

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 853161 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **853161**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁴)
**C07D261/04
A01N 43/80**

(22) Tekemispäivä - Ingningsdag - Filing date **16.08.1985**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.08.1985**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **13.03.1986**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

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

12.09.1984 GB 8423252

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Shell Internationale Research Maatschappij B.V., Carel Van Bylandtlaan 30, 2596 HR Den Haag, ALANKOMAAT, (NL)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Munro, David, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •Bit, Rino Antonio, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Eetteri-herbicidejä.

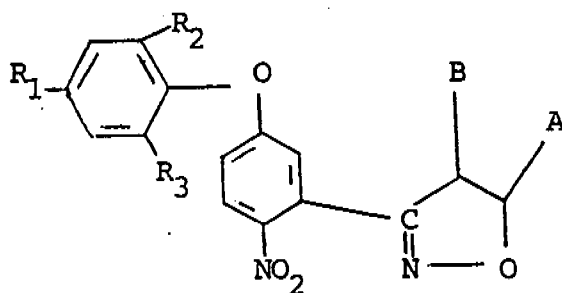
Eterherbicides.

Eetteri-herbisidejä

Keksinnön kohteena on tiettyjä difenyylieetteri-imini-johdannaisia, tällaisten yhdisteiden valmistus, herbisidisiä yhdisteitä, jotka sisältävät niitä ja niiden käyttö ei-toivotun kasvien kasvun torjunnassa.

Tiettyjen difenyylieettereiden tiedetään olevan tehokkaita herbisidejä, esimerkiksi UK-patenttihakmuksessa nro 2 049 695 selostetaan difenyylieetteri-alkaanihappoja ja niiden käyttöä herbisideinä. Nyt on keksitty, että difenyylieettereillä, joissa on syklinen imiini-substituentti, on hyödyllinen herbisidinen vaikutus.

Siten tämän keksinnön kohteena on difenyylieetteri-syklisiä imiinijohdannaisia, joilla on yleinen kaava I



jossa R_1 on halogeeni, edullisesti kloori, atomi tai haloalkyyli-ryhmä; R_2 ja R_3 , jotka voivat olla samanlaisia tai erilaisia, ovat kumpikin itsenäisesti vety tai halogeeni, edullisesti kloori, atomi tai nitro, syaani tai haloalkyyli;

A edustaa syaani-, alkyyli-, aryyli-, alkoksi-, aryylioksi-, alkyyli- tai aryyli- tai aryyli- tai niiden S-hapetettuja johdannaisia, edullisesti sulfonia, asyyliä, asyylioksia tai alkoksikarbonyyliä ja B edustaa vetyatomia tai sillä on joku A:lle annetuista merkityksistä.

Kun joku edellä esitetyistä substituentteista on alkyyli- tai haloalkyyli-ryhmä tai sisältää sellaisen, tämä sisältää sopivasti korkeintaan 6, edullisesti korkeintaan 4



Missing

page/

pages

saattamisen reagoimaan olefiinisen johdannaisen kanssa, jolla on kaava $B-CH=CH-A$, joissa R_1 , R_2 , R_3 , A ja B tarkoittavat samaa kuin edellä ja Hal on halogeeni, emäksen läsnä ollessa. Sopiva emäs on trialkyyliamiini, kuten trietyyliamiini, ja reaktio saatetaan edullisesti tapahtumaan orgaanisessa liuottimessa, kuten eetterissä. Reaktio voidaan sopivasti saattaa tapahtumaan ympäristön lämpötilassa.

Yleisen kaavan I yhdisteillä on havaittu olevan kiinnostava vaikutus herbisideinä. Niinmuodoin keksintö antaa edelleen herbisidisen yhdistelmän, joka sisältää edellä määriteltäjä kaavan I yhdistettä yhdessä ainakin yhden kantimen kanssa, sekä menetelmän tällaisen yhdistelmän valmistamiseksi, joka menetelmä käsittää kaavan I yhdisteen saattamisen yhteen ainakin yhden kantimen kanssa.

