

# PATENTSCHRIFT 145 220

Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.<sup>3</sup>

(11) 145 220	(44) 03.12.80	3(51) <u>A 01 N 47/36</u> A 01 N 47/34
(21) AP A 01 N / 214 825	(22) 06.08.79	
(31) 938 723	(32) 31.08.78	(33) US

---

(71) siehe (73)  
(72) Miesel, John L., US  
(73) Eli Lilly and Company, Indianapolis, US  
(74) Patentanwaltsbüro Berlin, 1130 Berlin, Frankfurter Allee 286

---

(54) Insektizide Mittel

---

(57) Insektizide Mittel, die neben einem Träger oder Verdünnungsmittel als Wirkstoff neue Harnstoffderivate der Formel I enthalten, worin X Chlor oder Fluor und R<sup>1</sup> Chlor, Brom oder Trifluormethyl bedeuten, wie z.B. 1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-chlor-2-pyridinyl)harnstoff oder ein Säureadditionssalz davon. Die Mittel werden zur Unterdrückung von Insekten, wie z.B. Bohnenkäfer, Kartoffelkäfer, Hausfliegen, Schmeißfliegen, Küchenschaben, Kleidermotten, Erdflöhe, Bohrwürmer, Kohlmaden, Apfelwickler oder Kornbohrer, durch Anwendung auf einen Standort der Insekten verwendet. Die Verbindungen können mit den verschiedensten Hilfsstoffen, wie Wasser, organischen Flüssigkeiten, oberflächenaktiven Mitteln, inerten Feststoffen und ähnlichem zubereitet werden. Die Zubereitung kann in Form einer Flüssigkeit, eines Staubes, Granulates oder Aerosols vorliegen, die 0,1 bis 90% des Wirkstoffes enthalten sollen. - Formel I -

Anwendungsgebiet der Erfindung

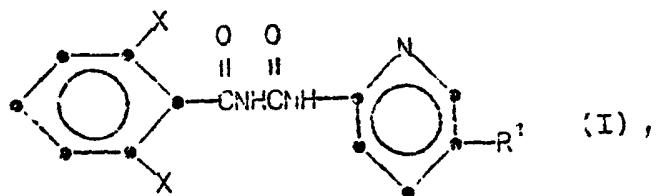
Die Erfindung bezieht sich auf insektizide Mittel, die neue Harnstoffderivate enthalten und sich zur Bekämpfung von schädlichen Insekten eignen. Im Rahmen der Erfindung liegt auch die Herstellung der genannten neuen Harnstoffderivate und ihre Verwendung zur Unterdrückung unerwünschter Insektenarten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verbindungen, die den erfindungsgemäß verwendeten Wirkstoffen nahestehen, sind in Journal of Agricultural Food Chemistry, Bd. 26, Nr. 1, S. 164 (1978) beschrieben.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Gegenstand der Erfindung sind insektizide Mittel, die als wirksamen Bestandteil 0,1 bis 90 Gewichtsprozent einer Verbindung der Formel (I)



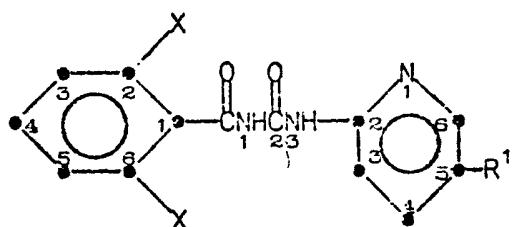
worin

X Chlor oder Fluor und

R<sup>1</sup> Chlor, Brom oder Trifluormethyl bedeuten

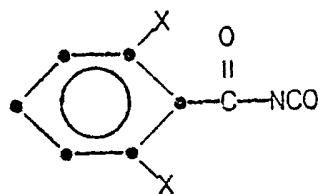
oder eines Säureadditionssalzes davon oder das N-Oxid einer Verbindung, in deren Formel I R<sup>1</sup> Brom oder Trifluormethyl bedeutet, wobei R<sup>1</sup> Trifluormethyl ist, wenn X Fluor bedeutet, in Verbindung mit wenigstens einem Träger oder Verdünnungsmittel dafür enthalten.

