

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 792941 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 792941

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C07C

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 21.09.1979

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 21.09.1979

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 01.01.1981

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etuokeus - Prioritet - Priority

12.10.1978 DE P_28_44_811.5

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Schering Aktiengesellschaft, Müllerstrasse 178, 13353 Berlin, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Boroschewski, Gerhard, BRD, SAKSA, (DE)

2 • Nusslein, Ludwig, BRD, SAKSA, (DE)

3 • Arndt, Friedrich, TOWN UNKNOWN, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Karbamiinihappofenyliesterit, menetelmä näiden yhdisteiden valmistamiseksi sekä niitä sisältävä herbisidinen aaine.

Karbaminsyrafenylester, förfarande för deras framställning samt herbicida medel innehållande dessa.

Schering Aktiengesellschaft, Berliini ja Bergkamen, Müllerstrasse 170-178, D-1000 Berliini 65, Länsi-Saksa.

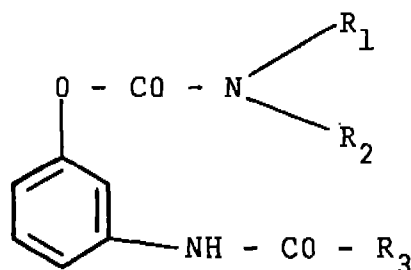
Karbamiinihappofenyylesterit, menetelmä näiden yhdisteiden valmistamiseksi sekä niitä sisältävä herbisidinen aine
- Karbaminsyrafenylester, förfarande för deras framställning samt herbicida medel innehållande dessa

Keksintö koskee uusia karbamiinihappofenyylestereitä, menetelmää näiden yhdisteiden valmistamiseksi sekä herbisidistä ainetta, joka sisältää vähintään yhtä tällaista yhdistettä.

Herbisidiset 3-(karbamoyylioksi)-anilidit ovat jo tunnettuja (belgialainen patenttijulkaisu 686 239).

Esilläolevan keksinnön tehtävänä on kehittää uusia vaikuttavia aineita, joilla on paremmat herbisidiset ominaisuudet.

Tämä tehtävä ratkaistaan keksinnönmukaisesti aineella, joka on tunnettu siitä, että se sisältää vähintään yhtä yhdistettä, jolla on yleinen kaava,



jossa R_1 on C_1 - C_2 -alkoksi- C_1 - C_2 -alkyyli, di- C_1 - C_2 -alkoksi- C_1 - C_2 -alkyyli, syano- C_1 - C_2 -alkyyli, halogeeni- C_1 - C_2 -alkyyli, fenyyli- C_1 - C_2 -alkyyli, 1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli, 2-metyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli, 2,2-dimetyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli tai aminokarbonyylimetyyli,

R_2 on fenyyli, kerran tai kaksi kertaa halogeenilla ja/tai metyylillä ja/tai metoksilla substituoitu fenyyli ja R_3 on C_1 - C_8 -alkyyli, C_2 - C_8 -alkenyli, syklopropyyli tai trikloorimetyyli tai R_1 on metyyli tai etyyli, R_2 on α -syan-bentsyyli tai 1-syan-2-fenyylietyyli ja R_3 on etyyli.

Keksinnön mukaiset yhdisteet ovat yllättävää kyllä herbisidiselältä vaikutukseltaan parempia kuin edelläkuvatunlaiset tunnetut anilidit ja ne rikastuttavat sen johdosta tämän hetkisen tekniikan tasoa tällä alueella.

Näiden yhdisteiden herbisidinen vaikutus ulottuu lukuisiin torjuttaviin kasvilajeihin, ei kuitenkaan viljelykasveihin, joita kohtaan niillä on selvä selektiivisyyspektri.

Erittäin hyvin torjuttavina kasvilajeina mainittakoon esimerkiksi seuraavat:

Graminaea

Festuca sp., Alopecurus sp., Agrostis sp., Echinochloa, Setaria so., Sorghum sp., Poa sp., Lolium sp., Arrhenaterum sp., Phalaris sp., Phleum sp., Eleusine sp., Bromus sp., Hordeum sp. ja muita.

Cyperaceae

Cyperus sp. ja muita.

Liliaceae

Allium sp. ja muita.

Amaranthaceae

Amaranthus sp. ja muita.

Boraginaceae

Anchusa sp., Amsinckia sp., Myosotis sp. ja muita.

Caryophyllaceae

Stellaria sp., Spargula sp., Cerastium sp. ja muita.

Chenopodiaceae

Chenopodium sp., Salsola kali, Atriplex sp., Kochia sp. ja muita.

Convolvulaceae

Ipomea sp. ja muita.

Compositae

Ambrosia sp., Lactuca sp., Senecio sp., Xanthium sp.,
Galinsoga sp., Centaurea sp., Matricaria sp., Helianthus sp.,
Chrysanthemum sp., Cichorium intybus ja muita.

Cruciferae

Brassica sp., Cheiranthus cheiri, Capsella sp., Thlaspi sp.,
Sinapis sp. ja muita.

Euphorbiaceae

Euphorbia.

Labiatae

Lamium sp., Galeopsis sp. ja muita.

Leguminosae

Medicago sp., Trifolium sp., Vicia sp., Cassia sp. ja muita.

Malvaceae

Abutilon theophrasti, Sida sp., Hibiscus sp., Anoda ja muita.

Papaveraceae

Papaver sp., Escholtzia ja muita.

Polygonaceae

Polygonum sp. ja muita.

Portulacaceae

Portulaca sp. ja muita.

Rubiaceae

Galium sp., Richardia sp. ja muita.

Ranunculaceae

Delphinium sp., Adonis sp. ja muita.

Scrophulariaceae

Linaria sp., Digitalis sp., Veronica sp. ja muita.

Solanaceae

Datura sp., Solanum sp., Physalis sp. ja muita.

