应物中除去水的试剂。

缩合剂的实例是有机酰氯，如甲苯磺酰氯，新戊酰氯和亚硫酸氯；路易斯酸，如四氯化钛；和脱水剂，如二环己基碳化二亚胺、五氧化二磷和多磷酸。

对于1摩尔化合物II的缩合剂的使用量通常是1摩尔或更多。

在这种情况下，可以使用除了醇类以外的上述任何溶剂。

对于1摩尔化合物II的化合物III的用量通常是1摩尔或更多，优选1至10摩尔。

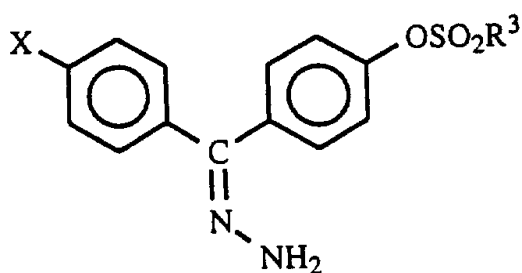
反应温度通常为-78°C至200°C，优选从-20°C至使用的溶剂的沸点温度。

在反应完全之后，可以将反应产物进行普通的后处理，如有机溶剂提取和浓缩以分离出所需化合物。如果需要，得到的化合物可以通过如色谱和/或重结晶的方法提纯。

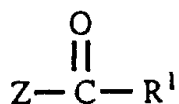
用作原料的化合物II可以通过下面的制备方法(a)制备。

制备方法(a)将在下文中详细说明。

制备方法(a)包含将式IV化合物：



与式V化合物反应



其中Z和R¹分别如上定义。

当化合物V是活化的羧酸衍生物时，即，Z 是氯、 溴或式 -OCOR¹时，化合物IV与化合物V的反应通常在碱存在下进行。

可以用于该反应的碱与上面方法A中描述的相同。

对于1摩尔化合物IV的碱使用量通常是1摩尔或更多。

反应通常在用于制备方法A中的除了酮类和醇类以外的惰性有机溶剂中进行。

在制备方法(a)中，当Z是C₁-C₂烷氧基时，可以将催化量的碱加入反应系统中。 在这种情况下，可以使用任何选自用于制备方法A中的碱。

反应可以在与上述相同的有机溶剂中进行。 而且，具有与取代基R¹相同的烷氧基的醇， 如甲醇或乙醇可以单独使用或与上述其他溶剂结合使用。

另一方面，当在化合物V中Z是羟基时， 反应通常在缩合剂存在下进行。

在这种情况下，可以使用选自用于制备方法A中的缩合剂的任何缩合剂。

对于1摩尔化合物IV的缩合剂的使用量通常为1摩尔或更多。

在这种情况下，可以使用除醇类外的任何上述剂。

对于1摩尔化合物Ⅳ的化合物Ⅴ的用量约为1摩尔。

在制备方法(a)中，反应温度通常为 -20°C 至使用的溶剂的沸点温度。

在反应完全后，可以将反应产物进行普通后处理，如有机溶剂提取和浓缩以便分离出所需化合物。如果需要，可以将得到的化合物用如色谱和/或重结晶方法提纯。

用该方法制备的化合物Ⅱ可以不用分离直接用于制备方法A中的反应。

制备方法B

当 R^1 和 R^2 相同时，本发明的脎化合物也可以用下面的制备方法B制备。

制备方法B包含将化合物Ⅳ与化合物Ⅴ反应。

当化合物Ⅴ是活性羧酸衍生物时，即，Z是氯、溴或式 $-\text{OCOR}^1$ 时，化合物Ⅳ与化合物Ⅴ的反应通常在碱存在下进行。

可以用于该反应的碱与制备方法A中描述的碱相同。

对于1摩尔化合物Ⅱ的碱的使用量通常是2摩尔或更多。

反应通常在惰性有机溶剂中进行。使用的溶剂与制备方法A中所用的除了醇类溶剂外的溶剂相同。

在制备方法B中，当Z是 C_1 - C_2 烷氧基时，碱可以是催化量。在这种情况下，可以使用选自上述碱类中的任何碱。

反应可以在与上述相同的有机溶剂中进行。而且，具有与取代基 R^1 相同烷氧基的醇，如甲醇或乙醇可以使用或与上述其他溶剂结合使用。

另一方面，当在化合物Ⅴ中的Z是羟基时，反应通常在缩合剂

存在下进行。

在这种情况下，可以使用选自在制备方法A中使用的缩合剂的任何缩合剂。

对于1摩尔式V化合物的缩合剂的使用量通常是2摩尔或更多。

在这种情况下，可以使用除醇之外的上述任何溶剂。

对于1摩尔化合物IV的化合物V的用量约为2摩尔或更多。

反应温度通常为-20°C至所用溶剂的沸点温度。

在反应完全后，可以将反应产物进行普通后处理以便分离出所需化合物。

用作制备方法A和B的粗原料的化合物IV可以通过，例如，在美国专利US 4344893中描述的方法制备。

本发明的胍化合物由于在胍部分带有C=N双键，其具有两个几何异构体。该两个几何异构体(以E和G构型)及其混合物包括在本发明中。

本发明的胍化合物对控制下面包括的各种昆虫是有效的。

半翅目：

稻蜡蝉科(Leaf hoppers) 如灰稻虱、 稻褐飞虱和白背稻虱；
叶蝉总科(leaf hoppers) 如黑尾叶蝉(Nephotettix cincticeps) 和黑尾叶蝉(Nephotettix Virescens)；蚜总科(ap.ids) 包括棉蚜(Aphis grossypii)；椿科(stink bugs)；粉虱科； 蚧总科 (scale insects)；网椿科(lacebugs)；木虱科(jumping plant-lice)，等；