Im Rahmen der Beschreibung der Erfindung werden die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen als substituierte Harnstoffe bezeichnet, wobei folgende Numerierung angewandt wird:

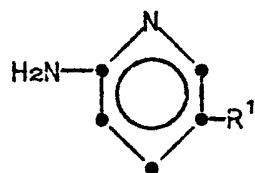


Die Verbindungen werden also als 1-(2,6-Dihalogenbenzoyl)-3-(5-R<sup>1</sup>-2-pyridinyl)harnstoffe oder als N-Oxide oder Säureadditionssalze davon bezeichnet.

Diese Verbindungen können durch Umsetzung eines 2,6-Dihalogenbenzoylisocyanats der Formel



mit einem 2-Aminopyridin der Formel



oder einem N-Oxid davon hergestellt werden. Die Umsetzung wird vorzugsweise in einem aprotischen organischen Lösungsmittel, wie Ethylacetat, Dichlorethan oder Methylenchlorid bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 100 °C, vorzugsweise bei Temperaturen zwischen 20 und 50 °C durchgeführt. Dabei werden die Reaktionsteilnehmer in äquimolaren Mengen verbraucht.

Die Säureadditonssalze können durch Umsetzung einer Base, die bei der Umsetzung des Isocyanats mit dem 2-Aminopyridin erzeugt wird, mit der entsprechenden Säure nach üblichen Arbeitsweisen hergestellt werden. Säuren mit einem pKa-Wert von 3 oder darunter sind bevorzugt, beispielsweise die Mineralsäuren Salzsäure oder Bromwasserstoffsäure.

Die als Ausgangsstoffe verwendeten 2,6-Dihalogenbenzoylisocyanate können ohne Schwierigkeiten aus den entsprechenden 2,6-Dihalogenbenzamiden, die im Handel erhältlich sind, nach den Verfahren von Speziale et al., J. Org. Chem. Bd. 27, S. 3742 (1962) und Wellinga et al., J. Agric. Food Chem. Bd. 21, S. 348 und 993 (1973) hergestellt werden. Bei diesem Verfahren wird das Benzamid mit Oxalylchlorid umgesetzt. Ein verbessertes Verfahren zur Durchführung dieser Umsetzung wird in dem weiter unten folgenden Beispiel 5 erläutert.

Die als Ausgangsmaterialien verwendete 5-Brom- und 5-Chlor-2-aminopyridine sind im Handel erhältlich. 5-(Trifluormethyl)-2-aminopyridin kann nach dem Verfahren der US-Patentschrift 3 681 369 hergestellt werden. Die N-Oxide davon werden durch das Verfahren von Deady, Synthetic Communications 7(8), 509-514 (1977) hergestellt. Das erhaltene 2-Aminopyridin-N-oxid wird dann nach der oben beschriebenen Arbeitsweise mit einem 2,6-Dihalogenbenzoylisocyanat umgesetzt, wodurch das N-Oxid des Endprodukts erhalten wird.

#### Ausführungsbeispiele

Durch die folgenden Beispiele wird die Erfindung weiter erläutert.

#### B e i s p i e l 1

##### 1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-chlor-2-pyridinyl)harnstoff

2,2 g (0,01 mol) 2,6-Dichlorbenzoylisocyanat und 1,3 g (0,01 mol) 5-Chlor-2-aminopyridin werden bei Zimmertemperatur in etwa 50 ml Ethylacetat vermischt, und das Reaktionsgemisch wird über Nacht (etwa 18 Stunden) bei Zimmertemperatur gerührt. Nach Verdampfen des Lösungsmittels wird Wasser zugegeben, und das Produkt wird mit Ethylacetat extrahiert. Das Ethylacetat wird verdampft, und das Produkt wird aus Ethanol umkristallisiert; F. = 211 bis 215 °C.

##### Elementaranalyse:

berechnet: C 45,31; H 2,34; N 12,19;

gefunden: C 45,12; H 2,64; N 12,36.