Urticacea

Urtica sp. ja muita.

Umbelliferae

Daucus carota ja muita.

Siemenrikkakasvien torjuntaan käytetään yleensä käyttö-
määriä, jotka ovat 1-5 kg vaikuttavaa ainetta/ha.

Näitä kasvilajeja vastaan kohdistuva käyttö voi tapahtua käyttäen ennenorastamista tapahtuvaa menetelmää tai orastamisen jälkeen tapahtuvaa menetelmää. Erityisenä etuna on tällöin se, että keksinnön mukaisilla yhdisteillä on spesifisesti hyvä siedettävyyden maanviljelyksiä, erityisesti puuvillaa, perunaa, riisiä, soijaa ja sokerijuurikkaita kohtaan. Keksinnön mukaisia yhdisteitä voidaan käyttää joko yksinään, seoksena toistensa kanssa tai muiden vaikuttavien aineiden kanssa. Mahdollisesti voidaan myös lisätä muita lehtiä pudottavia-, kasviensuojelu- tai tuho-laistentorjunta-aineita aina halutun käyttötarkoituksen mukaan.

Mikäli on tarkoituksena laajentaa vaikutusspektriä, voidaan myös lisätä muita herbisidejä (rikkakasvien torjunta-aineita). Esimerkiksi soveltuvat herbisidisesti vaikuttavina sekoituspartnereina vaikuttavat aineet ryhmästä: triatsiinit, aminotriatsolit, anilidit, diatsiinit, urasiilit, alifaattiset karbonihapot ja halogeenikarbonihapot, substituoidut bentsoe-hapot ja aryylioksikarbonihapot, hydratsidit, amidit, nitriilit, tällaisen karbonihapon esterit, karbamidihappo- ja tiokarbamidihappoesterit, virtsa-aineet, 2,3,6-triklooribentsyylioksipropaanili, rodaanipitoiset aineet ja muut lisäaineet.

Muilla lisäaineilla tarkoitetaan myös esim. ei-kasvimyrkkyäisiä lisä-aineita, -joiden käytöstä voi olla tuloksena herbisidien kohdalla synergistisen vaikutuksen kohoaminen-, kuten muun muassa kostutusaineita, emulgaattoreita, liuottimia ja öljymäisiä lisä-aineita.

Tarkoituksenmukaisesti käytetään keksinnön mukaisia vaikuttavia aineita tai niiden seoksia valmisteina, kuten jauheina, siroteaineina, granulaatteina, liuoksina, emulsioina tai suspensioina, lisäten nestemäisiä ja/tai kiinteitä kantaja-aineita tai laimennusaineita ja mahdollisesti kostutus-, kiinnitys-, emulgointi- ja/tai dispergointiapuaineita.

Sopivia nestemäisiä kantaja-aineita ovat esimerkiksi vesi,

alifaattiset ja aromaattiset hiilivedyt, kuten bentseeni, tolueni, ksyloli, sykloheksanoni, isoforoni, dimetyylisulfoksidi, dimetyyliformamidi, edelleen mineraaliöljyfraktiot.

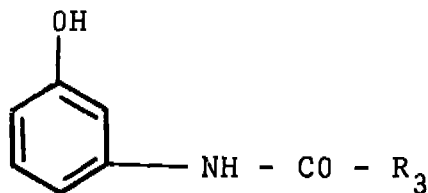
Kiinteiksi kantaja-aineiksi soveltuvat mineraalimaat, esimerkiksi tonsil, silikageeli, talkki, kaoliini, attaclay, kalkkikivi, piihappo, ja kasvikunnasta peräisin olevat tuotteet, esimerkiksi jauhot.

Ulkopinta-aktiivisista aineista mainittakoon, esim. kalsiumligniinisulfonaatti, polyoksietyleni-alkyyli-fenolieetteri, naftaliinisulfonihapot ja niiden suolat, fenolisulfonihapot ja niiden suolat, formaldehydikondensaatit, rasva-alkoholisulfaatit sekä substituoidut bentseenisulfonihapot ja niiden suolat.

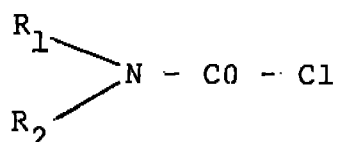
Vaikuttavan aineen tai vaikuttavien aineiden osuus eri valmisteissa voi vaihdella suuresti. Esimerkiksi sisältävät aineet noin 10 - 80 painoprosenttia vaikuttavia aineita, noin 90 - 20 paino-% nestemäisiä tai kiinteitä kantaja-aineita sekä mahdollisesti aina 20 paino-%:iin saakka ulkopinta-aktiivisiä aineita.

Aineiden levittäminen voi tapahtua tavanomaisella tavalla, esim. käyttämällä vettä kantaja-aineena ruiskutusliuosmäärien ollessa noin 100 - 1000 litraa/ha. Aineiden käyttö niinsanotulla "Low-Volume-" ja "Ultra-Low-Volume-menetelmällä" on yhtä mahdollista kuin niiden käyttö niin sanottujen mikrogranulaattien muodossa.

Uusia keksinnönmukaisia yhdisteitä voidaan valmistaa esim. siten, että yhdisteiden, joilla on yleinen kaava,

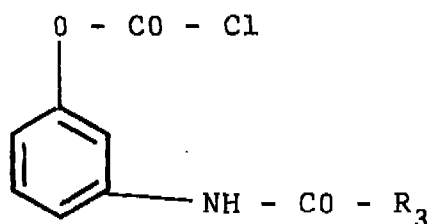


annetaan reagoida orgaanisten emästen, kuten esim. pyridiinin läsnäollessa, tai alkalisuoloina, esim. natrium- tai kalsiumsuolana, joko yhdisteiden kanssa, joilla on yleinen kaava,

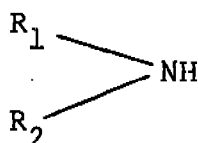


tai muutetaan fosgeenilla lisäten epäorgaanisia tai orgaanisia emäksiä, esim. natriumhydroksidia tai dimetyyli-aniliinia, ensiksi

vastaaviksi kloorimuurahaishappoestereiksi, joilla on yleinen kaava,



ja näiden annetaan sitten reagoida yhdisteiden kanssa, joilla on yleinen kaava,



emästen, kuten esim. kaliumkarbonaatin läsnäollessa ja menetelmätuotteet eristetään sinänsä tunnetulla tavalla, jolloin

R_1 , R_2 ja R_3 merkitsevät samaa kuin edellä.

