



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

241125

(11) (B2)

/22/ Přihlášeno 18 06 81
/21/ PV 7356-82

/32/ /31/ /33/ Právo přednosti od 21 06 80
/P 30 23 328.4/ Německá spolková republika

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 319/20

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 15 12 87

(72) Autor vynálezu

SIRRENBURG WILHELM dr., SPROCKHOEVEL; MARHOLD ALBRECHT dr., LEVERKUSEN;
HAMMANN INGEBORG dr.; KREHAN INGOMAR dr., KOELN;
STENDEL WILHELM dr., WUPPERTAL /NSR/

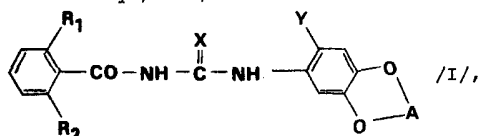
(73) Majitel patentu

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT, LEVERKUSEN /NSR/

(54) Způsob výroby substituovaných

N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoyl(thio)močovín

Způsob výroby N-fluoralkylendioxyfenyl-
N'-benzoyl/thio/močovin obecného vzorce I



ve kterém

- R¹ znamená atom fluoru, chloru, bromu či jodu, nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
R² představuje atom vodíku, fluoru, chloru, bromu nebo jodu,
X znamená kyslík nebo síru,
Y představuje atom vodíku, atom chloru, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo trifluormetylovou skupinu a
A znamená alkylenovou skupinu obsahující do 2 atomů uhlíku, substituovanou fluorem a popřípadě chlorem.

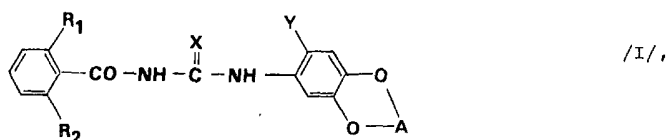
vyznačující se tím, že se substituované benzamidy obecného vzorce nechají reagovat s fluoralkylendioxyfenylis/thio/kyanáty.

Vyráběné sloučeniny je možno používat jako prostředky k potírání škůdců, zejména jako insekticidy.

Vynález se týká způsobu výroby nových N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoyl/thio/močovin, které je možno používat jako prostředky k potírání škůdců, zejména jako insekticidy.

Je již známo, že určité benzoylmočoviny, jako například N-/4-chlorfenyl/-N'-/2,6-difluor-difluorbenzoyl/močovina, N-/4-trifluormetoxifenyl/-N'-/2-chlorbenzoyl/močovina a N-/2,2,4,4,-tetrafluor-1,3-benzodioxin-6-yl/-N'-/2-chlorbenzoyl/močovina, mají insekticidní vlastnosti /viz DOS č. 2 123 236, 2 601 780 a 2 637 947/.

Předmětem vynálezu je způsob výroby nových substituovaných N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoyl/thio/močovin obecného vzorce I



ve kterém

- R¹ znamená atom fluoru, chloru, bromu, či jodu, nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
 R² představuje atom vodíku, fluoru, chloru, bromu nebo jodu,
 X znamená kyslík nebo síru,
 Y představuje atom vodíku, atom chloru, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo trifluormetylovou skupinu a
 A znamená alkenylovou skupinu obsahující do 2 atomů uhlíku, substituovanou fluorem a popřípadě chlorem,
 vyznačující se tím, že se substituované benzamidy obecného vzorce IV



ve kterém

- R¹ a R² mají shora uvedený význam,
 nechají reagovat s fluoalkylendioxyfenyliso/thio/kyanáty obecného vzorce V



ve kterém

- X, Y a A mají shora uvedený význam,
 popřípadě v přítomnosti ředidla.

Nové sloučeniny obecného vzorce I mají vlastnosti umožňující jejich použití jako činidel k potírání škůdců. Tyto sloučeniny se vyznačují zejména vynikající insekticidní účinností.

