



Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 5689/84

(51) Int.Cl.5

(22) Indleveringsdag: 29 nov 1984

A 01 N 43/12

(41) Alm. tilgængelig: 03 jun 1985

A 01 N 43/38

(44) Fremlagt: 19 okt 1992

A 01 N 47/36

(86) International ansøgning nr.: -

C 07 D 209/44

(30) Prioritet: 02 dec 1983 GB 8332268 11 maj 1984 GB 8412061

C 07 D 307/87

C 07 D 405/06

(71) Ansøger: *SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.; Carel van Bylandtlaan 30; 2596 Haag, NL

(72) Opfinder: Ernest *Haddock; GB, Michael Thomas *Clark; GB, Ian James *Gilmore; GB

(74) Fuldmægtig: Plougmann & Vingtoft A/S

(54) Herbidt præparat omfattende et diphenyletherderivat, diphenyletherderivater til anvendelse i herbicide præparater, analogifremgangsmåde til fremstilling af sådanne diphenyletherderivater og fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst under anvendelse af præparatet eller diphenyletherderivatet

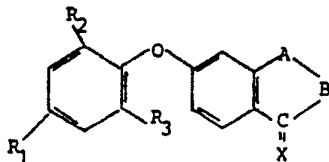
(56) Fremdragne publikationer

Andre publikationer: C.A. 73 p 349 mo 98664 z (1970)
J. Org. Chem. 42 pp 3414-19 (1977)
J. Org. Chem. 42 pp 3425-31 (1977)
J. Org. Chem. 45 pp 1374-79 (1980)

(57) Sammen drag:

5689-84

Herbicidpræparat, der som aktiv bestanddel indeholder et diphenyl-etherderivat med den almene formel I



hvor R_1 betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en alkyl- eller halogenalkylgruppe;

R_2 og R_3 , som kan have samme eller forskellig betydning, uafhængigt af hinanden betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en alkyl-, halogenalkyl-, nitro- eller cyanogruppe;

A og B, som kan have samme eller forskellig betydning, uafhængigt af hinanden betegner en divalent gruppe, der er valgt blandt

$>C(R_4)_2$; $-X-$; $>N-R_5$; $>C=X$ og $>SO_2$, under forudsætning af, at når A betegner $-X-$ eller $>CO_2$, skal B være forskellig fra A og kan ikke

fortsættes

være $>C=X$;

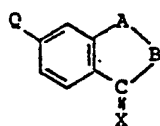
hvert symbol R_4 , som kan have samme eller forskellig betydning, betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en eventuelt substitueret alkyl-, cycloalkyl-, alkenyl-, alkynyl-, aryl-, aralkyl-, alkaryl-, alkoxy-, cycloalkoxy-, alkenyloxy-, alkynyloxy-, alkoxy-carbonylalkoxy-, alkylthio-, acyl-, acyloxy-, carboxy- eller alkoxy-carbonylgruppe, en heterocyclisk gruppe, en aminogruppe med formlen NR_6R_7 , eller, når det ene symbol R_4 betegner et hydrogenatom, en alkoxygruppe eller en carbonhydridgruppe, det andet da kan betegne en hydroxygruppe, eller begge symboler R_4 tilsammen kan betegne en iminogruppe med formlen $=NR_6$;

R_5 betegner et hydrogenatom, en carboxy- eller hydroxygruppe eller en eventuelt substitueret alkyl-, alkoxy-, aralkyl-, alkoxy-carbonyl- eller alkoxy-carbonylalkylgruppe eller en aminogruppe med formlen NR_6R_7 ;

R_6 og R_7 , som kan have samme eller forskellig betydning, hver betegner et hydrogenatom eller en eventuelt substitueret alkyl-, aryl- eller acylgruppe;

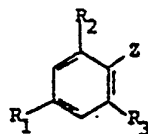
og X, både i formel I og i substituenterne deri, betegner et oxygen- eller svovlatom.

Forbindelser med formlen I, bortset fra 4-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phthalsyreanhydrid, er hidtil ukendte og fremstilles ved omsætning af et phthalid med formlen II



II

med en forbindelse med formlen III



III

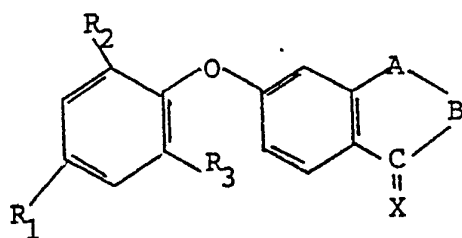
hvor det ene af symbolerne Z og Q betegner et halogenatom eller en nitrogruppe, og det andet betegner en gruppe -OM, hvor M betegner et hydrogen- eller alkalimetallatom, hvorefter der omsættes med phosphor-pentasulfid til fremstilling af thiophthalidet, eller der omsættes med et halogeneringsmiddel og derefter eventuelt med et hydrolyseringsmiddel, til dannelse af forbindelser, der indeholder henholdsvis halogen- og hydroxymethylen.

Den foreliggende opfindelse angår et herbicid præparat indeholdende et diphenyletherderivat, en fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst, diphenyletherderivater til anvendelse i et sådant præparat eller en sådan fremgangsmåde, samt en fremgangsmåde til fremstilling af sådanne diphenyletherderivater.

Visse substituerede phenoxyphthalater er beskrevet som herbicider i USA-patentskrift nr. 4.334.915 tilligemed det tilsvarende phenoxyphthalsyreanhydrid. Dette anhydrid er kun beskrevet som et nyttigt mellemprodukt til fremstilling af phthalaterne, og der er ingen antydning af, at anhydridet i sig selv kan have nogen biologisk virkning. Det har nu vist sig, at sådanne phenoxyphthalsyreanhydrider og visse andre diphenylethere, som indeholder en kondenseret ring-substituent i 3,4-stilling, opviser interessant herbicid virkning.

Phenoxyphthalsyrederivater er desuden beskrevet i litteraturen, fx i J.Org.Chem. 42, pp. 3414-3419 og pp. 3425-3431 (1977), i J.Org.Chem 45, pp. 1374-1379 (1980) og Chem.Abstacts, 70, 98664z (1970), men det nævnes ikke, at disse forbindelser har herbicid aktivitet.