Liuottimiksi näissä reaktioissa soveltuvat esim. etikka-happoetyyliesteri, asetonitriili, heksaani, bentseeni, tolueeni, metyleenikloridi, hiilitetrakloridi, tetrahydrofuraani, dimetyyliformamidi ja muut reagoivia aineita kohteen inertit aineet.

Reaktio tapahtuu kaikissa reaktioissa 0° :een ja kulloisenkin liuottimen kiehumispisteen välisessä lämpötilassa.

Lähtöaineina käytettäviä hydroksianilideja saadaan sinänsä tunnetulla tavalla antamalla vastaavien happokloridien reagoida m-aminofenolin kanssa.

Seuraavat esimerkit selventävät keksinnön mukaisten yhdisteiden valmistusta.

Esimerkki 1

N-(2,2-dietoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyyli-valeryyliamino)-fenyyli/-esteri

Liuokseen, jossa on 20,9 g (0,1 moolia) N-(2,2-dietoksietyyli)-aniliinia 50 ml:ssa etikkahappoetyyliesteriä tiputetaan sekoittaen ja jäähdyttäen $10-15^\circ\text{C}$:een, liuos, jossa on 28,3 g (0,1 moolia) kloorimuurahaishappo-3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyliesteriä ja samanaikaisesti liuos, jossa on 13,8 g (0,1 moolia) kaliumkarbonaattia 70 ml:ssa vettä. Sekoitetaan 30 min. ajan

huoneenlämpötilassa, sitten orgaaninen faasi erotetaan, laimennetaan pienellä määrällä etikkahappoetyyliesteriä, pestään 0°C:ssa laimennetulla suolahapolla ja natriumkloridi-liuoksella, kuivataan magnesiumsulfaatilla ja liuotin tislataan alennetussa paineessa. Jäännös kiteytetään uudelleen etikkahappoetyyliesteri/pentaanista.

Saanto 36 g = 79 % teoreettisesta määrästä.

Jp.: 88-89°C.

Esimerkki 2

N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri

Liuokseen, jossa on 16,0 g N-(2-syanetyyli)-3-metyylianiiliinia 100 ml:ssa asetonitriiliä tiputetaan 31,7 g kloorimuuraishaishappo-3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli-esteriä, liuotettuna 100 ml:aan asetonitriiliä. Lopuksi reaktioseokseen lisätään 12,1 g N,N-dimetyylianiiliinia. Tällöin lämpötila kohoaa 46°C:een. Reaktioseosta kuumennetaan vielä 10 min. ajan kiehuvaaksi, jäähdytetään, sekoitetaan 500 ml:aan jäävettä, saostunut aine suodatetaan ja kiteytetään uudelleen isopropanolista. Saanto: 31,5 g = 72% teoreettisesta määrästä.

Jp.: 118°C.

Esimerkki 3

N-syanmetyylikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri

Liuokseen, jossa on 13,2 g N-syanmetyylianiiliinia 150 ml:ssa asetonitriiliä lisätään 25,57 g kloorimuuraishaishappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteriä, sen jälkeen tiputetaan edelleen sekoittaen 12,1 g N,N-dimetyylianiiliinia ja seosta kuumennetaan vielä 15 min. ajan kiehuvaaksi. Seos sekoitetaan jäähdyttämisen jälkeen 1 litraan jäävettä, erottuva aine imusuodatetaan ja sen jälkeen kun on kuivattu vakuumissa, kiteytetään uudelleen pienestä määrästä asetonitriiliä.

Saanto: 24,0 g = 68 % teoreettisesta määrästä.

Jp.: 173°C.

Esimerkki 4

N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo/3-(syklopropyylikarbo-
nyyliamino)-fenyyli/-esteri

29,2 g N-(2-syanetyyli)-aniliinia liuotetaan 200 ml:aan asetonitriiliä ja sen jälkeen lisätään 23,97 g kloorimuurahais-
happo-/3-(syklopropyylikarbo-nyyliamino)-fenyyli/esteriä sekoit-
taen, jolloin liuoksen lämpötila kohoaa 35°C:een. Sen jälkeen
kun seos on seissyt yön ajan tislataan liuotin vakuumissa, jäl-
jellejäävää öljyistä jäännöstä käsitellään vedellä, vesi dekan-
toidaan ja öljy kiteytetään seoksen avulla, joka koostuu isopro-
pyylieetteri/isopropanolista (1:1). Kiteet kiteytetään lopuksi
uudelleen isopropanolista.

Saanto: 16,59 g = 48 % teoreettisesta määrästä.

Jp.: 142°C.