B e i s p i e l 2

1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-brom-2-pyridinyl)harnstoff

2,16 g (0,01 mol) 2,6-Dichlorbenzoylisocyanat und 1,73 g (0,01 mol) 5-Brom-2-aminopyridin werden in 50 ml Ethylacetat bei Zimmertemperatur vermischt. Das Reaktionsgemisch wird 4 Stunden bei Zimmertemperatur gerührt, wo bei das Produkt ausfällt. Es wird abfiltriert und aus Ethanol umkristallisiert; F. = 228 bis 230 °C; Ausbeute 2,0 g.

Elementaranalyse:

berechnet: C 40,14; H 2,07; N 10,80;  
gefunden: C 39,95; H 1,94; N 10,60.

B e i s p i e l 3

1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-(trifluormethyl)-2-pyridinyl)-harnstoff

1,1 g (0,005 mol) 2,6-Dichlorbenzoylisocyanat und 800 mg (0,005 mol) 5-(Trifluormethyl)-2-aminopyridin werden bei Zimmertemperatur in 50 ml Ethylacetat vermischt und über Nacht (etwa 18 Stunden) bei Zimmertemperatur gerührt. Nach Verdampfen des Lösungsmittels wird das Produkt aus Ethanol umkristallisiert; F. = 228 bis 230 °C, Ausbeute 200 mg.

Elementaranalyse:

berechnet: C 44,47; H 2,13; N 11,11;  
gefunden: C 44,42; H 2,19; N 11,18.

B e i s p i e l 4

1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-chlor-2-pyridinyl)harnstoff

450 g (3,5 mol) 5-Chlor-2-aminopyridin und 5000 ml 1,2-Dichlorethan werden zu einer Aufschämmung verarbeitet. Der Kolben wird mit Stickstoff gespült und in einem Kaltwasserbad auf eine Temperatur von 20 °C gebracht. Innerhalb von 1 Stunde werden tropfenweise 912 g (4,2 mol) 2,6-Dichlorbenzoylisocyanat zugegeben, wobei die Temperatur bei 30 °C gehalten wird. Nach 10 Minuten langem Rühren des Reaktionsgemisches wird das kalte Wasserbad entfernt und durch ein Bad mit Wasser aus der Warmwasserleitung (etwa 55 °C) ersetzt. Die Kolbentemperatur steigt auf 42 °C und wird 30 Minuten bei 40 °C gehalten. Die Dünnschichtchromatographie (TLC) ergibt, daß sich das gesamte Ausgangsmaterial umgesetzt hat. Das Lösungsmittel wird auf einem Rotationsverdampfer entfernt, und der feste Rückstand wird in 1 l Methanol aufgeschämmt, gekühlt und filtriert. Die Ausbeute beträgt 1177 g Substanz vom F. = 219 bis 222 °C. Die Identität des Produkts wird durch NMR und IR bestätigt.

B e i s p i e l 5

2,6-Dichlorbenzoylisocyanat

In einen 1 l-Kolben werden unter Spülen mit Stickstoff 125 g (0,64 mol) trockenes 2,6-Dichlorbenzamid und 300 ml trockenes Toluol eingeführt. Innerhalb von 15 Minuten werden unter weiterem Spülen mit Stickstoff 100 g (0,79 mol) Oxalylchlorid bei Zimmertemperatur unter Rühren zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird auf 55 °C erwärmt und über Nacht (etwa 18 Stunden) bei 55 °C gerührt.

Dann wird das Reaktionsgemisch 2 Stunden zum Sieden unter Rückfluß (111 °C) erwärmt. Das Lösungsmittel wird im Vakuum entfernt, und das Produkt wird bei einer Kolbentemperatur von 134 bis 135 °C und einer Dampftemperatur von 131 bis 132 °C bei 13 mm Hg abdestilliert. Die Ausbeute beträgt 127,5 g (92,5 %).

B e i s p i e l 6

1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-brom-2-pyridinyl)harnstoff-N-oxid

0,37 g 5-Brom-2-aminopyridin-N-oxid werden in 25 ml Acetonitril teilweise gelöst und unter Stickstoff bei Zimmertemperatur mit 0,5 g 2,6-Dichlorbenzoylisocyanat versetzt. Das Reaktionsgemisch wird über Nacht (etwa 18 Stunden) gerührt, und das Produkt fällt aus. Es wird abfiltriert und ergibt eine Ausbeute von 280 mg Substanz vom F. = 230 bis 235 °C.

berechnet: C 38,55; H 1,99; N 10,37;  
gefunden: C 38,82; H 1,98; N 10,62.