Keksintö käsittää myös tällaisen keksinnön mukaisen yhdisteen tai yhdistelmän käytön herbisidinä. Edelleen annetaan keksinnön mukaisesti menetelmä ei-toivotun kasvien kasvun torjumiseksi jossakin paikassa käsittelemällä paikkaa keksinnön mukaisella yhdisteellä tai yhdistelmällä. Paikkaan levittäminen voi tapahtua ennen tai jälkeen ilmaantumisen. Käytetty vaikuttavan aineosan annos on esimerkiksi 0,05-4 kg/ha.

Kannin keksinnön mukaisessa yhdistelmässä on joku aines, jonka kanssa vaikuttava aineosa muodostetaan helpottamaan levittämistä käsiteltävään paikkaan, joka voi olla esimerkiksi kasvi, siemen tai maaperä, tai helpottamaan varastointia, kuljetusta tai käsittelyä. Kannin voi olla kiinteä tai nestemäinen käsitteäen myös aineen, joka normaalisti on kaasumainen, mutta joka on puristettu muodostamaan neste, ja mitä tahansa kantimista, joita normaalisti käytetään herbisidisten yhdistelmien muodostamisessa, voidaan käyttää. Edullisesti keksinnön mukaiset yhdistelmät sisältävät 0,5-95 paino-% vaikuttavaa aineosaa.

Sopivia kiinteitä kantimia ovat luonnon ja synteettiset savet ja silikaatit, esimerkiksi luonnon piihapot

kuten piimaat, magnesiumsilikaatit, esimerkiksi talkit, magnesiumalumiinisilikaatit, esimerkiksi attapulgiitit ja vermikuliitit; alumiinisilikaatit, esimerkiksi kaoliniitit, montmorilloniitit ja mikat; kalsiumkarbonaatti; kalsiumsulfaatti; ammoniumsulfaatti; synteettiset hydratoituneet piioksidit ja synteettiset kalsium- tai alumiinisilikaatit; alkuaaineet, esimerkiksi hiili ja rikki; luonnon ja synteettiset hartsit, esimerkiksi kumaronihartsit, polyvinyylidikloridi- ja styreenipolymeerit ja -kopolymeerit; kiinteät polykloorifenolit; bitumi; vahat; ja kiinteät lannoitteet, esimerkiksi superfosfaatit.

Sopivia nestemäisiä kantimia ovat vesi; alkoholit, esimerkiksi isopropanoli ja glykolit; ketonit, esimerkiksi asetonit, metyylietyyliketoni, metyyli-isobutyryliketoni ja sykloheksanoni; eetterit, aromaattiset tai aralifaattiset hiilivedyt, esimerkiksi bentseeni, tolueeni ja ksyleeni; maaöljyjakeet, esimerkiksi paloöljy ja kevyet mineraaliöljyt; klooratut hiilivedyt, esimerkiksi hiilitetrakloridi, perkloorietyleeni ja trikloorietaani. Eri nesteiden seokset ovat usein sopivia.

Maanviljelysyhdistelmiä muodostetaan ja kuljetetaan usein väkevöidyssä muodossa, jonka käyttäjä myöhemmin laimentaa ennen levittämistä. Pienten määrien kanninta, joka on pinta-aktiivinen aine, läsnäolo helpottaa tätä laimentamisprosessia. Siten ainakin yksi kannin keksinnön mukaisessa yhdistelässä on pinta-aktiivinen aine. Yhdistelmä voi sisältää esimerkiksi vähintään kaksi kanninta, joista ainakin toinen on pinta-aktiivinen aine.