Esimerkki 5

N-syanmetyyli-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyli-
amino)-fenyyli/-esteri

64,4 g:sta (0,39 moolia) propionihappo-3-hydroksianilidia
valmistettu kaliumsuola liuotetaan 300 ml:aan asetonitriiliä.
Tiputettaessa liuos, jossa on 81,4 g (0,39 moolia) N-syanmetyyli-
N-(3-metyylifenyyli)-karbamoyylikloridia 250 ml:ssa asetonitrii-
liä sekoittaen 5 min. sisällä kohoaa lämpötila 28:sta 44°C:een.
Lopuksi keitetään 30 min. ajan paluujäähdyttäen. Sen jälkeen kun
on haihdutettu alennetussa paineessa liuotetaan etikkaesteriin
ja veteen, 0°C:ssa pestään pienellä määrällä laimennettua natron-
lipeätä, kuivataan magnesiumsulfaatilla ja haihdutetaan alenne-
tussa paineessa. Aluksi öljymäinen jäännös kiteytyy eetteristä.
Saanto: 80,4 g = 61 % teoreettisesta määrästä.
Jp.: 97-99°C.

Vastaavalla tavalla voidaan valmistaa seuraavia keksinnön
mukaisia yhdisteitä.

Yhdisteen nimi	Fysikaaliset vakiot
N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 71 - 73°C
N-syarmetyylikarbaniilihappo-(3-pro- pionyyliminofenyyli)-esteri	Jp.: 130°C
N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo- (3-propionyyliminofenyyli)-esteri	Jp.: 149 - 151°C
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-pro- pionyylimino-fenyyli/-esteri	Jp.: 71 - 72°C
N-(2-syanetyyli)-4-metyylikarbaniilihappo- /3-propionyylimino-fenyyli/-esteri	Jp.: 124-126°C
N-(2-syanetyyli)-2-metyylikarbaniilihappo- (3-propionyyliminofenyyli)-esteri	Jp.: 120 - 122°C
N-(2-metoksietyyli)-3-metyylikarbaniili- happo-(3-propionyyliminofenyyli)-esteri	Jp.: 82 - 84°C
N-(2,2-dimetoksietyyli)-4-metyylikarbaniili- happo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5343
N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyylikarbaniili- happo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5405
N-(2-bromietyyli)-karbaniilihappo-/3- (propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 86 - 87°C
N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo-/3- (propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 83 - 84°C
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3- (propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 126 - 128°C
N-(2,2-dimetoksietyyli)-2-metyylikarbaniili- happo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 105 - 107°C
N-(1-syan-2-fenyyli-etyyli)-N-metyyli- karbamiinihappo-/3-(propionyylimino)- fenyyli/-esteri	Jp.: 104°C
N-(4 -syambentsyyli)-N-etyyli-karbamiini- happo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 76°C
N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniili- happo-/3-(tert.-butyylikarbonyylimino)- fenyyli/-esteri	Jp.: 122°C
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3- (tert.-butyylikarbonyylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 118°C
N-(1,3-diosolan-2-yyli-metyyli)- karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)- fenyyli/-esteri	Jp.: 98 - 99°C
3-metoksi-N-(2-metoksietyyli)- karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)- fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5614
N-(4-metyyli-1,3-dioksolan-2-yyli- metyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)- fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5559
N-syarmetyylikarbaniilihappo-/3-(2,2- dimetyylivaleryylimino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 152 - 153°C

Yhdisteen nimi	Fysikaaliset vakiot
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 93 - 95°C
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2-metyylipropionyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 136 - 137°C
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 101 - 102,5°C
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 107 - 109°C
N-(2-fenyylietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 93 - 94°C
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 117 - 119°C
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 131 - 133°C
N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 77 - 79°C
N-(aminokarbonyylimetyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyli-amino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 197°C
N-(2-aminokarbonylietyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 166°C
N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 175°C
N-syarmetyylikarbaniilihappo-/3-(tri-kloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 102°C
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 137°C
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5509
N-(2-metoksietyyli)-3-metoksikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5482
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 133°C

Yhdisteen nimi	Fysikaaliset vakiot
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	n_D^{20} : 1,5804
N-(2-metoksietyyli)-3-metoksikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 135°C
N-(2,2-dimetyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyyli-valeryyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 100 - 102°C
N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp. 109°C
N-syarmetyyli-3-kloorikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 162°C
N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyli-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyyli-karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Sitkeä öljy
N-(2-hydroksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	Jp.: 116 - 117°C
N-(2-metoksietyyli)-4-fluorikarbaniilihappo-(3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli)-esteri	Jp.: 103 - 105°C
N-(2-etoksietyyli)-4-fluorikarbaniilihappo-(3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli)-esteri.	Jp.: 77 - 79°C

Keksinnön mukaiset yhdisteet ovat värittömiä ja hajuttomia, kiteisiä tai öljymäisiä aineita, jotka liukenevat hyvin asetoniin, dimetyyliformamidiin, isoforoniin, sykloheksanoniin, tetrahydrofuraaniin ja dimetyylisulfoksidiin.

Seuraavassa selvennetään joidenkin lähtöaineiden valmistusta lähemmin.

a) 2,2-dimetyylivaleriaanahappo-3-hydroksianilidi

Liukseen, jossa on 327 g (3 moolia) m-aminofenolia noin 1 litrassa etikkahappoetyyliesteriä tiputetaan sen jälkeen kun on lisätty 400 ml vettä ja 76 g magnesiumoksidia, 445 g (3 moolia) 2,2-dimetyylivaleriaanahappokloridia sekoittaen, jolloin lämpötila pidetään jäähdyttämällä 10-20°C:ssa. Sekoitetaan 1 tunnin ajan huoneenlämpötilassa. Sitten tiputetaan 0-5°C:ssa 400 ml konsentroitua suolahappoa ja sekoitetaan 10 min. ajan. Sitten orgaaninen faasi erotetaan, pestään natriumkloridiliuoksella neutraaliksi ja kuivataan magnesiumsulfaatilla. Etikkahappoetyyliesteri tislataan osittain ja jäännökseen lisätään pentaania, minkä jälkeen reaktiotuote kiteytyy.

Saanto: 550 g = 83 % teoreettisesta määrästä.

Jp.: 155-156°C.

