



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.²: C 07 C 127/22
A 01 N 9/20

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



⑫ PATENTSCHRIFT A5

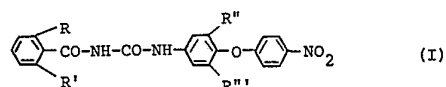
⑪

616 655

⑮① Gesuchsnummer:	1225/76	⑦③ Inhaber:	Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)
⑮② Anmeldungsdatum:	02.02.1976		
⑮③ Priorität(en):	06.02.1975 DE 2504983 20.03.1975 DE 2504983	⑦② Erfinder:	Dr. Wilhelm Sirrenberg, Sprockhövel (DE) Dr. Jürgen Schramm, Dormagen (DE) Dr. Erich Klauke, Odenthal-Hahnenberg (DE) Dr. Ingeborg Hamman, Köln (DE) Dr. Wilhelm Stendel, Wuppertal (DE)
⑮④ Patent erteilt:	15.04.1980		
⑮⑤ Patentschrift veröffentlicht:	15.04.1980	⑦④ Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

⑤④ Verfahren zur Herstellung von neuen Benzoylureido-nitro-diphenyläthern sowie ihre Verwendung in Insektiziden.

⑤⑦ Neue Benzoylureido-nitro-diphenyläther der Formel



worin

R und R' gleich oder voneinander verschieden sind und

R für Chlor, Fluor, Methyl,

R' für Wasserstoff, Chlor und Fluor steht,

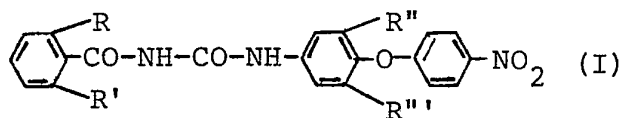
R'' und R''' gleich sind und für Wasserstoff oder Chlor stehen, wobei für den Fall, dass R für Chlor und R' für Wasserstoff stehen, R'' und R''' nur für Wasserstoff stehen können,

werden erhalten, indem man entweder ein entsprechend substituiertes Phenoxyanilin mit einem entsprechend substituierten Benzoylisocyanat umsetzt oder indem man einen entsprechend substituierten 4-Isocyanat-diphenyläther mit einer entsprechenden Benzamid umsetzt.

Die neuen Verbindungen werden als Insektizide verwendet.

PATENTANSPRÜCHE

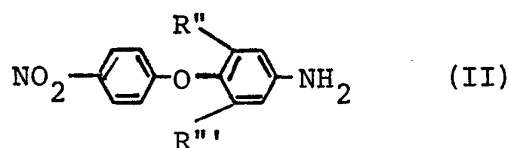
1. Verfahren zur Herstellung von neuen Benzoylureido-nitro-diphenyläthern der Formel



in welcher

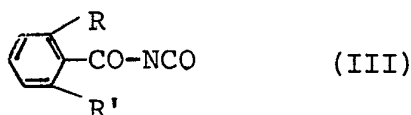
R und R' gleich oder voneinander verschieden sind und R für Chlor, Fluor, Methyl, R' für Wasserstoff, Chlor und Fluor steht, R'' und R''' gleich sind und für Wasserstoff oder Chlor stehen, wobei für den Fall, dass R für Chlor und R' für Wasserstoff stehen R'' und R''' nur für Wasserstoff stehen können, dadurch gekennzeichnet, dass man

a) Phenoxyaniline der Formel



in welcher

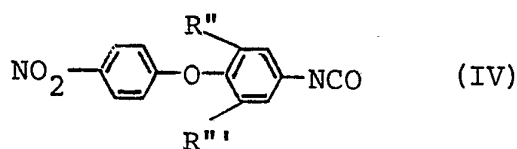
R'' und R''' die oben angegebene Bedeutung haben, mit Benzoylisocyanaten der Formel



in welcher

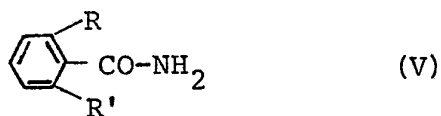
R und R' die oben angegebene Bedeutung haben, umsetzt, oder

b) 4-Isocyanat-diphenyläther der Formel



in welcher

R'' und R''' die oben angegebene Bedeutung haben, mit Benzamiden der Formel

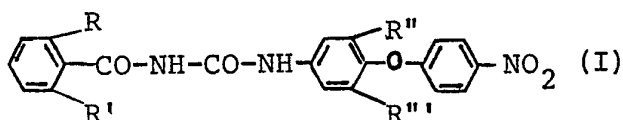


in welcher

R und R' die oben angegebene Bedeutung haben, umsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart eines Lösungsmittels vorgenommen wird.

