

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 813830 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 813830

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C07D

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 30.11.1981

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 30.11.1981

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 02.06.1982

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

01.12.1980 US 211609

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Monsanto Company, 800 North Lindberg Boulevard, SAINT LOUIS, MO 63166, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Chupp, John P., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Herbisidisiä halogeeniasetamideja.

Herbicida 2- halogenacetamider.

Herbisidisiä 2-klooriasetamideja, niitä sisältävät herbisidiset koostumukset ja menetelmä ei-toivottujen kasvien torjumiseksi niiden avulla

5 Keksintö koskee 2-klooriasetamideja ja niiden käyttöä maanviljelyyn liittyvillä aloilla, esim. käyttöä herbisideinä.

 Alalla tunnetaan erilaisten 2-halogeeniasetamidien käyttö herbisideinä joko yksinään tai yhdessä toisten
10 herbisidien kanssa.

 Tunnetut herbisidiset 2-halogeeniasetamidit ovat sellaisia, joiden typpiin on liittynyt erilaisia substituentteja tai substituenttiryhmiä, kuten alkyyli-, sykloalkyyli-, alkenyyli-, sykloalkenyyli-, alkoksi-,
15 halogeeni-, halogeenialkyyli-, aryyli-, aralkyyli-, N-, O- ja/tai S-atomeja sisältäviä heterosyklyyliryhmiä ym, jotka kaikki voivat lisäksi olla substituoituja muilla radikaaleilla.

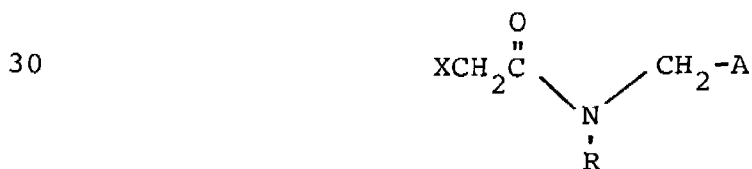
 Esillä olevan keksinnön kannalta merkitystä on
20 sellaisilla tunnetuilla yhdisteillä, joissa asetamidin typpiin on liittynyt atsolyylimetyyliryhmä; näissä tunnetuissa yhdisteissä on kuitenkin aina myös aromaattisia substituentteja typpiin. Esimerkkeinä tällaisista N-atsolyylimetyylisubstituoiduista 2-halogeeniasetanilideista ovat DE-hakemusjulkaisussa nro
25 2 704 281, 2 648 008 ja 2 744 396 esitetyt yhdisteet. Muita tunnettuja esillä olevan keksinnön kannalta merkitseviä yhdisteitä ovat sellaiset, joiden typpiin on liittynyt 1-sykloalken-1-yyli-ryhmä; myös näissä on
30 aina muita ei-heterosyklisiä ryhmiä substituentteina; katso US-patenttijulkaisut nro 3 574 746 ja 3 586 496. Lisäksi ZA-patenttijulkaisussa nro 753 918 on kuvattu 2-halogeeniasetamideja, joiden typpiin on liittynyt 1-alken-1-yyli-
35 substituentteja, mutta niissä on myös aina typpiin liittyneinä alkoksietyyli-, alkoksipropyyli-, alkyyli- tai alkenyyli-ryhmiä.