Pinta-aktiivinen aine voi olla emulgoimisaine tai dispergoimisaine tai kostutusaine; se voi olla ei-ioninen tai ioninen. Esimerkkejä sopivista pinta-aktiivisista aineista ovat polyakryylihappojen ja ligniinisulfonihappojen natrium- tai kalsiumsuolat; rasvahappojen tai alifaattisten amiinien tai amidien, jotka sisältävät vähintään 12 hiiliatomia molekyylissä, kondensaatiotuotteet etyleenioksi-

din ja/tai propyleenioksidin kanssa; glyserolin rasvahappo-
 esterit, sorbitaani, sakkaroosi tai pentaerytritoli; näi-
 den kondensaatit etyleenioksidin ja/tai propyleenioksidin
 kanssa; rasva-alkoholin tai alkyylifenolien, esimerkiksi
 5 p-oktyylifenolin tai p-oktyylikresolin kondensaatiotuotteet
 etyleenioksidin ja/tai propyleenioksidin kanssa; näiden
 konsensaatiotuotteiden sulfaatit tai sulfonaatit; rikki-
 tai sulfonihappoestereiden, jotka sisältävät 10 hiiliato-
 mia molekyylissä, alkali- tai maa-alkalimetallisuolat,
 10 edullisesti natriumsuolat, esimerkiksi natriumlauryyli-
 sulfaatti, natrium-sekundaariset alkyylisulfaatit, sulfonoi-
 dun risiiniöljyn natriumsuolat ja natriumalkyyliaryylisul-
 fonaatit, kuten dodekyylibentseenisulfonaatti; sekä ety-
 leenioksidin polymeerit ja etyleenioksidin ja propyleeniok-
 15 sidin kopolymeerit.

Keksinnön yhdistelmät voidaan muodostaa esimerkiksi
 kostuviksi jauheiksi, pölyiksi, rakeiksi, liuoksiksi,
 emulgoituviksi väkevöitteiksi, emulsioiksi, suspensioväke-
 vöitteiksi ja aerosoleiksi. Kostuvat jauheet sisältävät
 20 tavallisesti 25, 50 tai 75 paino-% vaikuttavaa aineosaa
 ja sisältävät yleensä kiinteän inertin kantimen lisäksi
 3-10 paino-% dispergoimisainetta ja kun on tarpeen,
 0-10 paino-% stabiloimisainetta (-aineita) ja/tai muita
 lisäaineita kuten läpitunkevia aineita tai kiinnitteitä.
 25 Pölyt muodostetaan tavallisesti pölyväkevöitteeksi, jolla
 on sama koostumus kuin kostuvalla jauheella, mutta ilman
 dispergoimisainetta, ja ne laimennetaan kentällä kiinteällä
 lisäkantimella antamaan yhdistelmä, joka tavallisesti sisäl-
 tää 1/2-10 paino-% vaikuttavaa aineosaa. Rakeet valmistetaan
 30 tavallisesti seulakokoon väliltä 10-100 BS mesh
 (1 676-0,152 mm) ja voidaan valmistaa agglomerointi- tai
 kyllästysmenetelmillä. Yleensä rakeet sisältävät 0,5-75 pai-
 no-% vaikuttavaa aineosaa ja 0-10 paino-% lisäaineita,
 kuten stabiloimisaineita, pinta-aktiivisia aineita, hidas-
 35 ta vapautumista modifioivia aineita ja sideaineita. Niin-
 sanotut "kuivajuoksuiset jauheet" koostuvat suhteellisen
 pienistä rakeista, joilla on suhteellisen suuri vaikuttavan

aineosan pitoisuus. Emulgoituvat väkevöitteet sisältävät tavallisesti, liuottimen ja kun on tarpeen rinnakkaisliuottimen, lisäksi 10-50 paino/tilav.-% vaikuttavaa aineosaa, 2-20 paino/tilav.-% emulgoimisaineita ja 0-20 paino/tilav.-%
 5 muita lisäaineita, kuten stabiloimisaineita, läpätunkevuusaineita ja syöpymisenestoaineita. Suspensio-väkevöitteet saostetaan tavallisesti niin, että saad pysyvä, ei-sedimentoituva juokseva tuote ja tavallisesti se sisältää
 10 10-75 paino-% vaikuttavaa ainetta, 0,5-15 paino-% dispergoimisaineita, 0,1-10 paino-% suspendoimisaineita, kuten suoja-kolloideja ja tiksotrooppisia aineita, 0-10 paino-% muita lisäaineita kuten vaahtoamisenestoaineita, syöpymisenestoaineita, stabiloimisaineita, tunkeutuvuusaineita ja kiinnitteitä, sekä vettä tai orgaanista nestettä, johon
 15 vaikuttava aineosa on pääasiallisesti liukenematon; tiettyjä orgaanisia kiinteitä aineita tai epäorgaanisia suoloja voi olla läsnä liuotettuina yhdistelmään auttamaan estämään sedimentoitumista tai jäätyksenestoaineina vedelle.