3. Verwendung von neuen Benzoylureido-nitro-diphenyläthern der Formel



2

in welcher

R und R' gleich oder voneinander verschieden sind und R für Chlor, Fluor, Methyl,

R' für Wasserstoff, Chlor und Fluor steht,

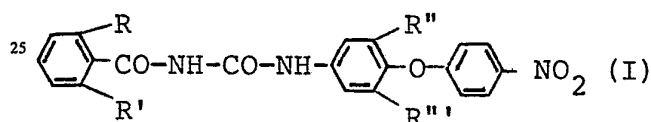
5 R'' und R''' gleich sind und für Wasserstoff oder Chlor stehen, wobei für den Fall, dass R für Chlor und R' für Wasserstoff stehen, R'' und R''' nur für Wasserstoff stehen können, als Wirkstoffkomponente in insektiziden Mitteln.

10

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung neuer Benzoylureido-nitro-diphenyläther sowie ihre Verwendung als Wirkstoffkomponente in insektiziden Mitteln.

Es ist bereits bekannt, dass bestimmte Benzoylharnstoffe, wie z. B. N-(2,6-Dichlorbenzoyl)-N'-(4-chlorphenyl- bzw. -3,4-dichlorphenyl)-harnstoff, insektizide Eigenschaften besitzen (vergleiche Deutsche Offenlegungsschrift 2 123 236).

Es wurde gefunden, dass die neuen erfindungsgemäss herstellbaren Benzoylureido-nitro-diphenyläther der Formel



in welcher

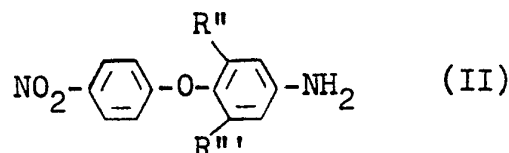
30 R und R' gleich oder voneinander verschieden sind und R für Chlor, Fluor, Methyl,

R' für Wasserstoff, Chlor und Fluor steht,

35 R'' und R''' gleich sind und für Wasserstoff oder Chlor stehen, wobei für den Fall, dass R für Chlor und R' für Wasserstoff stehen, R'' und R''' nur für Wasserstoff stehen können, starke insektizide Eigenschaften besitzen.

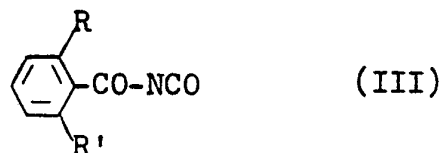
Weiterhin wurde gefunden, dass die neuen Benzoylureido-nitro-diphenyläther der Formel (I) erfindungsgemäss erhalten werden, wenn man

a) Phenoxyaniline der Formel



in welcher

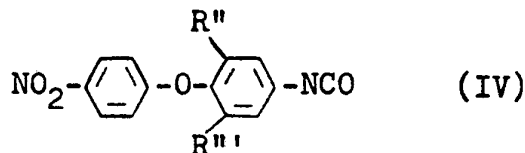
50 R'' und R''' die oben angegebene Bedeutung haben, mit Benzoylisocyanaten der Formel



in welcher

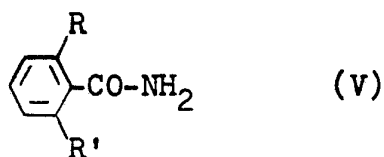
60 R und R' die oben angegebene Bedeutung haben, gegebenenfalls in Gegenwart eines Lösungsmittels, umsetzt oder

b) 4-Isocyanat-diphenyläther der Formel



in welcher

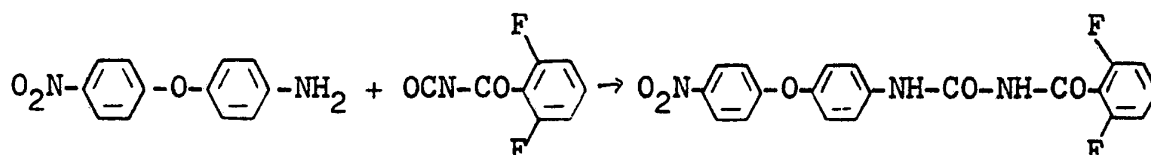
R'' und R''' die oben angegebene Bedeutung haben, mit Benzamiden der Formel