Den foreliggende opfindelse angår et herbicid præparat, som omfatter et bærestof og som aktiv bestanddel et diphenyletherderivat med den almene formel I



hvor R_1 betegner en halogenalkylgruppe;
 R_2 og R_3 , som kan have samme eller forskellig betydning, uafhængigt af hinanden betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en nitro- eller cyanogruppe;
A betegner en divalent gruppe, der er valgt blandt $>C(R_4)_2$ og $-C=O$;

hvert symbol R_4 , som kan have samme eller forskellig betydning, betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en alkyl-, alkoxy-, cycloalkoxy-, alkenyloxy-, alkynyloxy-, alkoxycarbonylalkoxy-, hydroxyalkoxy-, haloalkoxy-, alkoxyalkoxy-, alkylthio-, eller alkoxy-
5 carbonylgruppe, eller en pyrrolylgruppe, en aminogruppe med formelen NR_6R_7 , eller, når det ene symbol R_4 betegner et hydrogenatom eller en alkylgruppe, det andet da kan betegne en hydroxygruppe;

B betegner et oxygenatom eller en gruppe valgt blandt $=CH_2$ og $-N-R_5$, hvor R_5 betegner et hydrogenatom, eller en alkyl-, aralkyl- eller
10 alkoxycarbonylalkylgruppe;

R_6 og R_7 , som kan have samme eller forskellig betydning, hver betegner et hydrogenatom eller en alkyl-, halophenyl-, alkylcarbonyl-, alkylcarbamoylel eller alkylsulphonylgruppe;

og X betegner et oxygen- eller svovlatom.

15 Eksempler på egnet alkylsulfonyl er methylsulfonyl.

Når nogen af de ovenfor nævnte substituenten betegner eller indeholder en alkyl-, alkenyl- eller alkynyl-substituentgruppe, kan denne være lineær eller forgrenet og kan indeholde op til 10, fortrinsvis op til 6, carbonatomer, og egnede eksempler herpå er methyl, ethyl,
20 propyl, allyl og propynyl. Når de indeholder en cycloalkylsubstituentgruppe, kan denne indeholde fra 3 til 10, fortrinsvis 5-8, carbonatomer, og er hensigtsmæssigt cyclohexyl. Når de indeholder en halogenalkyl-substituentgruppe, indeholder denne hensigtsmæssigt op til 6, fortrinsvis op til 4, carbonatomer, og halogenatomet er hensigtsmæssigt fluor eller chlor, idet der især foretrækkes trifluor-
25 methyl. Når sådanne grupper indeholder en arylsubstituentgruppe, er denne fortrinsvis en phenylgruppe.

Foretrukne præparater er sådanne, i hvilke den aktive bestanddel er en forbindelse med den almene formel I, hvor X betegner et oxygen-
30 atom;

A betegner en carbonylgruppe, en gruppe $C(R_4)_2$, hvor det ene symbol R_4 betegner et hydrogenatom eller en alkyl- eller alkoxygruppe med op til 4 carbonatomer, især methyl eller methoxy, og det andet symbol R_4 betegner et hydrogen- eller halogenatom, især chlor eller brom,

5 hydroxy, alkyl med op til 4 carbonatomer, især methyl, alkoxy med op til 4 carbonatomer, især methoxy, ethoxy eller propoxy, eventuelt substitueret med et halogenatom, især chlor, eller hydroxy eller alkoxy, især methoxy, cycloalkoxy med 5-8 carbonatomer, især cyclohexyloxy, alkenyloxy eller alkynyloxy med højst 6 carbonatomer,

10 især allyloxy eller propynyloxy, alkoxycarbonylalkoxy, især ethoxycarbonylethoxy, alkylthio med højst 4 carbonatomer, især methyl- eller propylthio, pyrrolyl eller amino med den almene formel NR_6R_7 , hvor R_6 betegner et hydrogenatom eller alkyl med op til 4 carbonatomer, især methyl, og R_7 betegner alkyl med op til 4 carbonatomer,

15 især methyl, phenyl, der er substitueret med mindst ét halogenatom, især chlor, eller alkylcarbonyl, alkylcarbamoyl eller alkylsulfonyl, især acetyl, dimethylcarbamoyl eller methylsulfonyl; og

B betegner et oxygenatom eller en gruppe NR_5 , hvor R_5 betegner et hydrogenatom, alkyl med højst 4 carbonatomer, især methyl, benzyl

20 eller alkoxycarbonylalkyl med højst 8 carbonatomer, især ethoxycarbonylmethyl eller ethoxycarbonylethyl.

Særlig foretrukne præparater er sådanne, hvor den aktive bestanddel er en forbindelse, hvor R_1 betegner en trifluormethylgruppe, R_2 betegner et halogenatom, især chlor, og R_3 betegner et hydrogenatom.

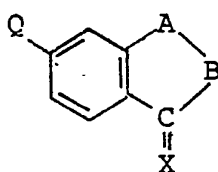
25 Med en enkelt undtagelse er forbindelserne med formlen I hidtil ukendte, og opfindelsen omfatter også de hidtil ukendte forbindelser per se til anvendelse i præparatet ifølge opfindelsen. De hidtil ukendte forbindelser er diphenyletherderivater med formlen I, hvor symbolerne A, B, R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 og R_7 har den ovenfor anførte

30 betydning, bortset fra 4-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phthal-syreanhydrid.

Det er klart, at når substituenternes natur er en sådan, at der indføres et asymmetrisk carbonatom, da vil den resulterende forbindelse eksistere i stereoisomere former. Nogle substituentkombinatio-

ner muliggør endvidere forekomsten af tautomere former. Den foreliggende opfindelses omfang omfatter disse forskellige former af forbindelserne og deres blandinger og herbicide præparater indeholdende den aktive bestanddel i sådanne isomere former og blandinger.

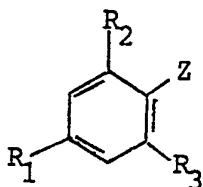
- 5 Opfindelsen angår endvidere en analogifremgangsmåde til fremstilling af de hidtil ukendte diphenylethere som defineret ovenfor, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at et phthalid med den almene formel II



II

10

omsættes med en forbindelse med den almene formel III



III

15

- i hvilke almene formler A, B, X, R₁, R₂ og R₃ har den i forbindelse med formelen I anførte betydning; det ene af Z og Q betegner et halogenatom, især chlor, eller en nitrogruppe, og det andet symbol betegner en gruppe med formelen -OM, hvor M betegner et hydrogenatom eller et alkalimetallatom. Reaktionen foretages bekvemt ved at omsætte en forbindelse med formelen II, hvor Q er hydroxy, med et alkalimetallhydroxid i et alkanolopløsningsmiddel, fx ethanol, hvorved der dannes det tilsvarende alkalimetalsalt, som derefter omsættes med en forbindelse med formelen III, hvor Z betegner et chloratom. Omsætningen mellem dette salt og chlorforbindelsen foretages fortrinsvis i et egnet organisk opløsningsmiddel, fx dimethylsulfoxid, sulfolan, dimethylformamid eller dimethylacetamid ved forhøjet temperatur, fx
- 20
- 25

ved over 25°C og især ved mellem 40°C og tilbagesvalingstemperatur, bekvemt under tilbagesvalingstemperatur, og tillige under en inert atmosfære, fx nitrogen.