Vesipitoiset dispersiot ja emulsiot, esimerkiksi
 20 yhdistelmät, jotka on saatu laimentamalla keksinnön mukaisesta kostuvaa jauhetta tai väkevöitetä vedellä, kuuluvat myös keksinnön piiriin. Nämä emulsiot voivat olla vesiöljyyn tai öljy-veteen-tyyppiä ja niillä voi olla paksu "majoneesin" kaltainen konsistenssi.

25 Keksinnön yhdistelmä voi sisältää myös muita aineosia, esimerkiksi muitayhdisteitä, joilla on herbisidisiä insektisidisiä tai fungisidisiä ominaisuuksia.

Keksintöä valaistaan seuraavissa esimerkeissä.

Esimerkki 1

30 a) 3-(2-kloori-4-trifluorimetyylifenoksi)-bentsoehapon nitraus

Edellä mainittu lähtöyhdiste (30 g) sekoitettiin metyleenidikloridin (40 ml) kanssa ja väkevää rikkihappoa (80 ml) sekä kaliumnitraattia (6,5 g) lisättiin 30 minuutin aikana jäähdyttäen lämpötilan pitämiseksi 0°C:ssa.
 35

Syntynyt reaktioseos kaadettiin jääveteen, uutettiin kloroformilla ja liuotin poistettiin antamaan vaaleankeltainen öljy, joka kiteytettiin uudelleen antamaan värittömiä kiteitä, sp. 149-155°C.

5 b) Tuote kohdasta a) (9 g) liuotettiin bentseeniin (50 ml) ja lisättiin tiputtaen ja sekoittaen tionyylikloridia (3,3 g) ja kuumennettiin palautusjäähdyttämällä kuivassa typpiatmosfäärissä 1 tunti. Liuotin poistettiin antamaan väritön öljy, joka käytettiin suoraan seuraavassa vaiheessa.

10 c) Kohdan b) tuote (9,5 g) liuotettuna asetoniin (50 ml) saatettiin reagoimaan trifenyylifosfiinin (13 g) ja bis(trifenyylifosfiini)kuperiboorihydridin (15,5 g) kanssa ja sekoitettiin ympäristön lämpötilassa 1 tunti. Reaktioseos suodatettiin ja liuotin poistettiin antamaan
15 oranssinvärinen öljy, joka liuotettiin kloroformiin ja sekoitettiin kuprokloridin kanssa 1 tunti, suodatettiin ja liuotin poistettiin. Syntynyt öljy puhdistettiin kromatografisesti ja kiteytettiin uudelleen antamaan värittömiä kiteitä, sp. 95-96°C 3-(2-kloori-4-trifluorimetyylifenoksi)-
20 6-nitribentsaldehydiä. Alkuaineanalyysi: löydetty:
C=48,9; H=1,9; N=3,9 %.

Laskettu: $C_9H_7NClF_3O_4$:lle: C=48,6; H=2,05; N=4,05 %.

 d) Hydroksyyliamiinihydrokloridia (8,2 g) liuotettiin veteen (30 ml) ja lisättiin natriumasetaattia (9,8 g),
25 mitä seurasi bentsaldehydi-tuote edellä kohdasta c) (5 g) sekä etanoli. Seosta sekoitettiin typpiatmosfäärissä palautusjäähdyttämällä kuumentaen kunnes saatiin kirkas liuos ja kuumentamista palautusjäähdytyksen jatkettiin sitten vielä 30 minuuttia. Lisättiin metyleenidikloridia ja vettä
30 (800 ml; 50/50), orgaaninen kerros erotettiin, pestiin, kuivattiin ja liuotin poistettiin antamaan keltainen öljy, joka puhdistettiin kromatografisesti ja kiteytettiin uudelleen antamaan värittömiä kiteitä, sp. 120°C.

e) N-kloorisukkiini-imidiä (1,1 g) lisättiin bentsaldoksiimin kohdasta d) (3 g) sekoituksenalaiseen liuokseen dimetyyliformamidissa (10 ml) 25°C:ssa ja seos kuumennettiin 50-60°C:seen reaktion alullepanemiseksi.