Vastaavasti saadaan:

propionihappo-3-hydroksianilidia jp.: 183-185°C

2-metyylipropionihappo-3-hydroksianilidia jp.: 180°C

krotonihappo-3-hydroksianilidia jp.: 158-159°C.

b) Kloorimuuraishaishappo-3-(propionyyliamino)-fenyyliesteri

Liukseen, jossa on 177 ml fosgeenia 700 ml:ssa etikkahappoetyyliesteriä lisätään 292 g (1,77 moolia) propionihappo-3-hydroksianilidia. Sekoittaen ja jäähdyttäen 10-15°C:een tiputetaan sitten liuos, jossa on 225 ml (1,77 moolia) N,N-dimetyylianiiliinia 300 ml:ssa etikkaesteriä. Lopuksi sekoitetaan 30 min. ajan 50°C:ssa. 10°C:een jäähdytetty liuos kaadetaan häihin, sekoitetaan noin 10 min. ajan, orgaaninen faasi erotetaan, pestään keittosuola-liuoksella, kuivataan magnesiumsulfaatilla ja haihdutetaan alennetussa paineessa. Jäännös kiteytyy lisättäessä 600 ml pentaania.

Saanto: 327 g = 81 % teoreettisesta määrästä.

Jp.: 72-73°C.

Vastaavasti saadaan:

kloorimuurahaishappo-3-(2-metyylipropio- nyyli amino)-fenyyli-esteriä	jp.: 69-71°C
kloorimuurahaishappo-3-(krotonoyyliamino)- fenyyliesteriä	n_D^{20} : 1,5327
kloorimuurahaishappo-3-(2,2-dimetyylivalero- nyyliamino)-fenyyli-esteriä	n_D^{20} : 1,5273
c) Kloorimuurahaishappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	

100 ml fosgeeni- kondensoidaan -20°C:ssa sekoittaen lisätään 177,2 g syklopropanikarbonihappo-3-hydroksianilidia, jonka sp. on 184°C. Tähän reaktioseokseen tiputetaan sitten edelleen jäähdyttään 121 g N,N-dimetyylianiiliinia. Lopuksi sekoitetaan sitten vielä 1 tunnin ajan 40°C:ssa, fosgeeni-ylimäärä poistetaan typpivirtaa käyttäen, seos jäähdytetään huoneenlämpötilaan ja etikkaesterifaasi uutetaan 2 kertaa 250 ml:lla jäävettä. Sen jälkeen kun orgaaninen faasi on erotettu kuivataan tämä magnesiumsulfaatilla, liuotin tislataan vakuuissa ja saatu jäännös kiteytetään lisäämällä petrolieetteriä. Näin saadaan 207 g (86 % teoreettisesta määrästä) edellämäinittua ainetta, jonka sp. on 94°C.

Vastaavalla tavalla valmistetaan:

Kloorimuurahaishappo-/3-(tert.-butyylikarbo- nyyliamino)-fenyyli/-esteriä	jp.: 75°C
kloorimuurahaishappo-/3-(trikloorimetyyli- karbonyyliamino)-fenyyli/-esteriä	n_D^{20} : 1,5786

Seuraavat esimerkit selventävät lähemmin keksinnön mukaisen yhdisteiden käyttömahdollisuuksia ja parempaa herbisidistä vaikutusta.

Esimerkki 6

Kasvihuoneessa ruiskutettiin taulukossa esitettyjä keksinnön mukaisia yhdisteitä käyttömäärän ollessa 5 kg vaikuttavaa ainetta/ha, liuotettuna 500 litraan vettä/ha, Solanum- ja Brassica-lajia oleviin kasveihin, - niiden toimiessa testikasveina-, käyttäen orastamisen jälkeen tapahtuvaa menetelmää.

3 viikon kuluttua käsittelystä arvioitiin käsittelyn tulos, jolloin

0 = ei mitään vaikutusta ja

4 = kasvien tuhoutuminen.

Kuten taulukosta käy ilmi, saavutettiin yleensä testikasvien tuhoutuminen.

Keksinnön mukaiset yhdisteet	Brassica	Solanum
N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo-(3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-syarmetyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-metoksietyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-4-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-2-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dimetoksietyyli)-4-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-bromietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dimetoksietyyli)-2-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-syarmetyyli-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(1-syan-2-fenyyli-etyyli)-N-metyyli-karbamiinihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2 -syan-bentsyyli)-N-etyyli-karbamiinihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4
3-metoksi-N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyyli/-esteri	4	4

Keksinnön mukaiset yhdisteet	Brassica	Solunum
N-(4-metyyli-1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-/3-(etyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-syanmetyylikarbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2-metyylipropionyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dietoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-fenyylietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-syanmetyyli-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-3-metyyli-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-syanmetyylikarbaniilihappo-/3-(trikloori-metyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4

Keksinnön mukaiset yhdisteet	Brassica	Solanum
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-3-metoksi- karbaniilihappo-/3-(tert.-butyyli- karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-3-metoksi- karbaniilihappo-/3-(trikloorimetyyli- karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-hydroksietyyli)-karbaniilihappo- /3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2-metoksietyyli)-4-fluorikarbaniili- happo-(3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli)-esteri	4	4
N-(2-etoksietyyli)-4-fluorikarbaniili- happo-(3-(syklopropyylikarbonyyliamino)- fenyyli)-esteri	4	4
N-syanmetyyli-3-kloorikarbaniilihappo- /3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)- fenyyli/-esteri	4	4
N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyli- karbaniilihappo-/3-(tert.-butyyli- karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri	4	4
Käsittelemätön	0	0