Forbindelser, i hvilke X i formel I betegner svøvl, kan fås ud fra de
 5 tilsvarende oxygenanaloge ved omsætning med phosphorpentasulfid.
 Forbindelser, hvor A betegner en halogenmethylen gruppe, kan hensigts-
 mæssigt fås ved at omsætte den tilsvarende methylenforbindelse med et
 egnet halogeneringsmiddel. Således kan en forbindelse, hvor A beteg-
 ner CHBr, fås ved at omsætte den tilsvarende $A=>CH_2$ -forbindelse med
 10 N-bromsuccinimid, hensigtsmæssigt i nærværelse af et peroxid såsom
 benzoylperoxid og i et opløsningsmiddel såsom carbontetrachlorid.
 Forbindelser, hvor A betegner en hydroxymethylen gruppe, kan fås ved
 hydrolyse af den tilsvarende halogenmethylenforbindelse.

Forbindelser, hvor X og B i formel I begge betegner et oxygenatom, og
 15 A betegner gruppen $C(R_4)_2$, hvori det ene symbol R_4 betegner et hydro-
 genatom, og det andet har en af de ovenfor anførte betydninger,
 bortset fra hydrogen eller hydroxy, kan fås ud fra den tilsvarende
 forbindelse, hvor A betegner CH(OH), ved omsætning med et reagens med
 formelen HR_4 , hvor R_4 har den i forbindelse med formel I anførte
 20 betydning, bortset fra hydrogen eller hydroxy, eller, når R_4 betegner
 en carboxylisk acyloxygruppe, et acylanhydrid med formelen Ac_2O , hvor
 Ac betegner en alkylcarbonylgruppe. Reaktionen foretages hensigtsmæs-
 sigt ved at koge reaktionsblandingen under tilbagesvaling. I nogle
 tilfælde kan reaktanten HR_4 anvendes i overskud og udgøre et bekvemt
 25 reaktionsopløsningsmiddel; i andre tilfælde kan det være bekvemt at
 indføre reagenset HR_4 som en opløsning i et organisk opløsningsmid-
 del, fx acetonitril eller methylethylketon.

Forbindelserne med den almene formel I har vist sig at have interes-
 sant aktivitet som herbicider. Opfindelsen angår derfor også anven-
 30 delsen som herbicid af en sådan forbindelse eller et sådant præparat
 ifølge opfindelsen. Ifølge opfindelsen er der endvidere tilvejebragt
 en metode til bekæmpelse af uønsket plantevækst på et sted ved at
 behandle stedet med en forbindelse eller et præparat ifølge opfindel-
 sen. Påføring på stedet kan foregå før opløbning eller efter opløb-

ning. Doseringen af den aktive bestanddel kan fx være mellem 0,05 og 4 kg/ha.

Et bærestof i et præparat ifølge opfindelsen er et hvilket som helst materiale, med hvilket den aktive bestanddel formuleres for at lette
5 påføring på det sted, der skal behandles, hvilket fx kan være planter, frø eller jord, eller for at lette oplagring, transport eller håndtering. Et bærestof kan være fast eller flydende, herunder materialer, som normalt er gasformige, men som er komprimeret til dannelsen af en væske, og der kan anvendes alle de bærestoffer, der normalt
10 anvendes til at formulere herbicide præparater. Foretrukne præparater ifølge opfindelsen indeholder 0,5-95 vægtprocent aktiv bestanddel.

Egnede faste bærestoffer omfatter naturlige og syntetiske lerarter og silicater, fx naturlige siliciumdioxidier såsom diatoméjord; magnesiumsilicater, fx talkum; magnesiumaluminiumsilicater, fx attapulgiter
15 og vermiculiter; aluminiumsilicater, fx kaolinit, montmorillonit og glimmerarter; calciumcarbonat; calciumsulfat; ammoniumsulfat; syntetiske hydratiserede siliciumoxider og syntetiske calcium- eller aluminiumsilicater; grundstoffer, fx kul og svovl; naturlige og syntetiske harpikser, fx cumaron-harpikser, polyvinylchlorid og
20 styrenpolymerer og -copolymerer; faste polychlorphenoler; bitumen; voksarter; og faste gødningsstoffer, fx superphosphater.

Egnede flydende bærestoffer omfatter vand; alkoholer, fx isopropanol og glycoler; ketoner, fx acetone, methylethylketon, methylisobutylketon og cyclohexanon; etherer; aromatiske eller araliphatiske carbonhydrider, fx benzen, toluen og xylen; jordoliefraktioner, fx petroleum
25 og lette mineralolier; chlorerede carbonhydrider, fx carbontetrachlorid, perchlorethylen og trichlorethan. Blandinger af forskellige væsker er ofte velegnede.

Præparater til landbrugsformål bliver ofte formuleret og transporteret i koncentreret form, som derefter fortyndes af brugeren før
30 påføring. Forekomsten af små mængder af et bærestof, som er et overfladeaktivt middel, letter denne fortyndingsproces. Mindst ét bærestof i et præparat ifølge opfindelsen er derfor fortrinsvis et over-

fladeaktivt middel. Fx kan præparatet indeholde mindst to bærestoffer, af hvilke mindst ét er et overfladeaktivt middel.

- Et overfladeaktivt middel kan være en emulgator, et dispergeringsmiddel eller et befugtningsmiddel; det kan være ikke-ionisk eller ionisk. Eksempler på egnede overfladeaktive midler omfatter natrium- eller calciumsaltene af polyacrylsyrer og ligninsulfonsyrer; kondensationsproduktet af fedtsyrer eller aliphatiske aminer eller amider indeholdende mindst 12 carbonatomer i molekylet med ethylenoxid og/eller propylenoxid; fedtsyreestere af glycerol, sorbitan, saccharose eller pentaerythritol; kondensater af disse med ethylenoxid og/eller propylenoxid; kondensationsprodukter af fedtalkohol eller alkylphenoler, fx p-octylphenol eller p-octylcresol, med ethylenoxid og/eller propylenoxid; sulfater eller sulfonater af disse kondensationsprodukter; alkalimetall- eller jordalkalimetalsalte, fortrinsvis natriumsalte, af svovlsyre- eller sulfonsyreestere indeholdende mindst 10 carbonatomer i molekylet, fx natriumlaurylsulfat, natriumsek.-alkylsulfater, natriumsalte af sulfoneret ricinusolie og natriumalkylarylsulfonater såsom dodecylbenzensulfonat; og polymerer af ethylenoxid og copolymerer af ethylenoxid og propylenoxid.
- Præparaterne ifølge opfindelsen kan fx formuleres som befugtelige pulvere, puddermidler, granuler, opløsninger, emulgerbare koncentreter, emulsioner, suspensionskoncentreter og aerosoler. Befugtelige pulvere indeholder normalt 25, 50 eller 75 vægtprocent aktiv bestanddel og indeholder normalt foruden fast inert bærestof 3-10 vægtprocent dispergeringsmiddel og, om nødvendigt, 0-10 vægtprocent stabilisator(er) og/eller andre additiver såsom penetranter eller vedhæftningsforbedrende midler. Puddermidler formuleres normalt som et pudderkoncentrat med lignende sammensætning som en befugtelig pulver, men uden dispergeringsmiddel, og de fortyndes i marken med yderligere fast bærestof til dannelsen af et præparat, der normalt indeholder 0,5-10 vægtprocent aktiv bestanddel. Granuler fremstilles normalt i en størrelse på mellem 10 og 100 BS mesh (1,676-0,152 mm) og kan fremstilles ved agglomererings- eller imprægneringsteknikker. Generelt vil granuler indeholde 0,5-75 vægtprocent aktiv bestanddel og 0-10 vægtprocent additiver såsom stabilisatorer, overfladeaktive midler, midler til modificering af langsom frigørelse og bindemidler. De