5 Lämpötila pidettiin sitten n. 50°C:ssa kloorisukkiini-imidin (4,4 g) loppuosan lisäämisnopeudella ja kuumentamalla/jäähdyttämällä. Tuote kaadettiin jääveteen, uutettiin 2 x eetterillä ja orgaaninen kerros pestiin ja kuivattiin. Liuottimen poistaminen antoi alfa-kloori-bentsaldoksiimin

10 värittömänä öljynä.

f) Kohdan e) alfa-klooribentsaldoksiimia (2 g) liuotettiin eetteriin (10 ml) metyyliakrylaatin (0,55 g) kanssa ja lisättiin sekoittaen ja tiputtaen typpiatmosfäärissä trietyyliamiinin (0,7 g) liuos eetterissä (5 ml) ympäristön lämpötilassa antamaan välitön trimetyyliamiini-hydrokloridi-sakka. Sakka suodatettiin pois ja liuotin poistettiin tyhjöissä antamaan vaalean keltainen öljy, joka puhdistettiin kromatografisesti antamaan kaavan I yhdiste miltei värittömänä öljynä, jossa kaavassa $R_1 = CF_3$; $R_2 = Cl$;

15 $R_3 = H$; $B = H$ ja $A = COOCH_3$.

20

Rakenne varmistettiin NMR:llä

Delta	3,55	d (J=9Hz)	2H
	3,9	s	3H
	5,25	t (J=9Hz)	1H
25	7,0-8,3	m	6H

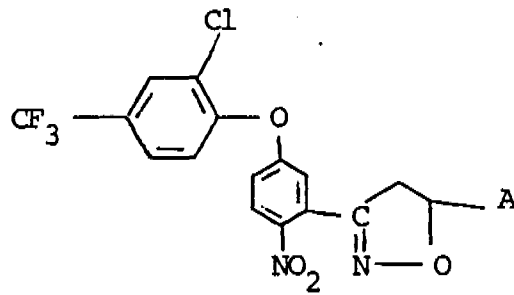
Alkuaineanalyysi. Löydetty: C 47,7; H = 2,7; N = 5,9 %

Laskettu $C_{18}H_{12}N_2ClF_3O_6$:lle C 48,6; H = 2,7; N = 6,3 %.

Esimerkit 2-10

30 Seuraten esimerkissä 1 kuvattuja samanlaisia menetelytapoja, mutta korvaamalla vaiheen f) metyyliakrylaatti vaihtoehtoisilla olefiini-johdannaisilla, valmistettiin lisäesimerkkejä keksinnön yhdisteistä, joiden rakenne vahvistettiin NMR:llä ja joiden kemialliset analyysit ja

35 ja fysikaaliset ominaisuudet on esitetty seuraavassa taulukossa 2.



Taulukko 1

Esim. nro	A	sp.	Analyysi						
			Laskettu			Löydetty			
			C	H	N	C	H	N	
5	2	CN	öljy	49,7	1,9	10,2	49,1	2,2	9,4
	3	COCH ₃	öljy	50,4	2,8	6,5	49,8	2,7	6,4
	4	SO ₂ Ph	öljy	50,1	2,7	5,3	50,4	3,1	4,9
10	5	fenyyli	öljy	57,1	3,0	6,1	57,1	3,0	6,0
	6	fenyyli	öljy	53,3	2,8	5,6	52,6	2,8	5,4
	7	OCH ₃	öljy	48,9	3,0	6,7	48,0	2,8	6,3
	8	OCOCH ₃	öljy	48,6	2,7	6,3	47,9	2,7	6,0
	9	PO(OC ₂ H ₅) ₂	öljy	45,9	3,6	5,3	45,7	3,7	4,6
15	10	CONH ₂	110	47,5	2,5	9,8	47,9	2,8	9,3