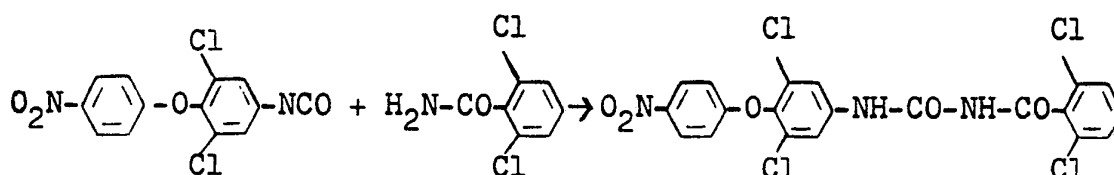
in welcher

R und R' die oben angegebene Bedeutung haben, gegebenenfalls in Gegenwart eines Lösungsmittels, umgesetzt.

a)



b)



Die zu verwendenden Ausgangsstoffe sind durch die Formeln (II) bis (V) allgemein definiert. Die als Ausgangsmaterialien zu verwendenden Benzoylisocyanate der allgemeinen Formel (III) sind aus der Literatur bekannt und können nach allgemein üblichen Verfahren hergestellt werden [vergleiche A.J. Speziale u. a. J. Org. Chem. 30 (12), S. 4306 bis 4307 (1965)]. Die Benzamide der allgemeinen Formel (V) sind aus der Literatur bekannt und können nach bekannten Methoden hergestellt werden. (Vergleiche Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie, Band 9, Seite 336.) Die Phenoxyaniline der allgemeinen Formel (II) können nach allgemeinen üblichen Verfahren beispielsweise aus Alkalinophenolaten und aromatischen Nitrohalogenverbindungen in einem Lösungsmittel, z. B. Dimethylsulfoxid, hergestellt werden (vergleiche Jürgen Schramm u. a., Justus Liebigs Annalen der Chemie 1970, 740, 169 bis 179). Die Aminogruppe kann nach allgemein üblichen Verfahren in die Isocyanat-Gruppe umgewandelt werden, z. B. durch Umsetzung mit Phosgen, wodurch die 4-Isocyanat-diphenyläther der allgemeinen Formel (IV) erhalten werden.

Als Beispiele für erfindungsgemäss umzusetzende Phenoxyaniline (II) und 4-Isocyanato-diphenyläther (IV) seien im einzelnen genannt:

4-(4'-Nitro-phenoxy)-anilin, 3,5-Dichlor-4-(4'-nitrophenoxy)-anilin, ferner 2,6-Dichlor-4-isocyanat-4'-nitro-diphenyläther und 4-Isocyanat-4'-nitro-diphenyläther.

Die Verfahren zur Herstellung der neuen Verbindungen werden bevorzugt unter Mitverwendung geeigneter Lösungs- und Verdünnungsmittel durchgeführt. Als solche kommen praktisch alle inerten organischen Solventien in Frage. 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 Benzonitril.

Die Reaktionstemperatur kann innerhalb eines grösseren Bereichs variiert werden. Im allgemeinen arbeitet man zwischen 0 und 120° C, vorzugsweise bei 70 bis 85° C.

Überraschenderweise besitzen die erfindungsgemäss erhaltenen Benzoylureido-nitro-diphenyläther eine wesentlich bessere insektizide Wirkung als die nächstliegenden aus dem Stand der Technik vorbekannten Verbindungen analoger Konstitution und gleicher Wirkungsrichtung. Die neuen Stoffe stellen somit eine echte Bereicherung der Technik dar.

Verwendet man z. B. nach Verfahren a) 4-(4'-Nitro-phenoxy)-anilin und 2,6-Difluorbenzoylisocyanat und nach Verfahren b) 3,5-Dichlor-4-(4'-nitro-phenoxy)-phenylisocyanat und 2,6-Dichlorbenzamid als Ausgangsmaterialien, so können die Reaktionsabläufe durch die folgenden Formelschemata wiedergegeben werden:

Die Umsetzung lässt man im allgemeinen bei Normaldruck ablaufen.