så kaldte "tørre flydbare pulvere" består af relativt små granuler med en relativt høj koncentration af aktiv bestanddel. Emulgerbare kon-
centrater indeholder normalt foruden et opløsningsmiddel og, om
nødvendigt, co-opløsningsmiddel, 10-50 vægt/volumenprocent aktiv
5 bestanddel, 2-20 vægt/volumenprocent emulgatorer og 0-20 vægt/volu-
menprocent andre additiver såsom stabilisatorer, penetranter og
korrosionsinhibitorer. Suspensionskoncentrater formuleres normalt
således, at der dannes et stabilt, ikke-sedimenterende flydbart pro-
dukt og indeholder normalt 10-75 vægtprocent aktiv bestanddel, 0,5-15
10 vægtprocent dispergeringsmidler, 0,1-10 vægtprocent suspenderingsmid-
ler såsom beskyttelseskolloider og thixotrope midler, 0-10 vægtpro-
cent andre additiver såsom skumdæpende midler, korrosionsinhibito-
rer, stabilisatorer, penetranter og vedhæftningsforbedrende midler og
vand eller en organisk væske, i hvilken den aktive bestanddel er i
15 det væsentlige uopløselig; visse organiske faste stoffer eller uor-
ganiske salte kan forekomme opløst i præparatet for at medvirke til
at forhindre sedimentation eller virke som antifrysemidler for vand.

Vandige dispersioner og emulsioner, fx præparater dannet ved for-
tynding af et befugteligt pulver eller et koncentrat ifølge opfindel-
20 sen med vand, ligger også inden for opfindelsens omfang. Disse emul-
sioner kan være af vand-i-olie-typen eller af olie-i-vand-typen og
kan have en tyk "mayonnaiseagtig" konsistens.

Præparatet ifølge opfindelsen kan også indeholde andre bestanddele,
fx andre forbindelser med herbicid, insecticid eller fungicid virk-
25 ning.

Opfindelsen belyses nærmere ved nedenstående eksempler:

EKSEMPEL 1

5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)phthalid

5,5 g 5-hydroxyphthalid blev opløst i 50 ml ethanol, 2,5 g kaliumhy-
30 droxid blev tilsat, og opløsningen blev kogt under tilbagesvaling i 3
timer. Opløsningsmidlet blev fjernet, remanensen opløst i 50 ml di-

- methylsulfoxid og 8,2 g 3,4-dichlorbenzotrifluorid tilsat. Blandingen blev omrørt under tørt nitrogen ved 160°C i 18 timer, hvorefter den blev afkølet, hældt ud i is og neutraliseret med fortyndet saltsyre, og produktet blev ekstraheret med methylenchlorid, hvorved man fik
- 5 det ønskede produkt, smeltepunkt 109-111°C.

Analyse:

Beregnet for $C_{15}H_8O_3ClF_3$: C 54,8 H 2,4.

Fundet: C 54,8 H 2,5.

EKSEMPEL 2

- 10 5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-bromphthalid

- 1,5 g af det ifølge eksempel 1 fremstillede produkt og 0,82 g N-brom-succinimid blev opløst i 25 ml tørt carbontetrachlorid, og en lille pellet benzoylperoxid blev tilsat. Reaktionsblandingen blev kogt under tilbagesvaling under omrøring i kraftigt lys, da succinimidet
- 15 begyndte at udfælde. Blandingen blev afkølet, filtreret og vasket med carbontetrachlorid og opløsningsmidlet fjernet. Chromatografisk adskillelse (siliciumdioxidkolonne; methylenchlorideluant) gav en blegorange viskos olie som det ønskede produkt.

Analyse:

- 20 Beregnet for $C_{15}H_7ClBrF_3O_3$: C 44,2 H 1,7.

Fundet: C 44,2 H 1,9.

EKSEMPEL 3

5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-1-thiophthalid

- 1,55 g af det ifølge eksempel 1 fremstillede produkt og 2,2 g phosphorpentasulfid blev kogt under tilbagesvaling i 15 ml natriumtørret dioxan i 1 time under omrøring. Reaktionsblandingen blev afkølet, filtreret, tørret, vasket med methylenchlorid og rensat chromatografisk, hvorved man fik et bleggult fast stof, smeltepunkt 86-88°C.
- 25

Analyse:

- 30 Beregnet for $C_{15}H_8ClO_2SF_3$: C 52,2 H 2,3.

Fundet: C 51,8 H 2,3.

EKSEMPEL 4

N-Benzyl-5-(2'-nitro-4'-trifluormethylphenoxy)phthalimid

- 0,84 g N-benzyl-5-hydroxyphthalimid og 0,19 g kaliumhydroxid blev opløst i 50 ml ethanol, og opløsningsmidlet blev afdampet. Remanensen blev opløst i 50 ml dimethylsulfoxid og 0,75 g 4-chlor-3-nitrobenzotrifluorid tilsat. Blandingen blev opvarmet til 180°C i 6 timer og hældt ud i vand. Blandingen blev ekstraheret med ethylacetat, og ethylacetatfasen blev fraskilt, tørret og inddampet til dannelse af en bleggul olie. Olien krystalliserede af ethanol i form af bleggule 10 prismer, smeltepunkt 166-167°C.

Analyse:

Beregnet for $C_{22}H_{13}F_3N_2O_5$: C 59,7 H 2,9 N 6,3.

Fundet: C 59,8 H 3,0 N 6,6.

EKSEMPEL 5

- 15 N-Benzyl-5-(2'-chlor-4'-trifluormethylphenoxy)phthalimid

Ved at gå frem på lignende måde som beskrevet i eksempel 4, men ved at anvende 3,4-dichlorbenzotrifluorid i stedet for 4-chlor-3-nitrobenzotrifluorid, fik man det ønskede produkt i form af et hvidt fast stof, smeltepunkt 119-121°C.

- 20 Analyse:

Beregnet for $C_{22}H_{13}F_3ClNO_3$: C 61,2 H 3,0 N 3,25.

Fundet: C 61,2 H 2,9 N 3,0.

EKSEMPEL 6

5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-hydroxyphthalid

- 25 Det ifølge eksempel 2 fremstillede produkt blev kogt under tilbagesvaling med 20 ml vand i 3 dage, og reaktionsblandingen blev ekstraheret med methylenchlorid og tørret. Fjernelse af opløsningsmidlet og chromatografisk rensning gav det ønskede produkt, smeltepunkt 145-147°C.