B e i s p i e l 7

1-(2,6-Difluorbenzoyl)-3-(5-(trifluormethyl)-2-pyridinyl)-harnstoff

0,7 g 5-Trifluormethyl-2-aminopyridin werden in Acetonitril gelöst und unter Stickstoff bei Zimmertemperatur mit 0,85 g 2,6-Difluorbenzoylisocyanat versetzt. Es fällt sofort ein Niederschlag aus, und nach dreistündigem Rühren wird der Feststoff abfiltriert und mit Acetonitril gewaschen. Die Ausbeute beträgt 1,0 g, F. = 215 bis 220 °C.

berechnet: C 48,71; H 2,34; N 12,17;  
gefunden: C 48,90; H 2,39; N 12,37.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlichen Verbindungen eignen sich zur Bekämpfung von Insekten verschiedener Ordnungen, beispielsweise Coleoptera, wie Mexikanischer Bohnenkäfer, Baumwollkapselkäfer, Maiswurzelwürmer, Getreideblattkäfer, Erdflöhe, Borrwürmer, Colorado-Kartoffelkäfer, Getreidekäfer, Alfalfa-Kapselkäfer, Teppichkäfer, Mehlwürmer, Pulverstangenkäfer, Drahtwürmer, Reiskapselkäfer, Rosenkäfer, Pflaumenrüsselkäfer, weiße Käferraupen; Diptera, wie Hausfliegen, Gelbfiebermoskito, Stallfliegen, Kornfliegen, Schmeißfliegen, Kohlmaden, Karottenrostfliegen; Lepidoptera, wie Heerwürmer, Apfelwickler, Eulenfalter-raupen, Kleidermotten, Indische Mehlmotten, Blattwickler, Maisohrwürmer, Europäische Kornbohrer, Kohlwürmer, Kohlhüpfer, Baumwollkapselwürmer, Sackträger-raupen, östliche Zeltraupen, Rasenwebwürmer, Herbstheerwürmer, und Orthoptera, wie Deutsche Küchenschaben und Amerikanische Küchenschaben.

Die erfindungsgemäß erhältlichen Verbindungen eignen sich ferner zur Bekämpfung anderer Insekten, wie der gemeinen Rinderfliege, der Gesichtsfliege, von Moskitos, Fichtenwürmern, Kapselkäfern, Bremsen, Tabakkeimwürmern, Heerwürmern einschließlich Wurzelheerwürmer und gelbgestreifte Heerwürmer, Südwestmaiswürmer, Kartoffelblatthüpfer, kleiner Maisstengelbohrer, Grashüpfer, Baumwollflohhüpfer, Weizenstengelsägefliege, Pferdefliege, Spannerraupen, Maden, Samtbohnenraupen, Pecanorüsselkäfer, Weißrandkäfer, Pecannußschalenbohrer, rosa Kapselwurm, Dämmerkäfer, Hickory-Schälwürmer, Walnußraupen, Tabakhornwürmer, Springer, Ägyptische Baumwollblattwürmer, Schaben, Grünklee-würmer, Alfalfa-raupen, Maisblattkäfer, Blattbohrfliegen, Diamantrückenmotten,

Rothalserdnußwürmer, Stengelbohrer, Zigarettenkäfer, Sonnenblumenmotten, Tomatennadelwürmer, Orientalische Fruchtmotten, Pfirsichbaumbohrer, Melonenfliegen, importierte Kohlwürmer, kleine Pfirsichbaumbohrer, Rebwurzelbohrer, schwarze Fliegen, Pfeffermaden, dreigestreifte Blasenkäfer, Sonnenblumenkäfer, Nasendassel- fliegen, Weinbeerenmotten, Schaflausfliegen und Blattwickler.