鳞翅目：

螟蛾科如二化螟、 稻纵卷叶螟、 玉米螟、 Parapediasia

teterrella、Notarcha derogata 和印度谷螟；夜蛾科(owlet moths)如 Spodoptera litura、粘虫、甘蓝夜蛾、Agrotis ipsilon、Heliothis moths、Helicoverpa moths；粉蝶科如菜粉蝶(Pieris rapae crucivora)；卷蛾科(bell moths)如梨小食心虫和苹蠹蛾、桃蛀果蛾、Lyoniidae(潜叶蛾)、黄毒蛾和 Lymantria(舞毒蛾)；巢蛾科如小菜蛾；麦蛾科如棉红铃虫；灯蛾科如美国白蛾、Tinea translucens、幕衣蛾，等；

双翅目：

蚊科(house mosquitos)如 Culex pipiens pallens 和 Cules tritaeniorhynchus；Aedes 如 Aedes albopictus 和 Aedes aegypti；Anophelinae 如 Anophelinae sinensis；摇蚊科(midges)；蝇科如家蝇(house fly)和 Muscina stabulans；丽蝇科(blow flies)；Sarcophagidae (flesh flies)；花蝇科如 Delia Platura 和 Delia antiqua；实蝇科(fruit flies)；果蝇科(Wine flies)；毛蠅科(moth flies)；虻(deer flies)；蚋科(black flies)；Stomoxiinae，潜蝇科(leaf miner flies)，等；

鞘翅目 (beetles)：

Diabrotica (玉米根网螟)如玉米幼芽根叶 蚱和瓜十一星叶甲；金龟子科如大绿金龟甲和 Anomala rufocuprea；象虫科(snout beetles)如玉米象(grain weevils)、美洲稻象甲、苜蓿叶象虫，和中华广肩步甲(Calosobruchys chinensis)；Neatus ventralis (网目砂潜)如黄粉虫和赤拟谷盗；叶甲科 (Leaf beetles) 如黄守瓜、马铃薯甲虫和曲条跳甲；窃蠹科(death-watch beetles)，

Epilachna spp. 如茄二十八星瓢虫；粉蠹科 (powder-post beetles)；长蠹科 (lesser grain borers)；Paederus fuscipes, 等；

蜚蠊亚目 (cockroaches)：

德国小蠊 (croton bugs)、烟色大蠊、美洲大蠊、Periplaneta brunnea、东方 蜚蠊, 等；

缨翅目 (thrips)：

棕黄蓟马、棉蓟马、Tbrips hawaiiensis, 等；

膜翅目：

蚊科 (ants)、胡蜂科 (hornets)、肿腿蜂科 (bethylid wasps)、叶蜂科 (sawflies) 如芜菁叶蜂 (Cabbage sawfly), 等；

直翅目：

蝼蛄 (mole crickets), 蝗总科 (grasshoppers), 等；

蚤目 (fleas)；

Purex irritans, 等；

虱目 (sucking louses)； 体虱, 阴虱, 等；

等翅目 (termites)：

Reticulitermes speratus, 家白蚁, 等；

Purex irritans 等等；

本发明的脲化合物对各种对常用杀虫剂具有抗性的昆虫也是有效的。

该脲化合物实际用作杀虫剂、杀螨剂或杀线虫剂的活性成分时, 它的可以这样直接使用；但是, 本发明的脲化合物通常配制

成油状喷雾剂、乳油、可润湿粉剂、悬浮剂如水悬浮动或乳液、颗粒剂、粉尘剂、气雾剂、热熏蒸剂如可燃性熏蒸剂、化学熏蒸剂和多孔性陶瓷熏蒸剂、ULV（超低体积应用制剂）和毒饵。这些制剂通常通过将本发明的胂化合物与固体载体、液体载体、气体载体或诱饵混合制备，如果必要的话，在制剂中加入表面活性剂和其它辅料。这些制剂通常含有0.01%至95%（重量）的作为活性成分的本发明的胂化合物。

用于制剂如固体载体的例子是粘土如高岭粘土、硅藻土、人造水合氧化硅、膨润土和酸性粘土的细粉末或颗粒；滑石，陶瓷，无机矿物质如绢云母、石英、硫黄、活性炭、碳酸钙和水合二氧化硅；和化肥如硫酸铵、磷酸铵、硝酸铵、尿素和氯化铵。