Esimerkki 11

- (A) 3-(2-kloori-4-trifluorimetyylifenoksi)-6-nitro-
 alfa-klooribentsaldoksiimia (valmistettu kuten esimerkis-
 sä 1 (e); (2 g) liuotettiin dietyylieetteriin (20 ml).
 5 Lisättiin dimetyylifumaraattia (1 g), liuotettuna kuivaan
 tetrahydrofuraaniin (5 ml) ja trietyyliamiinia (1 g) lisät-
 tiin tiputtaen voimakkaasti sekoittaen 1 minuutin aikana
 ympäristön lämpötilassa. Muodostui välitön trietyyliamiini-
 hydrokloridi-sakka. Lisättiin eetteri/vettä (50/50);
 10 200 ml) ja orgaaninen kerros erotettiin, pestiin ja kuivat-
 tiin antamaan oranssinvärinen öljy. Kromatografinen puh-
 distus, mitä seurasi uudelleenkiteyttäminen, antoi kitei-
 senkiinteän aineen, sp. 125°C, yhdisteen, jolla on kaava
 I, jossa $R_1=CF_3$; $R_2=Cl$; $R_3=H$; $A=COOCH_3$ ja $B=COOCH_3$.
 15 Rakenteella oli trans-konfiguraatio ja se vahvistettiin
 NMR:llä.
 Analyysi laskettu: C 47,75; H 2,8; N 5,55
 löydetty: C 47,75; H 2,8; N 5,55
- (B) Valmistettiin myös tämän saman yhdisteen cis-muoto
 20 ja se saatiin kiteisenä kiinteänä aineena, sp. 122°C,
 joka antoi seuraavan analyysin:
 Löydetty: C 47,9; H 2,7; N 5,5.

Esimerkki 12

Herbisidinen vaikutus

- 25 Keksinnön mukaisten yhdisteiden herbisidisen vaiku-
 tuksen arvioimiseksi niitä testattiin käyttäen seuraavaa
 edustavaa valikoimaa kasveja: maissi, Zea mays (Mz);
 riisi, Oryza sativa (R); piharuoho, Echinochloa crusgalli
 (BG); kaura, Avena sativa (O); pellavansimen, Linum
 30 usitatissimum (L); sinappi, Sinapsis alba (M); sokerijuu-
 rikas, Beta vulgaris (SB) ja soiijapapu, Glycine max (S).
 Testit jakautuvat kahteen ryhmään, ennen ilmaantu-
 mista ja ilmaantumisen jälkeen. Testit ennen ilmaantumista
 käsittävät yhdisteen nestevalmisteen suihkuttamisen maape-
 35 rään, johon edellä mainittujen kasvilajien siemeniä oli

kylvetty. Ilmaantumisen jälkeen testit käsittivät kaksi testityyppiä, nimittäin maaperän kastelu- ja lehdistön suihkutustestit. Maaperän kasvutesteissä maaperä, jossa edellä esitettyjen lajien kasvavia taimia kasvatettiin, 5 kasteltiin nestemäisellä valmisteella, joka sisälsi keksinnön yhdistettä, ja lehdistön suihkutustestissä kasvavia taimia suihkutettiin tällaisella valmisteella.

Näissä testeissä käytetty maaperä oli kuohkeaa valmistettua puutarhasavea.

10 Testeissä käytetyt valmistemuodot valmistettiin testiyhdisteiden liuoksista asetonissa, joka sisälsi 0,4 paino-% alkyylifenoli/etyleenioksidi-kondensaattia, jota on saatavissa kauppamerkillä TRITON X-155. Nämä asetoni-liuokset laimennettiin vedellä ja syntyneitä valmisteita levitettiin 15 annostasoilla, jotka vastaavat 5 kg tai 1 kg aktiivista ainetta hehtaaria kohti tilavuusekvivalentissa 600 litraan/hehtaari maaperän suihkutusta ja lehdistön suihkutustestissä, ja annostasolla, joka vastaa 10 kg aktiivista ainetta/hehtaari tilavuusekvivalentissa n. 3 000 litraan asti/ha maaperän 20 kastelutesteissä.