Es wird angenommen, daß die erfindungsgemäß erhältlichen Verbindungen durch Störung des Ablaufs der Metamorphose von Insekten wirken, wodurch der Tod der Insekten hervorgerufen wird. Ferner wird angenommen, daß Aufnahme durch die Insekten nötig ist, um dies einzuleiten. Das Absterben eines bestimmten Insekts kann sich bis zum Erreichen einer bestimmten Stufe der Metamorphose hinziehen, doch besteht das Ergebnis dieser Wirksamkeit in der Bekämpfung und Unterdrückung von Insekten.

Bei der Bekämpfung und Unterdrückung von Insekten mit Hilfe der erfindungsgemäß erhältlichen Verbindungen wird eine wirksame Menge einer solchen Verbindung auf einen Standort der Insekten angewandt. Hierbei kann es sich um jeden beliebigen Ort handeln, wo die zu bekämpfenden Insekten vorkommen, zum Beispiel Erde, Luft, Wasser, Nahrungsmittel, Vegetation, Dünger, inerte Gegenstände und Lagergut, wie Getreide. Die erfindungsgemäß erhältlichen Verbindungen werden üblicherweise beispielsweise durch Sprühen auf den Standort in Mengen von 0,001 bis 11 kg/ha angewandt, was von der Art des Standorts, der Art und Schwere des Insektenbefalls und dergleichen abhängt. Vorzugsweise werden die Verbindungen in Mengen von 0,1 bis 1,1 kg/ha angewandt.

Aus Gründen der Zweckmäßigkeit bei der Anwendung werden die Verbindungen gemäß der Erfindung vorzugsweise in Form von Zubereitungen gebraucht. Die Verbindungen können mit den verschiedensten Hilfsstoffen, wie Wasser, organischen Flüssigkeiten, oberflächenaktiven Mitteln, inerten Feststoffen und ähnlichem zubereitet werden. Zu geeigneten oberflächenaktiven Mitteln gehören anionische Mittel, wie Natriumlaurylsulfat und Natriumdodecylbenzolsulfonat, und nichtionische Mittel, wie Polyethylenglykol-p-nonylphenylether. Häufig ist es zweckmäßig, Mischungen zu verwenden. Die Zubereitung kann in Form einer Flüssigkeit, eines Staubs, Granulats oder Aerosols vorliegen, die 0,1 bis 90 % des Wirkstoffs enthalten sollen. Sie kann konzentriert sein, wie bei Zubereitungen mit verzögerter Freisetzung oder Zubereitungen, die vor der Anwendung auf den Standort der Insekten mit Wasser verdünnt werden sollen. Die Art der Herstellung solcher Zubereitungen ist allgemein bekannt, und die bekannten Maßnahmen können auch hier angewandt werden.

Die Konzentration des Wirkstoffs in solchen insektiziden Zubereitungen richtet sich in üblicher Weise wie bekannt nach der Art der jeweils verwendeten Zubereitung. Die oben beschriebenen konzentrierten Zubereitungen werden vor der Anwendung auf den Insektenstandort mit Wasser oder in bestimmten Fällen Kerosin verdünnt, wobei die Konzentrationen solcher verdünnten Zubereitungen in der Regel zwischen etwa 0,1 und 1000 ppm liegen.

Die insektizide Wirksamkeit der erfindungsgemäß erhaltenen Verbindungen wurde durch Prüfen der Wirkung von

Zubereitungen der Verbindungen gegen Heerwurmlarven (*Spodoptera eridania*) ermittelt. Diese Insekten gehören zu der Ordnung Lepidoptera und sind jährlich für Schäden in Millionenhöhe verantwortlich. Die Zubereitungen wurden auf das Blattwerk der Pflanzen aufgebracht, das den Larven zum Fressen überlassen wurde. Die Verbindungen wurden in mehreren Konzentrationen von 1000 bis 1 ppm geprüft.