液体载体的例子是水；醇如甲醇和乙醇；酮如丙酮和甲乙酮；芳香烃如苯、甲苯、二甲苯、乙苯和甲基萘；脂肪烃如已烷、环已烷、煤油和汽油；酯如乙酸乙酯和乙酸丁酯；腈如乙腈和异丁腈；醚和二异丙基醚和二恶烷；酰胺如N，N-二甲基甲酰胺和N，N-二甲基乙酰胺；卤代烃如二氯甲烷、三氯乙烷和四氯化碳；二甲亚砷；植物油如豆油和棉籽油。

气体载体或喷雾推进剂的例子是CFC₃（含氯氟烃）、丁烷气、LPG（液化石油气），乙醚和二氧化碳。

表面活性剂的例子是烷基硫酸盐、烷基磺酸盐、烷基芳基磺酸盐、烷基芳基醚、聚乙二醇、聚乙二醇醚，多元醇衍生物和糖醇衍生物。

制剂的辅料，如固定剂或分散剂的例子是酪蛋白、明胶、

多糖类，如淀粉、阿拉伯树胶、纤维素衍生物和藻酸、木质素衍生物、膨润土、糖类，和合成水溶性聚合物，如聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮和聚丙烯酸。

稳定剂的例子是PAP(酸性磷酸异丙基酯)、BHT (2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚)、BHA (2-叔丁基-4-甲氧基苯酚和3-叔丁基-4-甲氧基苯酚的混合物)、植物油、矿物油、表面活性剂、脂肪酸和脂肪酸酯。

用作可燃性熏蒸剂的基料的例子是放热剂，如硝酸盐、亚硝酸盐、胍盐、氯酸钾、硝基纤维素、乙基纤维素或木粉；热解激发剂，如碱金属盐、碱土金属盐、重铬酸盐或铬酸盐；氧源，如硝酸钾；燃烧助剂，如密胺或麦淀粉；体积的填充剂，如硅藻土；和粘合剂如合成胶。

用作化学熏蒸剂的基料的例子是放热剂，如碱金属硫化物、多硫化物、氢硫化物、水合盐或氧化钙；催化剂，如碳质物质、铁碳化物或活性粘土；有机发泡剂，如偶氮羧酸酰胺、苯磺酸酰肼、N, N'-二亚硝基五亚甲基四胺、聚苯乙烯或聚氨基甲酸乙酯；和填充剂如天然或合成纤维。

用作毒饵的基料的例子是诱饵材料如谷物粉、精制植物油、硫磺或结晶纤维素；抗氧化剂如二丁基羟基甲苯或去甲二氢愈创木酸；防腐剂如脱氢乙酸；用于防止误食的物质，如红胡椒粉，引诱香料如乳酪香料或洋葱香料。

悬浮剂如水悬浮体和乳化物通常通过将本发明的腈化物按1%至75%的比率在含有0.5%至15%的分散剂、0.1%至10%悬浮助剂(例如，保护胶体或给出摇溶性化合物)和0%至10%的添加剂(例如，

抗泡剂、稳定剂、杀菌剂、防锈剂、抗霉菌剂、展开剂、渗透助剂和防冻剂)的水中很好地分散得到。

本发明的脞化合物可以在实际上在其中没有溶解性的油中分散，形成悬浮油剂。保护胶体的例子是酪蛋白、明胶、树脂、纤维素醚和聚乙烯醇。给出摇溶性化合物的例子是膨润土、硅酸铝镁、xanthan 胶或聚丙烯酸。

由此得到的制剂可以直接使用或用水稀释后使用。本发明的制剂可以与其他杀虫剂、杀螨剂、杀线虫剂、杀菌剂、除草剂、植物生长调节剂、增效剂、肥料和/或土壤调节剂在非混合条件或预先混合条件下一起使用。

使用的杀虫剂、杀螨剂和/或杀线虫剂的例子是有机磷化合物，如杀螟松[0, 0-二甲基 0-(3-甲基-4-硝基苯基)硫代磷酸酯]、倍硫磷[0, 0-二甲基 0-(3-甲基-4-甲硫基苯基)硫代磷酸酯]、地亚农(Dimpylate) [0, 0-二乙基-0-2-异丙基-6-甲基嘧啶-4-基硫代磷酸酯]、氯蜚硫磷[0, 0-二甲基-0-3, 5, 6-三氯-2-吡啶基硫代磷酸酯]、乙酰甲胺磷[0, S-二甲基乙酰基硫代磷酰胺]、甲塞硫磷(DMTP) [S-2, 3-二氢-5-甲氧基-2-氧代-1, 3, 4-噻二唑-3-基甲基 0, 0-二甲基二硫代磷酸酯]、乙拌磷[0, 0-二乙基S-2-乙基硫基乙基二硫代磷酸酯]、敌敌畏(DDVP) [2, 2-二氯乙烯基二甲基磷酸酯]、甲丙硫磷[0-乙基 0-4-甲基硫基苯基S-丙基二硫代磷酸酯]、杀螟腈[0-4-腈苯基-0, 0-二甲基硫代磷酸酯]、Dioxabenzofos [2-甲氧基-4H-1, 3, 2-benzodioxaphosphorin-2-硫醚]、乐果[0, 0-二甲基-S-(N-甲基-甲氧酰基甲基)二硫代磷酸酯]、稻丰散[S-乙氧羰基苄基二甲