Testeissä ennen ilmaantumista käsittelemätöntä kylvettyä maaperää ja ilmaantumisen jälkeisissä testeissä käsittelemätöntä maaperää, jolla oli kasvavia taimia, käytettiin kontrolleina.

25 Testiyhdisteiden herbisidiset vaikutukset arvioitiin silmämääräisesti 12 päivää lehdistön ja maaperän suihkuttamisen jälkeen ja 13 päivää maaperän kastelun jälkeen ja merkittiin muistiin asteikolla 0-9. Arvosana 0 osoittaa kasvua käsittelemättömänä kontrollina ja arvosana 9 30 osoittaa kuolemaa. Yhden yksikön lisäys suoraviivaisella mittakaavalla vastaa likimäärin 10 %:n lisäystä vaikutusmäärässä.

Testien tulokset on esitetty taulukossa II.

Taulukko II

Yhdiste esim. nro	Maaperän kastelu 10/kg/ha								Annos kg/ha	Lehdistön suihkutus								Ennen ilnaantumista							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
1	8	7	8	9	9	8	9	5	5	9	7	9	9	9	9	9	7	4	6	9	8	9	9	9	5
								1	1	6	5	6	5	9	9	9	6		3	2	8	6	8	9	2
2	6	6	8	7	5	9	8		5	6	2	7	4	9	9	9	7		1	5	3	7	9	2	
								1	1	5	2	5	4	9	9	9	5		1	2	2	5	7	1	
3	6	7	7	7	8	8	9	5	5	8	4	7	6	9	9	9	9			8	3	9	9	9	
								1	1	5	3	5	4	9	9	9	9			6	2	7	7	9	
4									5	5	4	6	5	9	8	7	7			6	4	4	5	9	
								1	1	1	2	3	4	8	7	7	6			4	3	3	4	8	

Taulukko II (jatk).

Yhdiste esim. nro	Maaperän kastelu 10/kg/ha						Annos kg/ha	Lehdistön suihkut						Ennen ilmaantumista												
	Mz	R	BG	O	L	M		SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S									
5	5						5	6	4	6	4	7	7	7	5	1	1	7	7	8						
							1	5	2	4	2	6	5	5	5	1		6	7	7						
6	1	6	4	5	3	7	5	6	5	9	6	9	9	9	7	2	6	8	4	7	8	9	4			
							1	5	4	7	5	9	8	9	7	1	4	6	4	7	7	9	2			
7	4	4	7	7	8	6	5	7	5	8	6	9	9	9	9	3	4	8	5	9	9	9	8			
							1	4	5	7	4	9	9	9	8	2	1	8	4	7	8	9	5			
8	6	5	7	5	4	6	5	6	5	8	6	9	9	9	9	6	5	9	6	9	9	9	8			
							1	6	4	6	4	9	9	9	7	4	2	7	4	8	8	9	6			
9	2	7	6	5	5	9	5	6	4	6	5	9	9	9	8	2	3	6	4	9	9	9	7			
							1	5	2	5	4	9	9	8	5	1	2	4	3	7	7	9				

Taulukko II (jatk.)

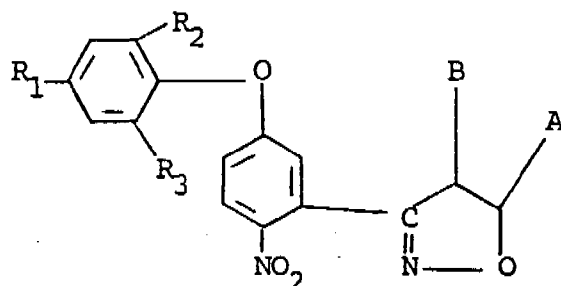
Yhdiste esim. nro	Maaperän kastelu 10/kg/ha										Annos kg/ha	Lehdistö. suihkut										Ennen ilmestymistä									
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S				Mz	R	BG	O	L	M	SB	S			Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		
10		8	6	8	8	7	9	8	5	5	1	5	3	8	7	9	9	9	8	8	7	6	9	7	9	9	9	8			
11A		5	7	3	5	7	9	8	2	5	1	7	4	3	9	9	8	7	4	1	3	5	6	9	9	9	8				
11B		3	7	3	6	7	9	9		5	1	6	4	6	5	9	9	8	8	3	3	3	3	9	9	9	8	9			