Ehkä eniten esillä olevan keksinnön mukaisia yhdisteitä muistuttavat tekniikan tunnettua tasoa edustavat 2-halogeeniasetamidit, joiden asetamidin typpiato-
 miin on samanaikaisesti liittynyt 1-sykloalken-1-yyli
 5 tai asyklinen 1-alkenyyliryhmä ja tyypeä sisältävä heterosyklyyliryhmä. Hakijan US-patentissa nro 4 155 744 on esitetty tällaisia 2-halogeeniasetamideja, joissa on substituentteina 1-sykloalken-1-yyli- ja N-heterosyklyyliryhmiä. Kun 2-halogeeniasetamidissa on asyklinen 1-alken-1-yyli-
 10 ja N-heterosyklyylisubstituentti, niin heterosyklisen ryhmän ollessa liittyneenä typpiatomiin 1-alken-1-yyli-
 kaalin substituenttina tulee olla muu kuin vety, alkyyli tai alkenyyli. Lisäksi US-patenttijulkaisun 4 155 744 2-halogeeniasetamidin sisältäessä typpipitoisen heterosyklisen ryhmän sen typpiatonin tulee olla substituoitu ren-
 15 kaaseen kuulumattomalla vedyllä, C₅₋₇-sykloalken-1-yyli- tai sykloalkadienyyliryhmällä tai tyydyttyneellä tai tyydyttymättömällä heterosyklisellä ryhmällä.

Tekniikan tasoa edustaviin, esillä olevan keksinnön
 20 2-klooriasetamideja eniten muistuttaviin 2-halogeeniasetamideihin eivät siten kuulu keksinnön mukaiset uudet yhdisteet, joita kuvataan yksityiskohtaisemmin seuraavassa.

Keksinnön kohteena ovat herbisidisesti aktiiviset yhdisteet, herbisidiset koostumukset, jotka sisältävät näi-
 25 tä yhdisteitä aktiivinaeineina ja näiden koostumusten käyttö rikkakasvien torjuntaan erilaisilla viljelmillä.

Keksinnön mukaisilla yhdisteillä on kaava:



jossa X on kloori, R on asyklinen 1-alkenyl-1-yyli-
 35 josta on korkeintaan 8 hiiliatomia tai 1-sykloheksen-1-yyli-
 ryhmä, joka on mahdollisesti substituoitu yhdellä tai kahdella alemmalla alkyyli-
 ryhmällä, ja A on subs-

tituoimaton tai alemmalla alkyyllillä substituoitu pyratsolyyli-, imidatsolyyli- tai triatsolyyliryhmä.

Edullisia edellä olevan kaavan mukaisia keksinnön mukaisia yhdisteitä ovat sellaiset, joissa A on mety-

5 leeniryhmään typpiätoimin välityksellä liittynyt pyratsolyyli-, triatsolyyli- tai imidatsolyyliryhmä, edullisimmin pyratsol-1-yyli-ryhmä, ja R on 1-sykloheksen-1-yyli-ryhmä, jolloin nämä ryhmät voivat olla substituoituja alemmalla alkyyllillä. Erikseen voidaan mainita seuraavat

10 edulliset keksinnön mukaiset yhdisteet:

N- $\sqrt{2}$ -metyyli-1-(1-metyylietyyli)-1-propen-1-yyli]-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi,
 N-(1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi,

15 N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi,
 N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-1,2,4-triatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi,
 N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-imidatsol-

20 1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi,
 N-(2,5-dimetyyli-1-syklopenten-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

Muita keksinnön mukaisia yhdisteitä kuvataan jäljempänä.

25 Keksinnön mukaisten herbisidikoostumusten käytöstä ovat esimerkkeinä jäljempänä esitetyt taulukot II ja III.

Uusia keksinnön mukaisia 2-klooriasetamideja voidaan sopivasti valmistaa saattamalla sopiva heterosyklinen atsoliyhdiste reagoimaan vastaavan N-halogeenimetyyli-N-(1-alken-1-yyli)- tai -(1-sykloalken-1-yyli)-2-

30 klooriasetamidin kanssa, jolloin halogeenimetyyliryhmän halogeeni korvautuu sopivalla atsoliyliryhmällä. Lähtöaineina käytetyt N-halogeenimetyyli-2-klooriasetamidit voidaan valmistaa uudella menetelmällä, jossa väkevä ha-

35 logeenivety saatetaan reagoimaan vastaavan N-(alkoksimetyy-

li)-2-klooriasetamidin kanssa alkoksiryhmän korvaamiseksi halogeeniatomilla. N-alkoksimetyyliamideja voidaan puolestaan sopivasti valmistaa N-alkylointimenetelmällä, joka on kuvattu US-patenttijulkaisussa nro 4 258 196.