基二硫代磷酸酯]、马抗硫磷[1, 2-双(乙氧羰基)-乙基0,0-二甲基二硫代磷酸酯]、敌百虫(Metrifonate)[2, 2, 2-三氯-1-羟基乙基磷酸二甲酯]、谷硫磷[S-(3, 4-二氢-4-氧代-1, 2, 3-苯并三嗪-3-基甲基)二甲基二硫代磷酸酯]、久效磷[顺-3-(二甲氧基氧磷基氧基)-N-甲基巴豆酰胺]和乙硫磷[0, 0, 0', 0'-四乙基-S,S'-亚甲基双(二硫代磷酸酯)]。

其他例子是氨基甲酸酯化合物, 如BPMC[2-仲-丁基苯基甲基氨基甲酸酯]、丙硫克百威[N-(2, 3-二氢-2,2-二甲基苯并呋喃-7-基氧基-羰基(甲基氨基硫基)-N-异丙基-β-丙氨酸乙酯]、残杀畏(PHC)[2-异丙氧基苯基N-甲基氨基甲酸酯]、丁硫克百威[2, 3-二氢-2, 2-二甲基-7-苯并[b]呋喃基N-二丁基氨基硫基-N-甲基氨基甲酸酯]、Carbaril[1-萘基N-甲基氨基甲酸酯]、乙肼威[S-甲基-N-((甲基氨基甲酰基)氧基)硫基乙酰亚胺]、乙硫甲威(2-(乙基硫基甲基)苯基甲基氨基甲酸酯]、丁醛肼威[2-甲基-2-(甲基硫基)丙醛O-(甲基氨基甲酰基)肼]、草肼威[N, N-二甲基 2-甲基氨基甲酰氧基亚氨基-2-(甲硫基)乙酰胺]和苯硫威[S-4-苯氧基丁基)N, N-二甲基硫代氨基甲酸酯]。

其他例子是拟除虫菊酯化合物, 如醚菊酯[2-(4-乙氧基苯基)-2-甲基丙基-3-苯氧基苄基醚]、Fenvalerate(高氟(戊菊酯))[(RS)-α-氟基-3-苯氧基苄基(RS)-2-(4-氟苯基)-3-甲基丁酸酯]、S-Fenvalerate(高氟戊菊酯)[(S)-α-氟基-3-苯氧基苄基(S)-2-(4-氟苯基)-3-甲基丁酸酯]、甲氟菊酯[(RS)-α-氟基-3-苯氧基苄基2, 2, 3, 3-四甲基环丙烷羧酸酯]、腈二氯苯醚菊酯[(RS)-α-氟基-3-苯氧基苄基(1RS, 3RS)-3-(2, 2-二氯乙烯基)-2,2-

二甲基环丙烷羧酸酯]、二氯苯醚菊酯[3-苯氧基苄基(1RS,3RS)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯]、Cyhalothrin[(RS)- α -氰基-3-苯氧基苄基(Z)-(1RS)-顺-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯-1-基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯]、Deltamethrin[(S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1R,3R)-3-(2,2-二溴乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯]、乙氰菊酯[(RS)- α -氰基-3-苯氧基苄基(RS)-2,2-二氯-1-(4-乙氧基苯基)环丙烷羧酸酯]、氟胺氰菊酯[α -氰基-3-苯氧基苄基N-(2-氯- α,α,α -三氟一对甲苯基)-D-缬氨酸酯]、氟氯菊酯[2-甲基二苯基-3-基甲基(Z)-(1RS)-顺-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯-1-基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯]、氟酯菊酯[(S)-(α)-氰基-(3-苯氧基苄基)-甲基(1R)-(1 α (S*),3 α (Z)))-2,2-二甲基-3-(3-氧代-3-(2,2,3-三氟-1-(三氟甲基)乙氧基-1-丙烯基)环丙烷羧酸酯]、2-甲基-2-(4-溴二氟甲氧基苯基)丙基(3-苯氧基苄基)醚,四溴菊酯[(S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1R,3R)-3-((1'RS)(1',1',2',2'-四溴乙基))-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯]和Silaflofen4-乙氧基苯基(3-(4-氟-3-苯氧基苯基)丙基)二甲基甲硅烷。