Zur Durchführung der Verfahren setzt man die Reaktionskomponenten vorzugsweise in äquimolaren Verhältnissen ein. Ein Überschuss der einen oder anderen Komponente bringt keine wesentlichen Vorteile.

Die bei der Verfahrensvariante b) (oben) einzusetzenden 4-Isocyanat-nitro-diphenyläther (IV) können als solche oder ohne sie zwischenzeitlich zu isolieren, in Form ihrer Reaktionsmischung, die bei der Umsetzung mit Amin und Phosgen erhalten wird, eingesetzt werden. Diese Reaktionsmischung wird gewöhnlich in einem der oben angegebenen Lösungsmittel mit den entsprechenden Benzamiden versetzt. Die Reaktion wird im allgemeinen unter den gewünschten Bedingungen durchgeführt und das sich ausscheidende Produkt kann in üblicher Weise durch Filtrieren, Waschen und eventuellem Umkristallisieren isoliert werden.

Die Verbindungen fallen in kristalliner Form mit scharfem Schmelzpunkt an.

Wie bereits mehrfach erwähnt, zeichnen sich die neuen Benzoylureido-nitro-diphenyläther durch eine hervorragende insektizide Wirksamkeit aus. Sie wirken nicht nur gegen Pflanzenschädlinge, sondern auch auf dem veterinärmedizinischen Sektor gegen tierische Parasiten (Ektoparasiten), wie parasitierende Fliegenlarven. Sie besitzen günstige Werte der Warmblüttoxizität und sind gut pflanzenverträglich.

Aus diesem Grunde können die neuen aktiven Verbindungen mit Erfolg im Pflanzenschutz gegen bissende und saugende Insekten eingesetzt werden. Sie können ferner im Veterinärsektor als Schädlingsbekämpfungsmittel gegen tierische Parasiten eingesetzt werden.

Die neuen Wirkstoffe eignen sich bei guter Pflanzenverträglichkeit und günstiger Warmblüttoxizität zur Bekämpfung aller oder einzelner einschliesslich der praeembryonalen normal sensiblen und resistenten Entwicklungsstadien von Arthropoden, soweit sie als Schädlinge bzw. Erreger von Pflanzenkrankheiten in der Landwirtschaft, in Forsten, im Vorrats- und Materialschutz sowie der Hygiene bekannt sind.

Zu den wirtschaftlich wichtigen land- und forstwirtschaftlichen sowie Vorrats-, Material- und Hygieneschädlingen gehören:

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

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 immaculata*

Aus der Ordnung der Arachnida, z. B. *Scorpio maurus*, *Latrodectus mactans*

Aus der Ordnung der Acarina, z. B. *Acarus siro*, *Argas reflexus*, *Ornithodoros moubata*, *Dermanyssus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptura oleivora*, *Boophilus microplus*, *Rhipicephalus evertsi*, *Sarcoptes scabiei*, *Tarsonemus spec.*, *Bryobia praetiosa*, *Panonychus citri*, *Panonychus ulmi*, *Tetranychus telarius*, *Tetranychus tumidus*, *Tetranychus urticae*

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*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa spec.*, *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*

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

Aus der Ordnung der Isoptera, z. B. *Reticulitermes spec.*

Aus der Ordnung der Anoplura, z. B. *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spec.*, *Pediculus humanus corporis*

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

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

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

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

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

Aus der Ordnung der Hymenoptera, z. B. *Diprion spec.*, *Hoplocampa spec.*, *Lasius spec.*, *Monomorium pharanois*, *Vespa spec.*

Aus der Ordnung der Diptera, z. B. *Aedes spec.*, *Anopheles spec.*, *Culex spec.*, *Drosophila melanogaster*, *Musca domestica*, *Fannia spec.*, *Stomoxys calcitrans*, *Hypoderma spec.*, *Bibio hortulanus*, *Oscinella frit*, *Phorbia spec.*, *Pegomyia hyoscyami*, *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia spec.*, *Chrysomyia spec.*, *Ceratitis capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*