Analyse:

Beregnet for $C_{15}H_8O_4ClF_3$: C 52,2 H 2,3.

Fundet: C 51,9 H 2,4.

EKSEMPEL 7

5 5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-methoxyphthalid

A) 5,5 g 5-hydroxyphthalid blev opløst i 50 ml ethanol, 2,5 g kaliumhydroxid tilsat og blandingen kogt under tilbagesvaling i 3 timer. Opløsningsmidlet blev fjernet, remanensen blev opløst i 50 ml dimethylsulfoxid, og 8,2 g 3,4-dichlorbenzotrifluorid blev tilsat. Blandingen blev omrørt under tørt nitrogen i 18 timer ved 160°C, hvorefter den blev afkølet, hældt ud i is og neutraliseret med fortyndet saltsyre, og produktet blev ekstraheret med methylenchlorid.

B) 1,5 g af det ifølge A vundne produkt og 0,82 g N-bromsuccinimid blev opløst i 25 ml tørt carbontetrachlorid og en lille pellet benzoylperoxid tilsat. Reaktionsblandingen blev kogt under tilbagesvaling under omrøring under kraftigt lys, da succinimid begyndte at udfælde. Blandingen blev afkølet, filtreret og vasket med carbontetrachlorid og opløsningsmidlet fjernet. Chromatografisk adskillelse (siliciumdioxidkolonne; methylenchlorid som eluant) gav en blegorange viskos olie.

C) Det ifølge B vundne produkt blev kogt under tilbagesvaling med 20 ml vand i 3 dage, og reaktionsblandingen blev ekstraheret med methylenchlorid og tørret. Fjernelse af opløsningsmidlet og chromatografisk rensning gav 5-(2'-chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-hydroxyphthalid, smeltepunkt 145-147°C. Dette produkt kaldes i nedenstående eksempler 8-10 "hydroxyphthalid".

D) 1,4 g af det som beskrevet i trin A)-C) fremstillede hydroxyphthalid blev kogt i 20 ml methanol under tilbagesvaling under omrøring i 2 timer. Resterende opløsningsmiddel blev fjernet ved afdampning, og produktet blev rensat chromatografisk over siliciumdioxid med methylenchlorid som eluant, hvorved man fik en klar olie, som blev

omkrystalliseret til dannelse af det ønskede produkt, smeltepunkt 67°C.

Analyse:

Beregnet for $C_{16}H_{10}ClF_3O_4$: C 53,6 H 2,8 Cl 9,9.

5 Fundet: C 53,6 H 2,9 Cl 9,9.

EKSEMPEL 8

5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-acetoxyphtalid

0,7 g hydroxyphtalid blev kogt under tilbagesvaling i 10 ml eddikesyreanhydrid under omrøring i 5 timer. Overskydende eddikesyreanhydrid blev fjernet ved afdampning, remanensen blev vasket med mættet natriumhydrogencarbonatopløsning og ekstraheret med methylenchlorid, og de organiske faser blev vasket med hydrogencarbonat og tørret med natriumsulfat. Opløsningsmidlet blev fjernet og produktet chromatografisk rensat og omkrystalliseret, hvorved man fik et fast stof, smeltepunkt 113°C.

Analyse:

Beregnet for $C_{17}H_{10}ClF_3O_5$: C 52,8 H 2,6.

Fundet: C 53,0 H 2,7.

EKSEMPEL 9

20 5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3-N',N'-dimethylureidophthalid

0,7 g hydroxyphtalid blev sat til en opløsning af 0,2 g 1,1-dimethylurinstof i 20 ml methylethylketon og blandingen kogt under tilbagesvaling i 2 timer, hvorefter der blev tilsat yderligere 0,2 g af urinstoffet. Efter yderligere 6 timers kogning under tilbagesvaling blev opløsningsmidlet fjernet og remanensen suspenderet i vand og rystet til fjernelse af eventuelt uomsat urinstof, optaget i ethylacetat og rensat chromatografisk, hvorved man fik et fast stof, smeltepunkt 154°C.

Analyse:

30 Beregnet for $C_{18}H_{14}N_2O_4ClF_3$: C 52,7 H 3,4 N 6,8.

Fundet: C 52,0 H 3,2 N 6,4.

EKSEMPEL 10

5-(2'-Chlor-4'-trifluormethylphenoxy)-3,3,4-dichloranilinophthalid

1,0 g hydroxyphthalid blev sat til en opløsning af 0,5 g 3,4-dichloranilin i 10 ml tørt acetonitril, og et p-toluensulfonsyrekrystal blev tilsat. Blandingen blev kogt under tilbagesvaling under omrøring i 55 timer, opløsningsmidlet fjernet og remanensen rensset chromatografisk, hvorved man fik et fast stof, smeltepunkt 168°C.

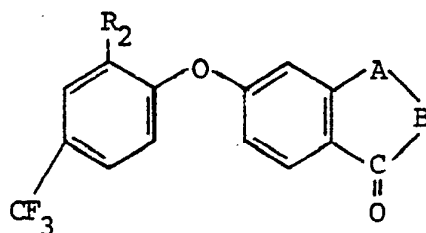
Analyse:

Beregnet for $C_{21}H_{11}NO_3Cl_3F_3$:	C 51,6	H 2,2	N 2,9.
10 Fundet:	C 51,6	H 2,1	N 2,7.

EKSEMPEL 11-40

Ved at gå frem på lignende måde som beskrevet i de ovenstående eksempler blev der fremstillet yderligere forbindelser, hvis karakteristika og analyser er som angivet i tabel 1. I alle tilfælde blev produktets identitet bekræftet ved NMR-analyse. I de tilfælde, der er mærket "m.m.s", blev den empiriske formel bekræftet ved nøjagtig massespektrometrisk måling. Forbindelserne er identificeret ved angivelse af betydningen af symbolerne R_2 , A og B i nedenstående formel:

20



Tabel 1

	Eks. nr.	A	B	R ₂	Smp. °C	Analyse
5	11	CH ₂	O	NO ₂	104-105	Beregnet: C 53,1 H 2,4 N 4,1 Fundet: C 53,0 H 2,4 N 4,1
10	12	CH ₂	O	CN	109-111	Beregnet: C 60,2 H 2,5 N 4,4 Fundet: C 59,5 H 2,4 N 4,0
15	13	CH ₂	N-benzyl	Cl	gul olie	Beregnet: C 63,2 H 3,6 N 3,4 Fundet: C 63,3 H 3,5 N 3,7
20	14	CO	O	Cl	74-75	Beregnet: C 52,6 H 1,7 Fundet: C 52,3 H 1,3.
25	15	CHSC ₃ H ₇ ⁱ	O	Cl	85	Beregnet: C 53,7 H 3,5 Fundet: C 53,5 H 3,4
	16	CHOC ₂ H ₅	O	Cl	olie	Beregnet: C 54,8 H 3,2 Fundet: C 54,9 H 3,2
30	17	CHOC ₃ H ₇ ⁱ	O	Cl	olie	Beregnet: C 55,9 H 3,6 Fundet: C 56,0 H 3,7
35	18	CHOC ₃ H ₇ ^o	O	Cl	olie	Beregnet: C 55,9 H 3,6 Fundet: C 55,9 H 3,8
40	19	CHOCH ₂ CH=CH ₂	O	Cl	olie	Beregnet: C 56,2 H 3,1 Fundet: C 56,3 H 3,3
45	20	CHOCH ₂ C≡CH	O	Cl	olie	Beregnet: C 56,4 H 2,6 Fundet: C 56,7 H 2,8