其他例子是噁二嗪衍生物如噁二嗪酮[2-叔丁亚氨基-3-异丙基-5-苯基-1,3,5-噁二嗪-4-酮丁,硝基咪唑烷衍生物,如咪唑胺[1-(6-氟-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺],Nereistoxin衍生物,如巴丹[S,S'-(2-二甲氨基三亚甲基)双硫代氨基甲酸酯],杀虫环[N,N-二甲基-1,2,3-三噁烷-5-基胺],杀虫磺[S,S'-2-二甲氨基三亚甲基二(苯硫代磺酸酯)],N-氰基脒衍生物,如N-氰基-N'-甲基-N'-(6-氟-3-吡啶基甲基)乙酰基脒,

氯代烃, 如Endosulfan(6, 7, 8, 9, 10, 10-六氯-1, 5, 5a, 6, 9, 9a-六氢-6, 9-亚甲基苯并[e]-2, 4, 3-dioxathiepin3-oxide], γ -BHC[1, 2, 3, 4, 5, 6-六氯环己烷], 1, 1 - 二(氯苯基)-2, 2, 2 - 三氯乙醇, 苯甲酰基苯基脲化合物, 如定虫隆[1-(3, 5-二氯-4-(3-氯-5-三氟甲基吡啶-2-基氧基)苯基)-3-(2, 6-二氟苯甲酰基)脲], 伏虫隆[1-(3, 5-二氯-2, 4 - 二氟苯基)-3-(2, 6-二氟苯甲酰基)脲], 和Fulphenoxron [1-(4-(2-氯-4-三氟甲基苯氧基)-2-氟苯基)-3-(2, 6-二氟苯甲酰基)脲], 甲脒衍生物, 如胺三氯螨[N'-(2, 4 - 二甲基苯基)-N-((2, 4-二甲基苯基)亚氨基)甲基)-N-甲基甲亚氨基胺], 和杀虫脒基[N'-(4-氯-2-甲基苯基)-N, N-二甲基甲亚胺基胺], 硫脲衍生物, 如杀螨隆[N-(2, 6-二异丙基-4-苯氧基苯基) - N'-叔丁基硫脲]; Fipronyl (5-氨基-1-(2, 6-二氯- α, α, α -三氟一对甲苯基)-4-三氟甲基亚磺酰吡唑-3-腈], 溴螨酯[异丙基 4, 4'-二溴二苯乙醇酸酯], 三氯杀螨砜[2, 4, 4', 5-四氯二苯基砜], 甲基克杀螨[6-甲基-2-氧代-1, 3-二噻戊环并-(4, 6-b)喹啉恶啉], 克螨特[2-(4-1, 1-二甲基乙基)苯氧基)-环己基 2-丙炔基亚硫酸酯], 螨完锡[二(三(2-甲基-2-苯基丙基)-锡)氧化物], 噻螨酮[(4RS, 5RS)-5-(4-氯苯基)-N-氯己基-4-甲基-2-氧代-1, 3-噻唑烷-3-羧基酰胺], Chlofentezine [3, 6-二(2-氯苯基)-1, 2, 4, 5 - 四嗪], Pyridathioben(哒螨酮)[2-叔丁基-5-(4-叔丁基苄基硫基)-4-氯哒嗪-3(2H)-酮], Phenpyroximate(啞螨酯)[叔丁基(E)-4-((1, 3 - 二甲基-5-苯氧基吡唑-4-基)亚甲基氨基氧基甲基)苯甲酸酯], Debphenpyrad[N-4-叔丁基苄基)-4-氯-3-乙基-1-甲基-5-吡

唑基羧基酰胺], 多萜菌素配合物包括四萜菌素, 三萜菌素和二萜菌素; Milbemectin, Avermectin, Ivermectin, Azadilactin [AZAD] 和 Pyrimidifen [5-氯-N-(2-(4-(2-乙氧基乙基)-2, 3-二甲基苯氧基)乙基)-6-乙基嘧啶-4-胺]。

当本发明的脲化合物用作农业上使用的杀虫剂、杀螨剂或杀线虫剂的活性成分时, 其施用量通常为每1000平方米1至1000g 或更多, 优选10至100g。本发明的脲化合物的乳油、可润湿粉剂或可流动浓缩物用水稀释至浓度为10至1000ppm。颗粒剂和粉尘剂使用时不用稀释。当本发明的脲化合物用作家庭使用的杀虫剂或杀线虫剂的活性成分时, 其乳油、可润湿粉剂, 可流动浓缩物和可乳化浓缩物用水稀释至浓度为0.01 至 10000ppm。油喷雾剂、气雾剂, 熏蒸剂、ULV 剂和毒饵可以直接使用, 无需稀释。

施用的数量和浓度可以根据使用制剂的类型、时间、位置和施用方法、有害昆虫的种类和其危害程度任意改变。

下面的实施例、制剂实例和生物试验实例进一步说明本发明, 但是它们不能被认为是对本发明范围的限制。

下面将说明本发明脲化合物的一些实例。

实施例1

在室温和搅拌下, 向4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮-N'-乙酰基脲(0.5g)在N, N-二甲基甲酰胺(4ml)中的溶液中, 一次性加入0.1g在油中的氯化钠混合物, 其含氯化钠60%(W/W)。将混合物在室温下搅拌15分钟至停止产生氢气, 一次性加入1ml乙酰氯。