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

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-impregnierete 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 Dispergiermitteln 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 in Frage: Aromaten, wie Xylol, Toluol, Benzol oder Alkyl-naphthaline, chlorierte Aromaten oder chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Chlorbenzole, 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; als feste Trägerstoffe: natürliche Gesteinsmehle, wie Kaoline, Tonerden, Talkum, Kreide, Quarz, Attapulgit, Montmorillonit oder Diatomeenerde und synthetische Gesteinsmehle, wie hochdisperse Kieselsäure, Aluminiumoxid und Silikate; 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 Dispergiermittel: z. B. Lignin, Sulfitaugen und Methylcellulose. Die neuen Wirkstoffe können in den Formulierungen in Mischung mit anderen bekannten Wirkstoffen vorliegen.

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

Die Wirkstoffe können als solche, in Form ihrer Formulierungen oder den daraus bereiteten Anwendungsformen angewendet werden. Die Anwendung geschieht in üblicher Weise, z. B. durch Verspritzen, Versprühen, Vernebeln, Verstäuben, Verstreuen, Verräuchern, Vergasen, Giessen, Beizen oder Inkrustieren.

Die Wirkstoffkonzentrationen in den anwendungsfertigen Zubereitungen können in grösseren Bereichen variiert werden. Im allgemeinen liegen sie zwischen 0,0001 und 10 %, vorzugsweise zwischen 0,01 und 1 %.

Die Wirkstoffe können auch mit gutem Erfolg im Ultra-Low-Volume-Verfahren (ULV) verwendet werden, wo es möglich ist, Formulierungen bis zu 95 % oder sogar den 100 %igen Wirkstoff allein auszubringen.

Beispiel A
Plutella-Test

Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Dimethylformamid

Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykoläther

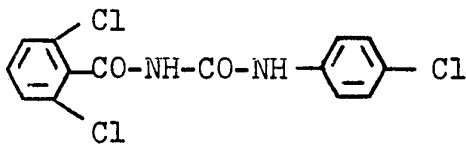
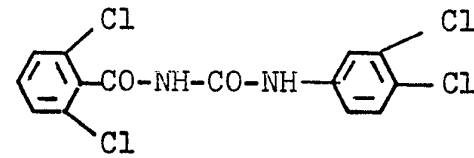
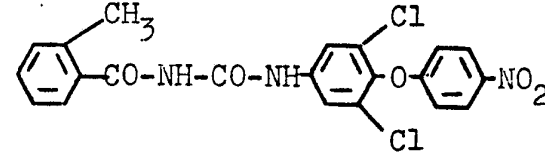
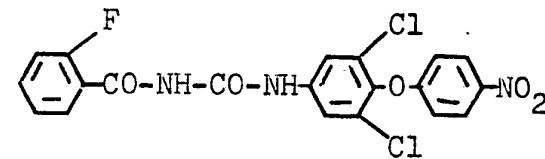
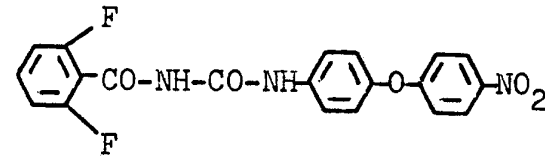
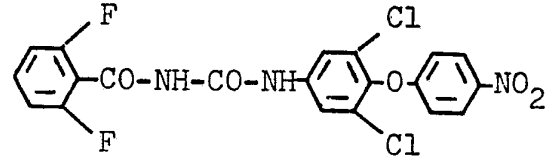
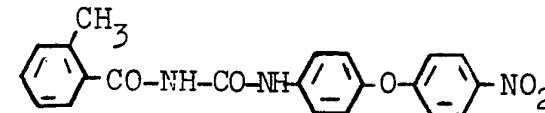
Zur Herstellung einer zweckmässigen Wirkstoffzubereitung ⁵ vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel und der angegebenen Menge Emulgator und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Mit der Wirkstoffzubereitung besprüht man Kohlblätter (*Brassica oleracea*) taufeucht und besetzt sie mit Raupen der Kohlschabe (*Plutella maculipennis*).