N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoylmočoviny podle vynálezu překvapivě vykazují značně vyšší insekticidní účinek než sloučeniny známé z dosavadního stavu techniky.

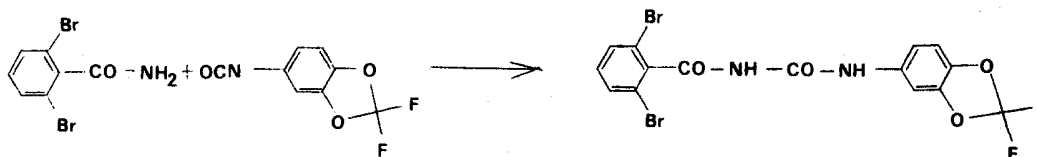
Alkylovou skupinou ve významu symbolů R¹ a Y je s výhodou přímá nebo rozvětvená alkylová skupina obsahující 1 až 3 atomy uhlíku. Jako příklady těchto skupin lze uvést skupinu metylovou, etylovou, n- a isopropylovou. Výhodné jsou skupina metylová a etylová, zejména metylová.

Alkylenová skupina ve významu symbolu A je substituována 1 až 4, s výhodou 2 nebo 3 atomy fluoru a popřípadě ještě výhodně 1 nebo 2, zejména 1 atomem chloru.

V souladu s výhodným provedením způsobu podle vynálezu se vyrábějí sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce I, ve kterém

- R¹ znamená atom fluoru, chloru či bromu nebo metylovou skupinu,
- R² představuje atom vodíku, fluoru nebo chloru,
- X znamená kyslík nebo síru,
- Y představuje atom vodíku, atom chloru, metylovou nebo trifluormetylovou skupinu a
- A znamená difluormetylenovou nebo etylenovou skupinu, substituovanou 3 nebo 4 atomy fluoru nebo 3 atomy fluoru a 1 atomem chloridu.

Použijí-li se jako výchozí látky při práci způsobem podle vynálezu 2,6-dibrombenzamid a 3,4-/difluormetylendioxy/fenylisokyanát, je možno průběh reakce popsat následujícím reakčním schématem:



Amidy benzoových kyselin obecného vzorce IV, používané jako výchozí látky, jsou známé nebo je lze připravit známým způsobem běžnými metodami /viz například J. Org. Chem. 30, /1965/, 4306-4307 a DAS č. 1 215 144/.

Jako další výchozí látky používané fluoralkylendioxyfenyliso/thio/kyanáty obecného vzorce V jsou rovněž známé nebo je lze připravit známými postupy za použití obvyklých metod /viz DOS č. 2 848 531/.

Způsob výroby nových N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoyl/thio/močovin podle vynálezu se s výhodou provádí za použití ředidel.

Jako ředidla přicházejí v úvahu prakticky všechna inertní organická rozpouštědla, k nimž náleží zejména alifatické a aromatické, popřípadě halogenové uhlovodíky, jako pentan, hexan, heptan, cyklohexan, petroleter, benzin, ligroin, benzen, toluen, xylen, metylenchlorid, etylenchlorid, chloroform, tetrachlormetan, chlorbenzen a o-dichlorbenzen, étery, jako dietyléter, dibutyléter, dimetyléter glykolu a dimetyléter diglykolu, tetrahydrofuran a di-oxan, ketony, jako aceton, metyletylketon, metylisopropylketon a metylisobutylketon, estery, jako metylacetát a etylacetát, nitrily, jako acetonitril a propionitril, amidy, jako například dimetylformamid, dimethylacetamid a N-metylpyrrolidon, jakož i dimetylsulfoxid, tetrametylenulfon a hexametylfosfortriamid.

Reakční teplota se může pohybovat v širokých mezích. Obecně se pracuje při teplotě mezi 20 a 180 °C, s výhodou při teplotě 60 až 120 °C. Reakce podle vynálezu se obecně provádí za normálního tlaku.