室温下再搅拌10分钟后，将反应混合物倾入冰水中。含水层用乙酸乙酯提取，合并的有机层用水、稀盐酸和饱和碳酸氢钠溶液洗涤，在无水硫酸镁上干燥。浓缩后得到的残余物经过硅胶柱色谱提纯得到0.4g 4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮-N', N'-二乙酰基脞(化合物1)。

$$n_D^{24.8} \ 1.5432$$

实施例2

在室温和搅拌下，向4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮(0.5g)在吡啶(4ml)中的溶液中，一次性加入1.5ml甲氧基乙酰氯。室温下再搅拌3小时后，将反应混合物倾入冰水中。水层用乙酸乙酯提取，合并的有机层用水、稀盐酸和饱和碳酸氢钠溶液洗涤，用无水硫酸镁干燥。浓缩后得到的残余物经过硅胶柱色谱提纯得到0.2g 4-氯-4'-三氟甲基磺酰氧基二苯酮-N', N'-二(甲氧基乙酰基)脞(化合物15)，为树脂状产物。

^1H -NMR (TMS, CDCl_3) δ (ppm): 7.0-8.0 (8H),
4.35 (2H, S), 4.33 (2H, S), 3.31 (3H, S), 3.28 (3H, S)

本发明的脞化合物(取代基 R^1 和 R^2 在式 I 中表示)的其他实例列于表1中。

表 1

化合物序号	R ¹	R ²	R ³	X	物理常数
1	CH ₃	CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.8} 1.5432
2	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.8} 1.5307
3	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{25.2} 1.5389
4	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	Cl	m.p., 73-79°C
5	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.5} 1.5242
6	OCH ₂ CH ₃	OCH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.5} 1.5350
7	OCH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.5} 1.5233
8	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.1} 1.5240
9	OCH ₃	OCH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.0} 1.5374
10	OCH ₃	CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.0} 1.5355
11	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{24.0} 1.5289
12	H	CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{23.3} 1.5412
13	H	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Cl	n _D ^{23.3} 1.5369
14	CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	Cl	m.p., 156.2°C
15	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	Cl	树脂
16	CH ₃	CH ₃	CF ₃	Br	
17	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	Br	

表 1 (续)

化合物序号	R ¹	R ²	R ³	X	物理常数
18	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Br	n _D ^{24.0} 1.5363
19	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	Br	
20	CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	Br	
21	OCH ₃	OCH ₃	CF ₃	Br	
22	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Br	
23	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	Br	
24	CH ₂ CH ₃	CH ₃	CF ₃	Br	
25	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	Br	
26	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	Br	
27	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	Br	
28	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH	CF ₃	Br	
29	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CF ₃	Br	
30	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	Br	
31	CH ₃	CH ₃	CH ₃	Br	
32	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
33	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
34	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Br	n _D ^{23.8} 1.5609
35	CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	Br	
36	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	Br	
37	OCH ₃	CH ₃	CH ₃	Br	
38	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
39	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
40	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
41	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	Br	
42	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Br	
43	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Br	
44	CH ₂ CN	CH ₃ CN	CH ₃	Br	
45	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Br	
46	CH ₃	CH ₃	CF ₃	F	n _D ^{28.4} 1.5055
47	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
48	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
49	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	F	
50	CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	F	
51	OCH ₃	OCH ₃	CF ₃	F	
52	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
53	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
54	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
55	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	F	
56	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	F	
57	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	F	
58	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	CF ₃	F	
59	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CF ₃	F	
60	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	F	
61	CH ₃	CH ₃	CH ₃	F	
62	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
63	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
64	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	F	

表 1 (续)

化合物序号	R ¹	R ²	R ³	X	物理常数
65	CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	F	
66	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	F	
67	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
68	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
69	CH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	F	
70	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
71	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	F	
72	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	F	
73	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	F	
74	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	F	
75	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CH ₃	F	
76	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	F	
77	CH ₃	CH ₃	CF ₃	I	
78	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	I	
79	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	I	
80	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	I	
81	CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	I	
82	OCH ₃	OCH ₃	CF ₃	I	
83	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	I	
84	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CF ₃	I	
85	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	I	
86	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CF ₃	I	
87	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	I	
88	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CF ₃	I	n _D ^{23.6} 1.5563
89	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	CF ₃	I	
90	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CF ₃	I	
91	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	I	
92	CH ₃	CH ₃	CH ₃	I	
93	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
94	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
95	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	I	
96	CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	I	
97	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	I	
98	OCH ₃	CH ₃	CH ₃	I	
99	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
100	OCH ₃ , OCH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
101	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
102	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
103	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	I	
104	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	I	
105	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	I	
106	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CH ₃	I	
107	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	I	
108	CH ₃	CH ₃	CH ₃	Cl	
109	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
110	CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
111	CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Cl	

表 1 (续)