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

Wirkstoffe, Wirkstoffkonzentrationen, Auswertungszeiten und Resultate gehen aus der nachfolgenden Tabelle 1 hervor:

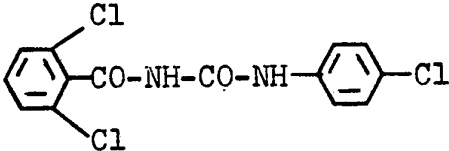
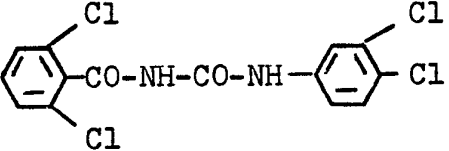
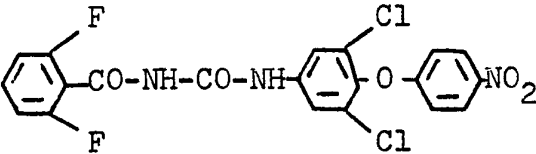
Tabelle 1
(pflanzenschädigende Insekten)
Plutella-Test

Wirkstoff	Wirkstoff- konzentration in %	Abtötungsgrad in % nach 8 Tagen
 (bekannt)	0,1 0,01	65 0
 (bekannt)	0,1 0,01 0,001	100 100 15
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100
	0,1 0,01 0,001	100 100 100

Beispiel B
Phaedon-Larven-Test
Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Dimethylformamid
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykoläther
Zur Herstellung einer zweckmässigen Wirkstoffzubereitung 5
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.
Mit der Wirkstoffzubereitung besprüht man Kohlblätter 10

(Brassica oleracea) tropfnass und besetzt sie mit Meerrettich-
blattkäfer-Larven (Phaedon cochleariae).
Nach den angegebenen Zeiten wird die Abtötung in %
bestimmt. Dabei bedeutet 100%, dass alle Käfer-Larven abge-
tötet wurden; 0% bedeutet, dass keine Käfer-Larven abgetötet
wurden.
Wirkstoffe, Wirkstoffkonzentrationen, Zeiten der Auswer-
tung und Resultate gehen aus der nachfolgenden Tabelle 2
hervor:

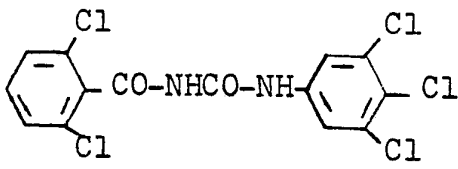
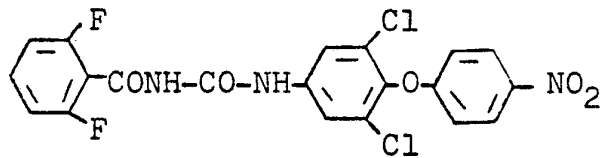
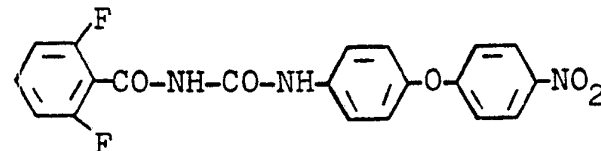
Tabelle 2
(pflanzenschädigende Insekten)
Phaedon-Larven-Test

Wirkstoffe	Wirkstoff- konzentration in %	Abtötungsgrad in % nach 3 Tagen
 (bekannt)	0,1 0,01 0,001	100 55 0
 (bekannt)	0,1 0,01 0,001	100 15 0
	0,1 0,01 0,001	100 100 80

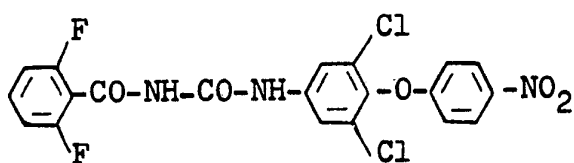
Beispiel
Test mit parasitierenden Fliegenlarven
Lösungsmittel:
35 Gewichtsteile Äthylenpolyglykolmonomethyläther
35 Gewichtsteile Nonylphenolpolyglykoläther.
Zur Herstellung einer zweckmässigen Wirkstoffzubereitung
vermischt man 30 Gewichtsteile der betreffenden aktiven
Substanz mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, das den 65
oben genannten Anteil Emulgator enthält und verdünnt das so
erhaltene Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzen-
tration.