Tabel 1 fortsat

	Eks. nr.	A	B	R ₂	Smp. °C	Analyse
5	21	CHOC ₆ H ₁₁	O	Cl	99-100	Beregnet: C 59,1 H 4,2 Fundet: C 58,9 H 4,1
10	22	CHNHSO ₂ CH ₃	O	Cl	234-238	Beregnet: C 45,6 H 2,6 N 3,3 Fundet: C 45,1 H 2,9 N 3,4
15	23	CHNHCOCH ₃	O	Cl	234-236	Beregnet: C 52,9 H 2,9 N 3,6 Fundet: C 52,4 H 2,7 N 3,5
20	24	CHOCH(CH ₃)- COOC ₂ H ₅ (isomer 2)	O	Cl	olie	Beregnet: C 54,8 H 3,2 Fundet: C 54,2 H 3,2
25	25	CHSCH ₃	O	Cl	95-98	Beregnet: C 51,3 H 2,7 Fundet: C 50,8 H 2,8
	26	CHO(CH ₂) ₂ - OCH ₃	O	Cl	95-96	Beregnet: C 53,7 H 3,5 Fundet: C 53,8 H 3,5
30	27	CHO(CH ₂) ₂ Cl	O	Cl	olie	Beregnet: C 50,1 H 2,7 Fundet: C 50,0 H 2,8
35	28	CO	NH	Cl	183-185	Beregnet: C 52,7 H 2,0 N 4,1 Fundet: C 52,5 H 1,9 N 4,0
40	29	CO	N-CH ₃	Cl	110-112	Beregnet: C 54,0 H 2,5 N 3,9 Fundet: C 53,7 H 2,3 N 3,9
45	30	CO	N-CH ₂ COOEt	Cl	140	Beregnet: C 53,3 H 3,0 N 3,3 Fundet: C 53,5 H 2,9 N 3,2

Tabel 1 fortsat

Eks. nr.	A	B	R ₂	Smp. °C	Analyse
5	31	CO N-CH(CH ₃)COOEt	Cl	114-115	Beregnet: C 54,4 H 3,4 N 3,2 Fundet: C 54,0 H 3,3 N 3,1
10	32	CH ₂ CH ₂	NO ₂	125	Beregnet: C 57,0 H 3,0 N 4,1 Fundet: C 56,8 H 3,1 N 4,1
15	33	CH-OCH(CH ₃)- O COOEt (isomer 1)	Cl	olie	Beregnet: C 54,8 H 3,2 Fundet: C 54,2 H 3,2
20	34	CH-OCH ₂ CH ₂ OH O	Cl	olie	Beregnet: C 52,5 H 3,1 Fundet: C 52,9 H 3,0
	35	CH-N(CH ₃) ₂ N-CH ₃	Cl	82-83	(m.m.s.)
	36	CH-CH ₃ O	Cl	olie	(m.m.s.)
25	37	CH-pyrrol O	Cl	68-70	Beregnet: C 57,9 H 2,8 N 3,6 Fundet: C 57,9 H 2,8 N 3,4
	38	C(CH ₃)OCOCH ₃ O	Cl	olie	(m.m.s.)
	39	C(CH ₃)OCH ₃ O	Cl	olie	(m.m.s.)
30	40	C(CH ₃)OH O	Cl	olie	(m.m.s.)

EKSEMPEL 41

Herbicid virkning

For at bedømme den herbicide virkning blev forbindelser ifølge op-
 35 findelsen testet under anvendelse af et repræsentativt udsnit af
 planter: majs, *Zea mays* (Mz); ris, *Oryza sativa* (R); hanespore,
Echinochloa crusgalli (EG); havre, *Avena sativa* (O); hørfrø, *Linum*

usitatissimum (L); sennep *Sinapsis alba* (M); sukkerroe, *Beta vulgaris* (SB) og sojabønne, *Glycine max* (S).

Testene faldt i to kategorier, føropløbning og efteropløbning. Føropløbningstestene bestod i, at et flydende præparat af forbindelsen
5 blev sprøjtet på jorden, i hvilken af de ovenfor nævnte planter nyligt var blevet sået. Efteropløbningstestene bestod af to testtyper, nemlig jordgennemvådningstests og bladbesprøjtningstests. Ved jordgennemvådningstestene blev den jord, i hvilken spirende planter
10 indeholdende en forbindelse ifølge opfindelsen, og ved bladbesprøjtningstestene blev de spirende planter sprøjtet med et sådant præparat.

Den til testene anvendte jord var en tilberedt gartneri-lermuld.

De til testene anvendte præparater blev fremstillet ud fra opløsninger af testforbindelserne i acetone indeholdende 0,4 vægtprocent af
15 et alkylphenol/ethylenoxid-kondensat tilgængeligt under varemærket TRITON®X-155. Disse acetoneopløsninger blev fortyndet med vand og de resulterende præparater påført i dosisniveauer svarende til 5 kg eller 1 kg aktivstof/ha i et volumen svarende til 600 liter/ha ved
20 jordbesprøjtningstesten og bladbesprøjtningstesten og i et dosisniveau svarende til 10 kg aktivstof/ha i et volumen svarende til ca. 3000 l/ha ved jordgennemvådningstestene.

Ved føropløbningstestene blev ubehandlet tilsået jord og ved efteropløbningstestene blev ubehandlet jord med spirende planter anvendt som
25 kontrol.

Den herbicide virkning af testforbindelserne blev bedømt visuelt 12 dage efter sprøjtning af bladene og jorden og 13 dage efter gennemvådning af jorden og blev angivet i en skala fra 0 til 9. En værdi på 0 angiver vækst som ubehandlet kontrol, og en værdi på 9 angiver
30 dræbning. En forøgelse på 1 enhed på den lineære skala svarer til en 10% forøgelse af virkningsniveauet.

Resultaterne af testene er angivet i tabel II nedenfor, i hvilken forbindelserne er identificeret ved henvisning til de foregående eksempler.