Jede zu prüfende Verbindung wurde durch Lösen von 10 mg der Verbindung in 1 ml eines Lösungsmittels zubereitet, das 23 g Toximul R und 13 g Toximul S in 1 l einer Mischung aus gleichen Teilen wasserfreiem Ethanol und Aceton enthält. Bei Toximul R und Toximul S handelt es sich um eine nichtionische Sulfonatmischung, die von Stepan Chemical Company, Northfield, Illinois, V.St.A., hergestellt wird. Dann wird Wasser in der Menge zugegeben, daß 10 ml Lösung mit einer Konzentration von 1000 Teilen der Verbindung je Million erhalten werden. Stattdessen können aber auch 11 mg Verbindung zur Herstellung von 11 ml Lösung eingesetzt werden, wovon 10 ml als Behandlungslösung mit einer Konzentration von 1000 ppm eingesetzt werden, und der verbliebene 1 ml mit Wasser zur Erzielung einer Behandlungslösung mit einem Gehalt von 100 ppm weiter verdünnt wird. Zubereitungen der Verbindungen mit geringeren Konzentrationen werden in der gleichen Weise unter Verwendung des gleichen Lösungsmittels hergestellt.

Jede Lösung der Testverbindungen wurde auf zwei etwa 10 cm<sup>2</sup> messende Töpfe mit Bohnenpflanzen, und zwar mit jeweils 6 bis 10 Pflanzen aufgesprüht. Die Pflanzen wurden trocknen gelassen und dann wurden 12 Blätter entfernt und die Schnittenden in mit Wasser getränk- te Watte eingebracht. Die Blätter wurden auf sechs 100 x 20 mm Kunststoffpetrischalen verteilt. Fünf Heerwurmlarven der zweiten und dritten Erscheinungsform (*Spodoptera eridania*) werden in jede von drei Schalen

eingebracht. Dann werden die Schalen in einen Raum mit einer Temperatur von etwa 25 °C und etwa 51 % relativer Feuchtigkeit gestellt und 4 Tage dort belassen, worauf die erste Bewertung der Wirkungen der Prüfverbindungen vorgenommen wird. Nach dieser Bewertung werden zwei frische Blätter aus den ursprünglich behandelten Töpfen in jede Schale eingebracht. Die Schalen werden wiederum in den Raum mit eingestellter Temperatur und Feuchtigkeit gestellt und weitere drei Tage dort belassen, bis die letzte Bewertung nach sieben Tagen vorgenommen wird.

Die insektizide Wirkung wurde durch Zählen der lebenden Larven jeder Species ermittelt und wird entsprechend dem folgenden Bewertungscode angegeben:

0 = alle Larven leben

1 = die Hälfte oder mehr als die Hälfte der Larven leben

2 = weniger als die Hälfte der Larven leben

3 = alle Larven sind tot

Die Ergebnisse dieser Prüfung sind in Tabelle 1 zusammengestellt. In Spalte 1 dieser Tabelle ist die Verbindung durch die Zahl des Herstellungsbeispiels identifiziert. In Spalte 2 sind die Konzentrationen der Prüfverbindung in der Zubereitung angegeben, und in den Spalten 3 bis 6 erscheinen die Bewertungen der Wirkung gegen die verwendete Insektenart nach 4 und 7 Tagen.

T a b e l l e 1

<u>Beispiel</u>	<u>Anwendungsverhältnis</u> ppm	<u>bekämpftes Insekt</u>	
		<u>Heerwurm</u> 4 Tage	<u>7 Tage</u>
1	1000	3	3
2	1000	3	3
2	100	3	3
3	1000	3	3
6	1000	3	3
6	100	2	3
7	1000	3	3
7	100	2	2

Viele der erfindungsgemäß erhältlichen Verbindungen wurden gleichfalls nach der oben beschriebenen Arbeitsweise, aber in geringeren Konzentrationen geprüft. Bei diesen Prüfungen wurde die prozentuale Bekämpfung durch Zählen der lebenden Larven je Schale und Anwendung der Abbott-Formel / W. W. Abbott, "A Method of Computing the Effectiveness of an Insecticide", J. Econ. Entomol. Bd. 18, S. 265-267 (1925)/ bestimmt:

$$\text{Prozentuale Bekämpfung} = \frac{\text{Zahl der Überlebenden der Kontrolle} - \text{Zahl der Überlebenden der Behandlung} \times 100}{\text{Zahl der Überlebenden der Kontrolle}}$$

Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 2 zusammengestellt.