Esimerkki 7

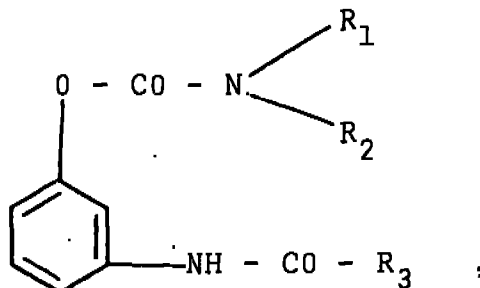
Kasvihuoneessa käsiteltiin esitettyjä kasveja niiden orastamisen jälkeen mainituilla aineilla käyttömäärän ollessa 3 kg vaikuttavaa ainetta/ha. Aineet ruiskutettiin tätä tarkoitusta varten tasaisesti kasvien päälle. Tulkinna tapahtui käyttäen arviointia: 0 = "täysin tuhoutunut" ja 10 = "ei vahingoittunut". Tällöin 3 viikon kuluttua käsittelystä osoittautui, että keksinnön mukaisten aineiden selektiivisyys oli hyvä, rikkakasveihin kohdistuvan vaikutuksen ollessa erinomainen. Vertailuaineilla ei kuitenkaan havaittu tätä selektiivisyyttä.

Keksinnön mukaiset aineet	Sokerijuurikas	Peruna	Puuvilla	Soija	Riisi	Gypsophyla sp.	Solanum sp.	Phacelia	Ipomoea sp.	Lamium sp.	Setaria sp.	Brassica sp.
N-(2-syanetyyli)-e-metyyli-karbanilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyylimino-esteri	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0
N-(2-metoksietyyli)-3-metyyli-karbanilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyylimino-esteri	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0
N-syanetyyli-3-metyyli-karbanilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyylimino-esteri	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0
N-(4-syanbentsyyli)-N-etyyli-karbanilihappo-/3-(propionyylimino)-fenyylimino-esteri	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0
N-(2-kloorietyyli)-karbanilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryylimino)-fenyylimino-esteri	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0

Vertailuaine (Belgialainen patenttijulkaisun 686 239 mukaan)	Sokerijuurikas	Peruna	Puuvilla	Soija	Riisi	Gypsophyla sp.	Solanum sp.	Phacelia	Ipomoea sp.	Lamium sp.	Setaria sp.	Brassica sp.
n-butylikarbamiinihappo-/3- (propionyyliamino)-fenyyli/- esteri	0	5	0	1	5	0	0	0	0	0	0	0
isobutylikarbamiinihappo-/3- (propionyyliamino)-fenyyli/- esteri	0	3	0	1	8	0	0	0	0	0	0	0

Patenttivaatimukset.

1. Karbamiinihappofenyyliesterit, joilla on yleinen kaava,



jossa

R_1 on C_1 - C_2 -alkoksi- C_1 - C_2 -alkyyli, di- C_1 - C_2 -alkoksi- C_1 - C_2 -alkyyli, syan- C_1 - C_2 -alkyyli, halogeeni- C_1 - C_2 -alkyyli, fenyyli- C_1 - C_2 -alkyyli, 1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli, 2-metyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli, 2,2-dimetyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli tai aminokarbonyylimetyyli,

R_2 on fenyyli, kerran tai kaksi kertaa halogeenilla ja/tai metyyllillä ja/tai metoksilla substituoitu fenyyli ja

R_3 C_1 - C_8 -alkyyli, C_2 - C_8 -alkenyli, syklopropyyli tai trikloorimetyyli tai R_1 on metyyli tai etyyli, R_2 on α -syän-bentsyyli tai 1-syän-2-fenyylietyyli ja R_3 on etyyli.

2. N-(2,2-dietoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri.

3. N-(2-syänetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

4. N-syänmetyylikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

5. N-(2-syänetyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

6. N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.

7. N-syänmetyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.

8. N-(2-syänetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.

9. N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.

10. N-(2-syanetyyli)-4-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
11. N-(2-(syantetyyli)-2-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
12. N-(2-metoksietyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
13. N-(2,2-dimetoksietyyli)-4-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
14. N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
15. N-(2-bromietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
16. N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
17. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
18. N-(2,2-dimetoksietyyli-2-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
19. N-syanmetyyli-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
20. N-(1-syan-2-fenyyli-etyyli)-N-metyyli-karbamiinihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
21. N-(~~2~~-syant-bentsyyli)-N-etyyli-karbamiinihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
22. N-(1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
23. 3-metoksi-N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
24. N-(4-metyyli-1,3-dioksolan-2-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
25. N-syanmetyylikarbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyyllivale-ryyliamino)-fenyyli/-esteri.
26. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyyli-valeryyliamino)-fenyyli/-esteri.
27. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(2-metyyllipropionyyliamino)-fenyyli/-esteri.
28. N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyyli-valeryyliamino)-fenyyli/-esteri.

29. N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyli-amino)-fenyyli/-esteri.

30. N-(2-fenyylitetyyli)-karbaniilihappo-/3-(propionyyli-amino)-fenyyli/-esteri.

31. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyliamino)-fenyyli/-esteri.

32. N-(2-kloorietyyli)-karbaniilihappo-/3-(krotonoyyli-amino)-fenyyli/-esteri.

33. N-(2,2-dimetoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri.

34. N-(aminokarbonyylimetyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

35. N-(2-aminokarbonyylitetyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

36. N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

37. N-(2-syanetyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

38. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

39. N-syanmetyylikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyyli-karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

40. N-(2-syanetyyli)-karbaniilihappo-/3-(trikloorimetyyli-karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

41. N-(2,2-dimetyyli-1,3-dioksolan-4-yyli-metyyli)-karbaniilihappo-3-(2,2-dimetyylivaleryyliamino)-fenyyli/-esteri.

42. N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

43. N-(2-metoksietyyli)-3-metoksikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

44. N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

45. N-(2-metoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

46. N-(2-metoksietyyli)-3-metoksikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

47. N-(2-etoksietyyli)-karbaniilihappo-/3-(syklopropyyli-karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

48. N-(2-hydroksietyyli)-karbaniilihappo-/3-syklopropyyli-karbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

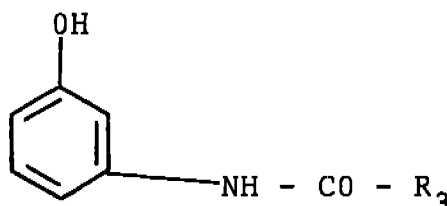
49. N-(2-metoksietyyli)-4-fluorikarbaniilihappo-(3-(syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli)-esteri.