化合物序号	R ¹	R ²	R ³	X	物理常数
112	CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	Cl	
113	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	Cl	
114	OCH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
115	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
116	CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
117	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CN	CH ₃	Cl	
118	CH ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Cl	
119	OCH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	CH ₃	Cl	
120	CH ₂ CN	CH ₂ CN	CH ₃	Cl	
121	CH ₂ OCH ₃	CH ₂ OCH ₃	CH ₃	Cl	

下面本文将描述本发明的脘化合物的制剂实施例。在这些制剂实例中，化合物根据其在表1中的相应序数标明，除非另有说明，“份数”为重量比。

制剂实例1：乳油

将10份1 至121 的每个化合物分别溶于35份二甲苯和35份二甲基甲酰胺中。将这些混合物的每一个与14份聚氧乙烯苯乙烯基苯基醚和6 份十二烷基苯磺酸钙混合，将得到的混合物充分搅拌得到每个化合物的10%乳油。

制剂实例2：可润湿粉剂

将20份1 至121 的每个化合物分别加入至4 份十二烷基硫酸钠、2

份木素磺酸钙，20份人造水合氢氧化硅细粉末和54份硅藻土的混合物中，将得到的混合物用混合器搅拌得到每个化合物的20%可润湿粉剂。

制剂实例3：颗粒剂(对固体产物)

分别向每个5份化合物4和14中加5份人造水合氢氧化硅细粉末、5份十二烷基苯磺酸钠、30份膨润土和55份粘土，将得到的混合物充分搅拌。然后，向混合物中加入适量水，继续搅拌，用造粒机造粒并空气干燥得到每个化合物的5%颗粒剂。

制剂实施例4：颗粒剂(对液体产物)

向各个5份的化合物1至3、5-13、28、43、57和88中加入5份十二烷基苯磺酸钠、30份膨润土和60份粘土，将得到的混合物充分搅拌。然后，向混合物中加入适量水，并继续搅拌用成粒机粒化，然后用空气干燥得到每个化合物的5%颗粒剂。

制剂实例5：粉尘剂

将每个1份的化合物1至121分别溶于适量丙酮中，并与5份人造水合氢氧化硅细粉、0.3份PAP和93.7份粘土混合。然后，将得到的混合物用混合器搅拌，蒸干丙酮得到每个化合物的1%粉尘剂。

制剂实例6：悬浮剂(对固体产物)

将每个20份的化合物4和14分别与1.5份脱水山梨醇三油酸酯和28.5份含2份聚乙烯醇的水溶液混合，将得到的混合物用沙磨机

研末成粒径不超过 $3\mu\text{m}$ 的细颗粒。将这些混合物的每一种与40份含0.05份xanthan 胶和0.1份硅酸铝镁的水溶液相混合，然后与10份丙二醇混合得到每个化合物的20%的水基悬浮体。

制剂实例7: 悬浮剂(对液体产物)

将每个10份的化合物1至3、5-13、28、43、57和88 分别与含6份聚乙烯醇的水溶液混合，得到的混合物用混合器搅拌得到分散剂。将该分散剂与40份含0.05份xanthan 胶和0.1份硅酸铝镁的水溶液混合，然后与10份丙二醇混合得到每个化合物的10%水基乳液。

制剂实例8: 油溶液

首先，将每个0.1份的化合物1至121分别溶于5份二甲苯和5份三氯乙烷中。将得到的溶液与89.8份除臭煤油混合得到每个化合物的0.1%油溶液。

制剂实例9: 油基气雾剂

首先，将每个0.1份的化合物1至121、0.2份酞胺菊酯(permethrin)、0.1份苯醚菊酯(d-phenothrins)和10份三氯乙烷溶于59.6份脱臭煤油中，将得到的溶液灌入气雾剂容器中。然后，在该容器上装一阀门，在加压下通过该阀门将30份推进剂(液化石油气)注入容器中得到每个化合物的油基气雾剂。

制剂实例10: 水基气雾剂

将0.2份的每个化合物1至121、 0.2份d- 丙烯菊酯、 0.2 份苯醚菊酯(d-phenothrin)、 5份二甲苯、 3.4份脱臭煤油和1 份乳化剂[ATMOS 300 (Atlas Chemical Co. 的注册商标)] 的混合物和50份纯水灌入气雾剂容器中。 然后, 在该容器上装一阀门, 通过该阀门用压力将40份推进剂(液化石油气) 注入容器中得到每个化合物的水基气雾剂。

下列的生物试验实例说明本发明的脘化合物作为杀虫剂的活性成分是有用的。 在这些生物试验实例中, 其化合物由表1 中的相应序号的化合物标明。

生物试验实例1: 对斜纹夜蛾的杀虫试验

根据制剂实例1用试验化合物制备乳化液。 然后, 将13g 预先在直径为11cm的聚乙烯杯中准备好的人工喂养的斜纹夜蛾用2ml 由水稀释该乳化剂制备的溶液(500ppm)浸渍。 将10只斜纹夜蛾的四龄幼虫自由地放在杯中。 六天后, 检查成活的幼虫以确定死亡率。