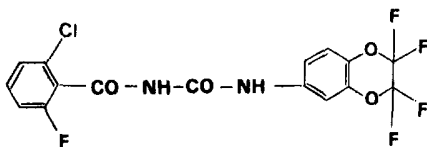
K práci způsobem podle vynálezu se výchozí látky obecně nasazují v ekvimolárních množstvích. Nadbytek některé z reakčních komponent nepřináší žádné podstatnější výhody. Reakce se obecně provádí v některém z vhodných ředidel a reakční směs se několik hodin míchá při vhodné reakční teplotě. Reakční směs se pak nechá zchladnout a v případě, že výsledný produkt je v použitém rozpouštědle těžko rozpustný, se tento vykrystalovaný produkt odsaje. Jinak se izolace a případné čištění reakčního produktu provádí obvyklými metodami, například odparením rozpouštědla /popřípadě za sníženého tlaku/. K charakterizaci finálních sloučenin slouží teplota tání.

Jak již bylo uvedeno výše, je možno sloučeniny obecného vzorce I používat jako činidla k potírání škůdců, zejména hmyzu.

Detailní popis tohoto použití shora uvedených sloučenin, včetně popisu příslušných prostředků, testů účinnosti apod., je uveden v našem souvisejícím československém patentním spisu č. 226 430.

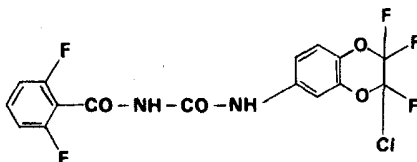
Vynález ilustrují následující příklady provedení, jimiž se však rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

P ř í k l a d 1



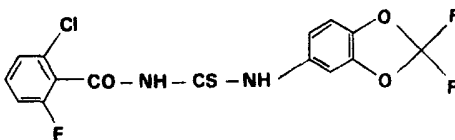
K roztoku 5,22 g /0,03 mol/ 2-chlor-6-fluorbenzamidu v 80 ml toluenu, zahřátém na 100 °C, se přidá 6,93 g /0,03 mol/ 6-isokyanato-2,2,3-trifluor-1,4-benzodioxinu a reakční směs se 28 hodin míchá při teplotě 100 °C. Ochlazením na teplotu místnosti se vyloučí pevná látka, která se odsaje a vysuší. Produkt taje při 194 °C a rezultuje ve výtěžku 7,5 g /61,5 % teorie/.

P ř í k l a d 2



Shora uvedená sloučenina se připraví postupem podle příkladu 1. Produkt taje při 197 °C.

P ř í k l a d 3

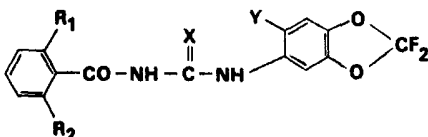


Shora uvedená sloučenina se připraví postupem podle příkladu 1. Produkt taje při 174 °C.

Analogickým pracovním postupem jako v příkladu 1 se připraví rovněž sloučeniny uvedené v ní v následujících tabulkách:

T a b u l k a I

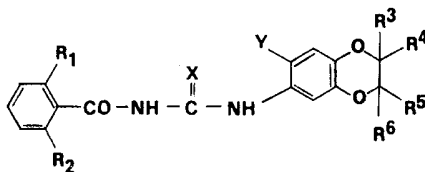
sloučeniny obecného vzorce Ia



/Ia/

produkt číslo	R ¹	R ²	Y	X	teplota tání /°C/
4	H	H	H	O	217
5	F	H	H	O	167
6	Cl	H	H	O	202
7	Br	H	H	O	201
8	J	H	H	O	196
9	CH ₃	H	H	O	200
10	Cl	Cl	H	O	205
11	Cl	F	H	O	221
12	F	F	H	O	220
13	Cl	H	CF ₃	O	156
14	Cl	F	CF ₃	O	190
15	F	F	CF ₃	O	181
16	Cl	H	Cl	O	215
17	Br	H	Cl	O	213
18	Cl	Cl	Cl	O	265
19	Cl	F	Cl	O	247
20	F	F	Cl	O	228
21	Cl	H	H	S	158
22	Cl	H	CF ₃	S	172
23	Cl	H	Cl	S	133
24	Cl	Cl	Cl	S	197
25	Cl	F	Cl	S	174
26	F	F	Cl	S	156
27	F	F	H	S	