Etwa 20 Fliegenlarven (Lucilia cuprina) werden in ein
Teströhrchen gebracht, welches etwa 2 cm³ Pferdemuskulatur
enthält. Auf dieses Pferdefleisch werden 0,5 ml der Wirkstoff-
zubereitung gebracht. Nach 24 Stunden wird der Abtötungs-
grad in % bestimmt.
Dabei bedeuten 100%, dass alle, und 0%, dass keine Lar-
ven abgetötet worden sind.
Untersuchte Wirkstoffe, angewandte Wirkstoffkonzentra-
tionen und erhaltene Versuchsergebnisse sind aus der folgen-
den Tabelle ersichtlich:

Tabelle
(Test mit parasitierenden Fliegenlarven / *Lucilia cuprina* / resistent)

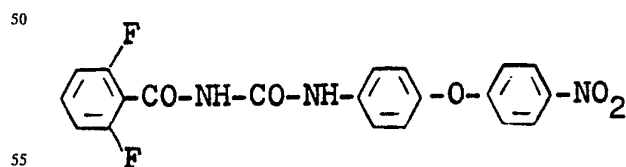
Wirkstoff	Wirkstoff- konzentration in ppm	Abtötungsgrad in %
 (bekannt)	1000	0
	1000 100	100 100
	1000 300	100 100

Herstellungsbeispiele
Beispiel 1



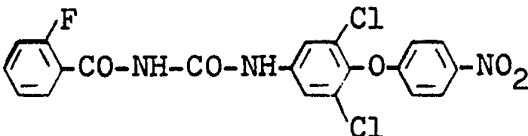
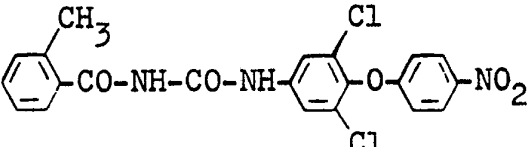
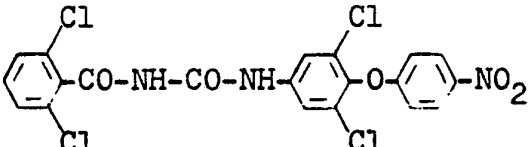
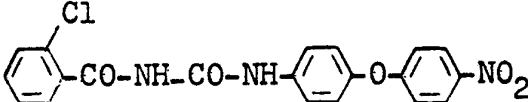
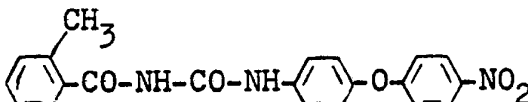
Zu 6 g (0,02 Mol) 3,5-Dichlor-4'-(4'-nitrophenoxy)-anilin in 100 cm³ Toluol tropft man bei 80°C eine Lösung von 3,7 g (0,02 Mol) 2,6-Difluorbenzoylisocyanat in 20 cm³ Toluol. Der Ansatz wird 1 Stunde bei 80°C gerührt. Nach dem Abkühlen wird das ausgefallene Produkt abgesaugt. Es wird zuerst mit Toluol und dann mit Petroläther gewaschen. Nach dem Trocknen erhält man 8 g (83% der Theorie) an analysenreinem 4-Nitro-2',6'-dichlor-4'-[N'-(2,6-difluorbenzoyl)-ureido]diphenyläther mit dem Schmelzpunkt von 226°C.

Beispiel 2



Zu einer Lösung von 11,5 g (0,05 Mol) 4-(4'-Nitro-phenoxy)-anilin in 100 cm³ Toluol und 30 cm³ Acetonitril tropft man bei 80°C eine Lösung von 9,2 g (0,05 Mol) 2,6-Difluorbenzoylisocyanat in 20 cm³ Toluol. Der Ansatz wird 1 Stunde bei 80°C gerührt. Die sich ausscheidende Substanz wird nach dem Abkühlen der Reaktionsmischung auf 20°C abgesaugt, mit Toluol und Petroläther gewaschen. Nach dem Trocknen erhält man 18 g (87% der Theorie) an 4-Nitro-4'-[N-(N'-(2,6-difluorbenzoyl)-ureido)]-diphenyläther mit dem Schmelzpunkt von 240°C.

Die folgenden Verbindungen wurden analog Beispiel 1 und 2 dargestellt:

Beispiel Nr.	Konstitution	Ausbeute (% der Theorie)	Physikalische Daten (Schmelz- punkt °C)
3		88	207
4		76	201
5		84	239
6		75	215
7		61	193