50. N-(2-etoksietyyli)-4-fluorikarbaniilihappo-(3-syklopropyylikarbonyyliamino)-fenyyli)-esteri.

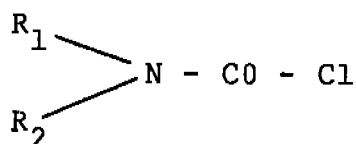
51. N-syanmetyyli-3-kloorikarbaniilihappo-/3-(trikloorimetyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

52. N-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyylikarbaniilihappo-/3-(tert.-butyylikarbonyyliamino)-fenyyli/-esteri.

53. Menetelmä patenttivaatimuksien 1. - 52. mukaisten karbaniilihappo-/3-(alkyylikarbamoyyliamino)-fenyyli/-esterien valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että yhdisteiden, joilla on yleinen kaava,

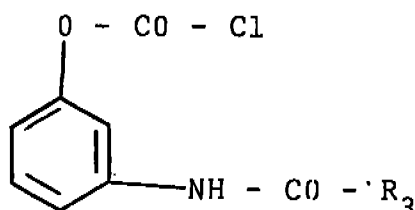


annetaan reagoida orgaanisten emästen läsnäollessa tai alkali-suoloina joko yhdisteiden kanssa, joilla on yleinen kaava,

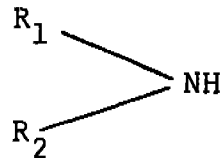


tai muutetaan

fosgeenilla lisäten epäorgaanisia tai orgaanisia emäksiä ensiksi vastaaviksi kloorimuurahaishappoestereiksi, joilla on yleinen kaava,



ja näiden annetaan sitten reagoida yhdisteiden kanssa, joilla on yleinen kaava,



emästen läsnäollessa ja menetelmätuotteet eristetään sinänsä tunnetulla tavalla, jolloin R_1 , R_2 ja R_3 merkitsevät samaa kuin edellä.

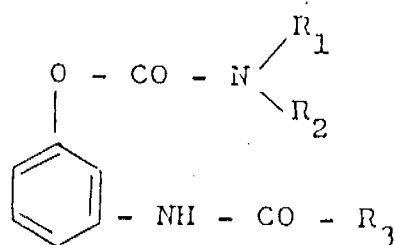
54. Herbisidiset aineet, t u n n e t t u siitä, että ne sisältävät vähintään yhtä patenttivaatimusten 1. - 52. mukaista yhdistettä.

55. Patenttivaatimuksen 54. mukainen herbisidinen aine seoksena kantaja-aineiden ja/tai apuainciden kanssa.

56. Herbisidinen aine, joka on t u n n e t t u siitä, että se sisältää karbamiinihappofenyyliestereitä, jotka on valmistettu patenttivaatimuksen 53. mukaisen menetelmän mukaan.

Patentkrav:

1. Karbaminsyrafenylester med den allmänna formeln



vari R_1 är C_1 - C_2 -alkoxi- C_1 - C_2 -alkyl, di- C_1 - C_2 -alkoxi- C_1 - C_2 -alkyl, cyan- C_1 - C_2 -alkyl, halogen- C_1 - C_2 -alkyl, fenyl- C_1 - C_2 -alkyl, 1,3-dioxolan-2-yl-metyl, 2-etyl-1,3-dioxolan-4-yl-metyl, 2,2-dimetyl-1,3-dioxolan-4-yl-metyl eller aminokarbonylmetyl, R_2 är fenyl, en eller två gånger med halogen och/eller metyl och/eller metoxi substituerad fenyl och R_3 är C_1 - C_8 -alkyl, C_2 - C_8 -alkenyl, cyklopropyl eller triklormetyl, eller R_1 betyder metyl eller etyl, R_2 är -cyan-bensyl eller 1-cyan-2-fenyletyl och R_3 är etyl.