TABEL 2

Forbind- else iflg. eks. nr.	Jordgennemvædning, 10 kg/ha								Dosis kg/ha	Bladbesprøjtning								Føropløbning								
	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	7	7	9	8	6	6	6	2	5	1	7	5	9	8	9	9	8	8	5	7	9	8	9	8	9	5
											3	4	9	8	9	8	9	8	0	4	9	7	8	7	9	4
11	7	8	8	4	6	5	4	3	5	1	4	2	8	3	7	8	5	5	3	5	8	0	5	5	7	0
											2	1	5	2	6	6	3	5	0	3	1	0	0	0	0	0
12	6	7	8	5	7	5	3	4	5	1	5	4	8	6	8	8	7	8	7	6	9	5	7	5	9	4
											2	0	3	3	8	6	5	6	4	4	8	3	5	4	9	0
2	3	5	5	6	2	3	4	0	5	1	7	5	9	8	9	9	9	9	7	7	8	6	6	6	8	0
											5	4	8	6	8	8	6	7	0	0	0	0	0	0	2	0
3	0	2	6	7	5	4	4	0	5	1	8	7	9	9	9	9	9	8	4	4	9	6	6	6	9	0
											8	6	8	8	9	8	9	8	2	4	9	5	5	5	9	0
6	7	6	6	7	7	5	5	1	5	1	7	7	9	7	9	9	8	8	5	8	8	6	0	6	9	0
											5	5	6	4	8	8	5	6	2	3	6	3	0	3	8	0
14	4	2	4	4	0	7	4	5	5	1	5	4	7	5	8	8	8	7	2	0	2	0	0	4	4	0
											5	3	6	3	6	8	5	6	0	0	0	0	0	0	0	0

TABEL 2 fortsat

Forbind- else iflg. eks. nr.	Jordgennemvædning, 10 kg/ha										Dosis kg/ha	Bladbesprøjtning										Føropløbning									
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S				Mz	R	BG	O	L	M	SB	S			Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		
7	7	7	8	7	8	9	9	5		5		9	8	9	9	9	9	9			8	9	9	9	9	9	9	9			
								1		1		8	8	9	9	9	9	9			7	8	9	8	9	9	9	9			
8	5	4	7	6	5	5	5	4		5		8	6	9	8	9	9	8	7		3	0	8	3	4	7	7	0			
								1		1		4	3	8	6	9	8	6	6		2	0	7	2	2	5	6	0			
9	5	4	7	4	3	3	3	2		5		7	2	8	5	7	6	4	5		3	0	6	3	0	4	6	0			
								1		1		3	1	4	3	6	4	2	4		0	0	5	1	0	2	4	0			
10	4	4	7	5	3	3	2	3		5		6	4	8	6	8	8	6	6		0	0	6	0	3	4	5	0			
								1		1		3	2	4	3	5	5	4	4		0	0	5	0	2	2	2	0			
15	0	0	0	0	6	3	8	0		5		6	3	8	6	9	9	9	8		0	0	0	0	0	0	0	0			
								1		1		5	2	8	5	9	9	9	8		0	0	0	0	0	0	0	0			
16	9	4	9	8	9	7	9	5		5		9	6	9	9	9	9	9	9		2	3	9	5	7	7	9	2			
								1		1		8	6	9	9	9	9	9	9		0	0	8	4	4	6	8	1			

TABEL 2 fortsat

Forbind- else iflg. eks. nr.	Jordgennemvædning 10 kg/ha						Dosis kg/ha	Bladbesprøjtning						Føropløbning										
	Mz	R	BG	O	L	M		SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S							
17	4	3	7	7	6	3	6	0	5	8	7	9	9	9	9	9	4	3	8	6	7	8	9	5
									1	8	6	9	9	9	9	9	2	3	8	5	6	7	8	2
18	6	5	7	7	7	4	9	2	5	8	7	9	9	9	9	9	0	0	9	5	7	7	8	0
									1	7	6	9	9	9	9	8	0	0	7	3	6	6	5	0
19	2	5	7	7	5	5	9	2	5	8	7	9	9	9	9	9	0	3	8	4	6	7	8	0
									1	6	5	8	8	9	9	8	0	0	6	1	5	6	7	0
20	3	4	5	6	5	4	8	2	5	7	7	9	8	9	9	7	2	0	7	4	7	7	8	2
									1	6	6	8	8	9	9	7	0	0	5	1	5	6	6	0
21	0	0	2	3	3	2	8	0	5	5	5	6	5	8	9	8	3	4	0	0	6	6	8	0
									1	5	5	5	5	8	9	8	3	2	0	0	6	6	6	0
22	6	6	7	5	4	3	4	2	5	6	4	8	5	7	5	7	0	0	0	0	0	0	0	0
									1	4	2	4	3	5	4	4	0	0	0	0	0	0	0	0

TABEL 2 fortsat

Forbind- else iflg. eks. nr.	Jordgennemvædning 10 kg/ha								Dosis kg/ha	Bladbesprøjtning								Føropløbning							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
23	0	0	0	0	0	0	0	0	5 1		0	0	0	3	0	8	7	5	0	0	0	0	0	0	0
25	0	5	4	6	5	4	9	0	5 1		7	6	8	9	9	9	9	8	0	0	4	0	0	6	7
26	7	7	7	8	4	3	6	6	5 1		5	5	6	7	8	7	9	8	0	0	8	2	0	6	7
27	0	4	3	6	6	7	8	5	5 1		6	4	8	8	9	9	9	6	0	0	5	2	7	3	7
37	0	0	0	0	0	0	0	0	5 1		4	4	6	3	8	8	7	4	0	0	0	0	0	6	7
34	6	7	7	8	6	0	4	5	5 1		8	6	8	7	9	8	7	8	4	4	8	3	8	8	9
											3	3	5	4	9	6	5	6	0	3	2	0	6	4	5

TABEL 2 fortsat

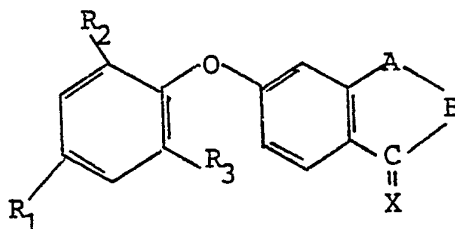
Forbind- else iflg. eks. nr.	Jordgennemvædning 10 kg/ha									Dosis kg/ha	Bladbesprøjtning									Føropløbning								
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz		R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S			
35										5 1	4 4 4 4 3 6 5 5 4	4 4 4 4 3 6 5 5 4										0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0						
36	9	8	9	8	9	7	7	5	5 1	8 5	8 7	9 9	9 9	9 9	9 9	9 9	7 2	8 7	9 9	9 8	9 8	8 8	9 8	5 2				
28	0	0	2	0	0	3	3	4	5 1	5 5	5 4	6 4	4 3	5 4	5 4	6 4	4 3	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	5 0	5 0				
30	0	0	3	2	0	0	3	0	5 1	6 4	2 4	6 4	5 4	8 8	6 5	7 5	5 3	0 0	0 0	6 3	0 0	4 2	3 1	5 2				
29	0	0	0	0	0	0	0	0	5 1	4 2	3 1	5 2	5 4	8 5	5 4	7 4	6 5	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0				
32	3	2	7	4	2	0	0	0	5 1	7 2	3 2	7 6	6 4	7 4	3 2	4 3	6 4	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0				
38	7	9	8	9	8	8	9	4	5 1	7 3	8 8	9 9	9 9	9 8	8 6	7 6	2 0	8 6	9 8	9 8	6 6	5 4	9 8	7 0				
39	7	7	8	8	9	8	9	7	5 1	8 6	4 4	9 9	9 9	9 9	9 9	9 9	8 6	9 7	9 7	8 7	9 9	9 9	9 9	8 8				