T a b e l l e 2

Beispiel	Anwendungsverhältnis ppm	Prozentuale Bekämpfung, Heerwurm	
		4 Tage	7 Tage
1	1,0	0	7
	2,5	13	93
	5,0	33	93
	10,0	67	100
	100,0	93	100
2	10	93	100
	25	93	100
	50	100	100
	100	100	100
2	1,0	0	20
	2,5	47	93
	5,0	86	100
	10,0	100	100

T a b e l l e 2 (Fortsetzung)

<u>Beispiel</u>	<u>Anwendungsverhältnis</u> ppm	prozentuale Bekämpfung,		
		<u>Heerwurm</u>	<u>4 Tage</u>	<u>7 Tage</u>
3	25	100	100	100
	50	100	100	100
	100	100	100	100
3	2,5	66	86	
	5,0	100	100	
	10,0	100	100	
	20	100	100	

B e i s p i e l 8

Im folgenden wird die Herstellung eines benetzbaren Pulvers unter Verwendung einer erfundungsgemäß erhältlichen Verbindung veranschaulicht.

	<u>Gewichtsprozent</u>
Wirkstoff <sup>1</sup>	50
Netzmittel <sup>2</sup>	5
Dispergiermittel <sup>3</sup>	5
Verbacken verhinderndes Mittel <sup>4</sup>	5
Ton zur Verdünnung <sup>5</sup>	<u>35</u>
	100

<sup>1</sup> beliebige Verbindung der Formel (I)

<sup>2</sup> DUPANOL ME - Natriumlaurylsulfat

<sup>3</sup> POLYFON O - Ligninsulfonat

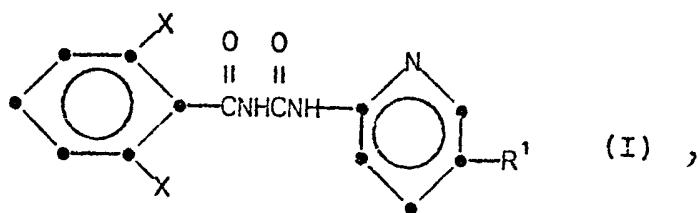
<sup>4</sup> ZEOLEX 7 - Siliciumdioxid

<sup>5</sup> BARDEN'S CLAY

Wirkstoff und Träger werden in einem Bandmischer mit- einander vermischt und dann in einer Hammermühle auf geringere Teilchengröße gebracht und weiter vermischt. Die so erhaltene Mischung wird dann in einer Fluidenergiemühle weiter vermahlen, mit der eine Teilchengröße zwischen 5 und 15 Mikron erhalten wird.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Insektizide Mittel, die als wirksamen Bestandteil 0,1 bis 90 Gewichtsprozent einer Verbindung der Formel (I)



worin

X Chlor oder Fluor und

$R^1$  Chlor, Brom oder Trifluormethyl bedeuten

oder eines Säureadditionssalzes davon oder des N-Oxids einer Verbindung, in deren Formel I  $R^1$  Brom oder Trifluormethyl bedeutet, wobei  $R^1$  Trifluormethyl ist, wenn X Fluor bedeutet, in Verbindung mit wenigstens einem Träger oder Verdünnungsmittel dafür enthalten.

2. Insektizides Mittel nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß es als Verbindung der Formel (I) 1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-chlor-2-pyridinyl)harnstoff oder ein Säureadditions-salz davon enthält.

3. Insektizides Mittel nach Punkt 1, da durch gekennzeichnet, daß es als Verbindung der Formel (I) 1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-brom-2-pyridinyl)harnstoff oder ein Säureadditions-salz davon enthält.

4. Insektizides Mittel nach Punkt 1, da durch gekennzeichnet, daß es als Verbindung der Formel (I) 1-(2,6-Dichlorbenzoyl)-3-(5-trifluormethyl)-2-pyridinyl)harnstoff oder ein Säure-additionssalz davon enthält.

5. Insektizides Mittel nach Punkt 1, da durch gekennzeichnet, daß es als Verbindung der Formel (I) 1-(2,6-Difluorbenzoyl)-3-(5-(trifluormethyl)-2-pyridinyl)harnstoff oder ein Säure-additionssalz davon enthält.

6. Verwendung einer in den Punkten 1 bis 5 definierten Verbindung der Formel (I) zur Unterdrückung von Insekten durch Anwendung auf einen Standort der Insekten.