T a b u l k a II



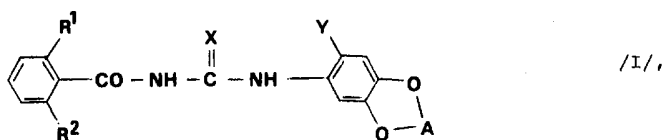
/Ib/

příklad číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	Y	X	teplota tání /°C/
28	Cl	H	F	F	H	H	H	O	183
29	Br	H	F	F	H	H	H	O	177
30	Cl	Cl	F	F	H	H	H	O	227
31	Cl	F	F	F	H	H	H	O	201
32	F	F	F	F	H	H	H	O	214
33	Cl	H	F	F	F	H	H	O	186
34	Br	H	F	F	F	H	H	O	170
35	Cl	F	F	F	F	H	H	O	198
36	Cl	H	F	F	F	Cl	H	O	184
37	Br	H	F	F	F	Cl	H	O	183
38	CH ₃	H	F	F	F	Cl	H	O	164
39	Cl	Cl	F	F	F	Cl	H	O	210
40	F	H	F	H	F	F	CH ₃	O	203
41	Cl	H	F	H	F	F	CH ₃	O	148
42	Cl	Cl	F	H	F	F	CH ₃	O	215
43	Cl	F	F	H	F	F	CH ₃	O	169
44	F	F	F	H	F	F	CH ₃	O	198

příklad číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	Y	X	teplota tání /°C/
45	F	H	F	H	F	F	Cl	O	168
46	Br	H	F	H	F	F	Cl	O	180
47	CH ₃	H	F	H	F	F	Cl	O	187
48	Cl	Cl	F	H	F	F	Cl	O	231
49	F	F	F	H	F	F	Cl	O	206
50	Cl	H	F	F	H	H	H	S	128
51	Cl	Cl	F	F	H	H	H	S	189
52	Cl	F	F	F	H	H	H	S	158
53	F	F	F	F	H	H	H	S	137
54	Cl	H	F	F	F	H	H	S	116
55	Cl	Cl	F	F	F	H	H	S	158
56	Cl	F	F	F	F	H	H	S	146
57	Cl	H	F	F	F	Cl	H	S	148
58	Cl	F	F	F	F	Cl	H	S	193
59	F	F	F	F	F	Cl	H	S	175
60	Cl	H	F	H	F	F	CH ₃	S	173
61	Cl	F	F	H	F	F	CH ₃	S	205
62	Cl	Cl	F	H	F	F	Cl	S	202
63	F	F	F	H	F	F	Cl	S	186

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby N-fluoralkylendioxyfenyl-N'-benzoyl/thio/močovin obecného vzorce I



ve kterém

R¹ znamená atom fluoru, chloru, bromu či jodu, nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R² představuje atom vodíku, fluoru, chloru, bromu nebo jodu,

X znamená kyslík nebo síru,

Y představuje atom vodíku, atom chloru, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo trifluormetylovou skupinu a

A znamená alkylenovou skupinu obsahující do 2 atomů uhlíku, substituovanou fluorem a popřípadě chlorem,

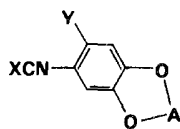
vyznačující se tím, že se substituované benzamidy obecného vzorce IV



ve kterém

R¹ a R² mají shora uvedený význam,

nechají reagovat s fluoralkylendioxyfenyliso/thio/kyanáty obecného vzorce V



/V/.

ve kterém

X, Y a A mají shora uvedený význam, popřípadě v přítomnosti ředidla.