2. N-(2,2-dietoxietyl)-karbanilsyra- β -(2,2dimetylvaleryl-amino)-fenyl]-ester.

3. N-(2-cyanetyl)-3-metylkarbanilsyra- β -(triklormetyl-karbonylamino)-fenyl]-ester.

4. N-cyanmetylkarbanilsyra- β -(tetr.-butylkarbonylamino)-fenyl]-ester.

5. N-(2-cyanetyl-karbanilsyra- β -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl]-ester.

6. N-(2,2-dimetoxietyl)-karbanilsyra- β -(propionylamino)-fenyl]-ester.

7. N-cyanmetylkarbanilsyra- β -(propionylamino)-fenyl]-ester.

8. N-(2-cyanetyl-3-metylkarbanilsyra- β -(propionylamino)-fenyl]-ester.

9. N-(2-metoxietyl)-karbanilsyra- β -propionylaminofenyl]-ester.

10. N-(2-cyanetyl)-4-metylkarbanilsyra- β -(propionylamino)-fenyl]-ester.

11. N-(2-cyanetyl)-2-metylkarbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
12. N-(2-metoksietyl)-3-metylkarbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
13. N-(2,2-dimetoksietyl)-4-metylkarbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
14. N-(2,2-dimetoksietyl)-3-metylkarbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
15. N-(2-brometyl)-karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
16. N-(2-etoksietyl)-karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
17. N-(2-cyanetyl)-karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
18. N-(2,2-dimetoksietyl)-2-metylkarbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
19. N-cyanmetyl-3-metylkarbanilsyra- γ 3-propionyl-amino)-fenyl-ester.
20. N-(1-cyan-2-fenyl-etyl)-N-metyl-karbaminsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
21. N-(α -cyan-bensyl)-N-etyl-karbaminsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
22. N-(1,3-dioxolan-2-yl-metyl)karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
23. 3-Metoksi-N-(2-metoksietyl)-karbanilsyra- γ 3-propionyl-amino)-fenyl-ester.
24. N-(4-metyl-1,3-dioxolan-2-yl-metyl)-karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.
25. N-cyanmetylkarbanilsyra- γ 3-(2,2-dimetylvaleryl-amino)-fenyl-ester.
26. N-(2-cyanetyl)-karbanilsyra- γ 3-(2,2-dimetylvaleryl-amino)-fenyl-ester.
27. N-(2-cyanetyl)-karbanilsyra- γ 3-(2-metylpropionyl-amino)-fenyl-ester.
28. N-(2-kloreetyl)-karbanilsyra- γ 3-(2,2-dimetylvaleryl-amino)-fenyl-ester.
29. N-(2-kloreetyl)-karbanilsyra- γ 3-(propionyl-amino)-fenyl-ester.

30. N-(2-fenyletyl)-karbanilsyra- γ -(propionylamino)-fenyl-ester.
31. N-(2-cyanetyl)-karbanilsyra- γ -(krotonoylamino)-fenyl-ester.
32. N-(2-kloretyl)-karbanilsyra- γ -(krotonoylamino)-fenyl-ester.
33. N-(2,2-dimetoksietyl)-karbanilsyra- γ -(2,2-dimetylvalerylamino)-fenyl-ester.
34. N-(aminokarbonylmetyl)-karbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.
35. N-(2-aminokarbonyletyl)-karbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.
36. N-(2-cyanetyl)-3-metylkarbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.
37. N-(2-cyanetyl)-3-matylkarbanilsyra- γ -(tert.-butylkarbonylamino)-fenyl-ester.
38. N-(2-cyanetyl-karbanilsyra- γ -(tert.-butylkarbonylamino)-fenyl-ester.
39. N-cyanmetylkarbanilsyra- γ -(triklormetylkarbonylamino)-fenyl-ester.
40. N-(2-cyanetyl)-karbanilsyra- γ -(triklormetylkarbonylamino)-fenyl-ester.
41. N-(2,2-dimetyl-1,3-dioxolan-4-yl-metyl)-karbanilsyra-3-(2,2-dimetylvalerylamino)-fenyl-ester.
42. N-(2-metoksietyl)-karbanilsyra- γ -(tert.-butylkarbonylamino)-fenyl-ester.
43. N-(2-metoksietyl)-3-metoxikarbanilsyra- γ -(tert.butylkarbonylamino)-fenyl-ester.
44. N-(2-metoksietyl)-karbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.
45. N-(2-metoksietyl)-karbanilsyra- γ -(triklormetylkarbonylamino)-fenyl-ester.
46. N-(2-metoksietyl)-3-metoxikarbanilsyra- γ -(triklormetylkarbonylamino)-fenyl-ester.
47. N-(2-etoxyetyl)-karbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.
48. N-(2-h-droxyetyl)-karbanilsyra- γ -(cyklopropylkarbonylamino)-fenyl-ester.

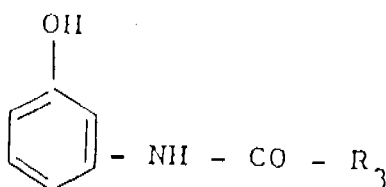
49. N-(2-metoxietyl)-4-fluorkarbanilsyra- β -(cyklopropyl-karbonylamino)-fenyl-ester.

50. N-(2-etoxietyl)-4-fluorkarbanilsyra- β -(cyklopropyl-karbonylamino)-fenyl-ester.

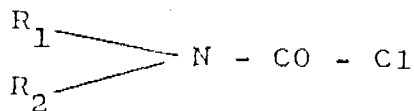
51. N-cyanmetyl-3-klorkarbanilsyra- β -(triklometylkarbonylamino)-fenyl-ester.

52. N-(2,2-dimetoxietyl)-3-metylkarbanilsyra- β -(tert.-butylkarbonylamino)-fenyl-ester.

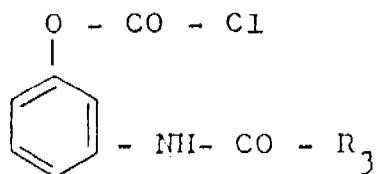
53. Förfarande för framställning av karbanilsyra- β -(alkyl-karbomoylamino)-fenyl-ester enligt patentkravet 1-52, k ä n - n e t e c k n a t därav, att man omsätter föreningar med den allmänna formeln



i närvaro av organiska baser eller som alkaliskt, antingen med föreningar med den allmänna formeln



eller med fosgen under tillsats av oorganiska eller organiska baser, sedan överförs till motsvarande myrsyraester med den allmänna formeln



och denna bringas sedan till reaktion med föreningar med den allmänna formeln



i närvaro av baser, och att produkterna från förfarandet isoleras på i och för sig känt sätt, varvid R_1 , R_2 och R_3 har ovan angivna betydelse.

54. Herbicida medel, k ä n n e t e c k n a d e därav, att de innehåller åtminstone en förening enligt patentkraven 1-52.

55. Herbicidmedel enligt patentkravet 54, k ä n n e t e c k n a t därav, att det blandas med bärar- och/eller hjälpämnen.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggnings- och patentskrifter:

FI _____

CH _____

DE _____

DK _____

FR _____

GB P 1235554, C07C 125/06

NO _____

SE _____

US _____

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

12. 8. 85

J. Helly

Allekirjoitus