PATENTKRAV

1. Herbicidpræparat,

k e n d e t e g n e t ved, at det omfatter et bærestof, og som aktiv bestanddel et diphenyletherderivat med den almene formel I

5



hvor R_1 betegner en halogenalkylgruppe;

R_2 og R_3 , som kan have samme eller forskellig betydning, uafhængigt af hinanden betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en nitro- eller cyanogruppe;

10

A betegner en divalent gruppe, der er valgt blandt $>C(R_4)_2$ og $-C=O$; hvert symbol R_4 , som kan have samme eller forskellig betydning, betegner et hydrogen- eller halogenatom eller en alkyl-, alkoxy-, cycloalkoxy-, alkenyloxy-, alkynyloxy-, alkoxycarbonylalkoxy-,

15 hydroxyalkoxy-, haloalkoxy-, alkoxyalkoxy-, alkylthio-, eller alkoxy-carbonylgruppe, en pyrrolylgruppe, en aminogruppe med formelen NR_6R_7 , eller, når det ene symbol R_4 betegner et hydrogenatom eller en alkyl-gruppe, det andet da kan betegne en hydroxygruppe;

B betegner et oxygenatom eller en gruppe valgt blandt $=CH_2$ og $-N-R_5$,
20 hvor R_5 betegner et hydrogenatom, eller en alkyl-, aralkyl- eller alkoxycarbonylalkylgruppe;

R_6 og R_7 , som kan have samme eller forskellig betydning, hver betegner et hydrogenatom eller en alkyl-, halophenyl-, alkylcarbonyl-, alkylcarbamoyl eller alkylsulphonylgruppe;

25 og X betegner et oxygen- eller svovlatom.

2. Præparat ifølge krav 1,

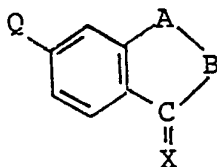
k e n d e t e g n e t ved, at den aktive bestanddel er en forbindelse med den almene formel I, hvor X betegner et oxygenatom;

A betegner en carbonylgruppe, en gruppe $C(R_4)_2$, hvor det ene symbol

30 R_4 betegner et hydrogenatom, en alkyl- eller alkoxygruppe med højst 4 carbonatomer, og det andet symbol R_4 betegner et hydrogen- eller

- halogenatom, en hydroxygruppe, en alkylgruppe med højst 4 carbonatomer, en alkoxygruppe med højst 4 carbonatomer, der eventuelt er substitueret med et halogenatom, eller en hydroxy- eller alkoxygruppe, en cycloalkoxygruppe med 5-8 carbonatomer, en alkenyloxy- eller alkynyloxygruppe med højst 6 carbonatomer, en alkoxycarbonyl-alkoxygruppe, en alkylthiogruppe med højst 4 carbonatomer, en pyrrolylgruppe eller en aminogruppe med formelen NR_6R_7 , hvor R_6 betegner et hydrogenatom eller en alkylgruppe med højst 4 carbonatomer, og R_7 betegner en alkylgruppe med højst 4 carbonatomer, en phenylgruppe, der er substitueret med mindst ét halogenatom, eller en alkylcarbonyl-, alkylcarbamoylel- eller alkylsulfonylgruppe; og B betegner et oxygenatom eller en gruppe NR_5 , hvor R_5 betegner et hydrogenatom, en alkylgruppe med højst 4 carbonatomer, en benzylgruppe eller en alkoxycarbonylalkylgruppe med højst 8 carbonatomer.
- 15 3. Præparat ifølge krav 2,
k e n d e t e g n e t ved, at B betegner et oxygenatom, og A betegner en gruppe $C(R_4)_2$, hvor R_4 har den i krav 2 anførte betydning.
4. Præparat ifølge krav 1, 2 eller 3,
k e n d e t e g n e t ved, at R_1 betegner en trifluormethylgruppe,
20 R_2 betegner et halogenatom, og R_3 betegner et hydrogenatom.
5. Præparat ifølge et hvilket som helst af kravene 1-4,
k e n d e t e g n e t ved, at det omfatter mindst to bærestoffer, af hvilke mindst ét er et overfladeaktivt middel.
6. Diphenyletherderivat med den i krav 1 angivne almene formel I til
25 anvendelse i et herbicid præparat, hvor symbolerne har den i krav 1 anførte betydning, bortset fra 4-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phthalsyreanhydrid.
7. Diphenyletherderivat ifølge krav 6,
k e n d e t e g n e t ved, at symbolerne i formel I har den i et
30 hvilket som helst af kravene 2-4 anførte betydning.

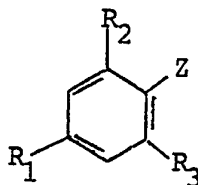
8. Analogifremgangsmåde til fremstilling af en diphenylether ifølge krav 6,
 k e n d e t e g n e t ved, at et phthalid med den almene formel II



II

5

omsættes med en forbindelse med den almene formel III



III

i hvilke almene formler A, B, R₁, R₂ og R₃ har den i krav 6 anførte betydning, og det ene af symbolerne Z og Q betegner et halogenatom
 10 eller en nitrogruppe, og det andet betegner en gruppe med formlen-OM, hvor M betegner et hydrogen- eller alkalimetallatom, hvorefter der til fremstilling af thiophthalidet omsættes med phosphorpentasulfid, eller der til fremstilling af forbindelser, der indeholder en halogen- eller hydroxymethylengruppe, omsættes med et halogeneringsmiddel
 15 og, til fremstilling af hydroxymethylenderivatet, det resulterende halogenmethylderivat hydrolyseres.

9. Analogifremgangsmåde ifølge krav 8,
 k e n d e t e g n e t ved, at den første reaktion udføres ved at omsætte en forbindelse med formlen II, hvor Q er hydroxy, med et
 20 alkalimetallhydroxid i et alkanolopløsningsmiddel, hvorefter det resulterende alkoxid omsættes med en forbindelse med formlen III, hvor Z betegner et chloratom.

10. Analogifremgangsmåde ifølge krav 9,
k e n d e t e g n e t ved, at omsætningen mellem alkoxidet og chlor-
forbindelsen III udføres i et organisk opløsningsmiddel ved forhøjet
temperatur og under en inert atmosfære.

- 5 11. Fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst på et sted,
k e n d e t e g n e t ved, at stedet behandles med et præparat
ifølge et hvilket som helst af kravene 1-5 eller en forbindelse
ifølge krav 6 eller 7.

- 10 12. Anvendelse af en diphenylether som defineret i et hvilket som
helst af kravene 1-7 som herbicid.