Patenttivaatimukset:

1. Difenyyllieetteri-syklisiä imiini-johdannaisia, joilla on yleinen kaava I

5

10



jossa R_1 on halogeeniatomi tai haloalkyyli; R_2 ja R_3 , jotka voivat olla samanlaisia tai erilaisia, edustavat kumpikin itsenäisesti vety- tai halogeeniatomia tai nitroa, syaania tai haloalkyyliä; A on syaani, alkyyli, aryyli, alkoksi, aryylioksi, alkyyylitio tai aryyylitio tai niiden S-hapettuja johdannaisia, asyyli, asyylioksi tai alkoksikarbonyyli; ja B on vetyatomi tai sillä on joku A:lle annetuista merkityksistä.

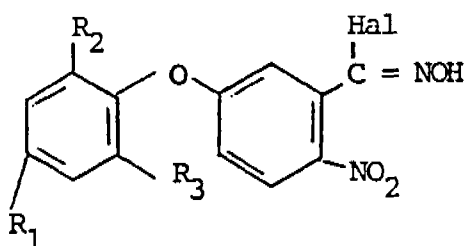
2. Patenttivaatimuksen 1 mukaisia yhdisteitä, t u n n e t t u siitä, että R_1 on trifluorimetyyli; R_2 on klooriatomi ja R_3 on vetyatomi.

25 3. Patenttivaatimusten 1 tai 2 mukaisia yhdisteitä, t u n n e t t u siitä, että B on vetyatomi tai alkoksikarbonyyli, jossa alkyyli-osa sisältää korkeintaan 6 hiiliatomia.

30 4. Jonkun patenttivaatimuksen 1 2 tai 3 mukaisia yhdisteitä, t u n n e t t u siitä, että A on syaani, fenyyli, aryytio tai aryylisulfonyyli, alkoksi, karbamoyyli, alkyylifosfonaatti tai alkyylikarbonyyli, alkyylikarbonyylioksi tai alkoksikarbonyyli, jossa alkyyli-osa sisältää korkeintaan 6 hiiliatomia.

5. Patenttivaatimusten 3 ja 4 mukaisia yhdisteitä, t u n n e t t u siitä, että B on vetyatomi tai metoksikarbonyyli ja A on syaani, fenyyli, fenyyllitio, fenyyllisulfonyyli, metoksi, karbamoyyli, dietyylifosfonaatti, asetyyli, asetoksi tai metoksikarbonyyli.

6. Menetelmä yhdisteen valmistamiseksi, jolla on patenttivaatimuksessa 1 määritelty yleinen kaava I, t u n n e t t u siitä, että haloalkoksiimi, jolla on kaava II



saatetaan reagoimaan olefiini-johdannaisen kanssa, jolla on kaava B-CH=CH-A, joissa R₁, R₂, R₃, A ja B tarkoittavat samaa kuin patenttivaatimuksessa 1 ja Hal on halogeeni, emäksen läsnäollessa.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, aina kun se on valmistettu patenttivaatimuksen 6 mukaisella menetelmällä.

8. Herbisidinen yhdistelmä, t u n n e t t u siitä, että se sisältää jonkun patenttivaatimuksen 1-5 ja 8 mukaisen yhdisteen, yhdessä kantimen kanssa.

9. Menetelmä ei-toivotun kasvien kasvun torjumiseksi paikallaan, t u n n e t t u siitä, että paikkaa käsitellään jonkun patenttivaatimuksen 1-5 ja ~~7~~ mukaisella yhdisteellä tai patenttivaatimuksen 8 mukaisella yhdistelmällä.

10. Jonkun patenttivaatimuksen 1-5 ja ~~7~~ mukaisen yhdisteen käyttö herbisidinä.