结果发现化合物1-15, 28, 43, 57和88表现出100%的死亡率。 在未处理的区域中的死亡率是0% 。

生物试验实施例2: 对小菜蛾的杀卵和杀幼虫试验

根据制剂实施1用试验化合物制备乳化液。 然后, 将4个播种五至六天后收获的发芽的日本小红萝卜, 即两个, 放置了100 至150个小菜蛾卵的日本小红萝卜和两个没有放置虫卵的日本小红萝卜浸入用水稀释该乳化液得到的溶液中(50ppm), 空气干燥, 然后放

入直径为5.5cm的聚乙烯杯中。5天后，检查孵化和成活的幼虫以确定杀卵和杀虫率。

根据下列标准进行评价：

a：杀卵或杀虫率大于99%

b：杀卵或杀虫率在90%至99%

c：杀卵或杀虫率小于90%

结果发现，化合物 1-4, 6, 8, 10-14, 43, 57 和 88被评为“a”。

在未处理区域，它们被评为“c”。

生物试验实例3：对稻褐飞虱幼虫的杀虫试验

将长度约为5cm的稻杆茎浸入用试验化合物根据制剂实施1 制备的乳化液经水稀释后得到的溶液中(500ppm)。空气冷却后，将该稻茎放入直径为5.5cm的聚乙烯杯中，在该杯中有一含有1ml 水的滤纸(直径：5.5cm)放在杯底，约30只稻褐飞虱幼虫自由地放在杯中。六天后，检查幼虫的成活以确定死亡率。

根据下列标准进行评价：

a：没有观察到成活幼虫。

b：没有观察到多于5个成活幼虫。

c：没有观察到少于6个成活幼虫。

结果发现，化合物4, 6, 7, 9和12被评为“a”

在未处理区域中，它们被评为“c”

生物试验实例4：对瓜十一星叶甲的杀虫试验

在一直径为5.5cm的聚乙烯杯底中放置一块具有相同直径的滤纸， 将根据制剂实例1 的乳化液用水稀释后制备得到的溶液 (50ppm) 1ml滴到该滤纸上。 然后， 将约30个瓜十一星叶甲卵放在滤纸上， 在杯中放入作为食物的发芽玉米。 八天后， 检查孵化幼虫的成活率。

a: 死亡率大于99%

b: 死亡率为99%至90%

c: 死亡率小于90%

结果发现， 化合物1-4, 6-15, 28和57被评定为“a”。

在未处理区域中， 它们被评定为“c”。

生物试验实例5: 对家蝇幼虫的杀虫试验

在直径为5.5cm的聚乙烯杯底中放一相同直径的滤纸, 将0.7ml 用试验化合物根据制剂实例1制备的乳化液在水中稀释得到的溶液 (500ppm) 滴到滤纸上， 在杯中放入30mg作为食物的蔗糖。 然后， 将10只雄性成年家蝇自由地放入杯中， 在杯上放一罩。 一天后， 检测成活的雄性成年家蝇以确定死亡率。

结果发现， 化合物1-3, 7, 8, 11-13和15表现出100%死亡率。

在未处理区域中的死亡率为0%。

生物试验实例6: 对德国小蠊幼虫的杀虫试验

在一直径为5.5cm的聚乙烯杯底中放置一相同直径的滤纸， 将0.7ml 用试验化合物根据制剂实例1 制备的乳化液在水中稀释的溶液 (500ppm) 滴到滤纸上， 在杯中放入30mg作为食物的蔗糖。 然

后，将10只雄性成年德国小蠊自由地放入杯中，在杯上盖上罩。六天后，检查成活的雄性成年德国小蠊以确定死亡率。

结果发现，化合物1, 2, 4-7, 9-15, 43, 57 和88 表现出100%死亡率。

在未处理区域中的死亡率为0%。

生物试验实施7: 对Culex pipiens pallens 的杀虫试验

用试验化合物根据制剂实例1制备乳液。然后，用水稀释乳液并将0.7ml稀释过的乳化剂加入100ml 去离子水中得到一溶液(活性成分的浓度: 3.5ppm)。将20只Culex pipiens pallens 老龄幼虫自由地放入溶液中。一天后检测死亡率。

根据下列标准评价效果:

a: 死亡率不低于90%

b: 死亡率为10%至90%

c: 死亡率低于10%

结果发现，化合物1-15, 28, 57和88被评定为“a”。

生物试验实例8: 对棉蚜的杀虫试验

将30毫升(500ppm)根据制剂实施例1的试验化合物的乳化液用水稀释后制备得到的溶液喷洒到种植于聚乙烯杯中的子叶期棉花上，在该棉花上寄生着约20只棉蚜幼虫。

七天后，计算成活的幼虫数，通过比较经过处理的和未处理过的情况中的幼虫成活数来确定预防率。

结果发现，化合物1的预防率为98.7%，而在表2中作为对比实