5 Esimerkki 1

Tämä esimerkki kuvaa yhden keksinnön mukaisen uuden yhdisteen valmistuksen. Kohdassa (a) kuvataan N-(alkoksimetyyli)-2-klooriasetamidin valmistus, jota käytetään vastaavan N-halogeenimetyyli-2-asetamidin valmistukseen; 10 kohdassa (b) kuvataan kohdassa (a) valmistetun amidin reaktio halogeenivedyn kanssa N-halogeenimetyyliyhdisteen saamiseksi, ja kohdassa (c) kuvataan N-halogeenimetyyliamidin reaktio sopivan atsolin kanssa, jolloin saadaan keksinnön mukainen yhdiste.

15 a) Tässä kuvataan monivaiheinen reaktio halutun sekundaarisen 2-klooriasetamidin anionin valmistamiseksi ja tämän anionin alkyloimiseksi, edullisesti faasinsiirtokatalysaattorin läsnäollessa vastaavaksi tertiääriseksi 2-klooriasetamidiksi.

20 Sekundaarisen amidin, N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-2-klooriasetamidin (400 g, sp. 114-115°C), metyleenikloridin (760 ml) ja kloorimetyylimetyylieetterin (300 ml) seos sekoitettiin bentsyylietrietyyliammoniumbromidin (2 g) kanssa. Seos jäähdytettiin 10°C:seen ja 25 lisättiin hitaasti kaataen 0,5 tunnin aikana voimakkaasti sekoitettuun 50-%:sen natriumhydroksidin (1100 ml), metyleenikloridin (300 ml) ja bentsyylietrietyyliammoniumbromidin (9 g) seokseen 5 litran 4-kaulakolvissa. Seosta jäähdytettiin jää/asetonihauteessa lämpötilan pitämiseksi 30 alle 25°C. Seosta sekoitettiin vielä tunnin ajan. Kaasu-nestekromatografia osoitti, että oli muodostunut 78 % tertiääristä amidia ja 22 % vastaavaa O-alkyloitua sivutuetta, O-(metoksimetyyli)-N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-2-klooriasetimidaattia. Reaktioseos erotettiin, 35 ja orgaaninen kerros pestiin 5-%:sella HCl-liuoksella imidaatin muuttamiseksi lähtöaineeksi, sekundaariseksi ami-

diksi. Pestyyn metyleenikloridipitoiseen seokseen lisät-
tiin sekoittaen vielä 120 ml kloorimetyylimetyylieetteriä
ja 5,0 g kvaternääristä ammoniumyhdistettä faasinsiirto-
katalysaattoriksi sekä sitten 350 ml 50-%:ista NaOH-liuosta.

- 5 Kerrokset erotettiin, orgaaninen kerros pestiin vedellä ja
suodatettiin suodatusainekerroksen lävitse, ja metyleeni-
kloridi haihdutettiin. Jäännös kuumennettiin 85°C:seen
(0,15 mmHg) ja tuotteen puhdistamiseksi suodatettiin suo-
datusainekerroksen lävitse. Tuotetta saatiin noin 99 %:n
10 saannolla, kp. 127°C (0,15 mmHg).

Analyysi $C_{12}H_{20}ClNO_2$

Laskettu: C 58,65, H 8,20, N 5,70 %

Saatu: C 58,48, H 8,22, N 5,62 %

- 15 Tuote identifioitiin N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-
1-yyli)-N-(metoksimetyyli)-2-klooriasetamidiksi.

- Edellä oleva menetelmä voidaan suorittaa ilman imi-
daatin muodostusta, jolloin vältetään happokatalysoitu
sekundaarisen amidin uudelleenmuodostus, kun reaktiossa
käytetään pienempää määrää, so. korkeintaan 50 g sekun-
20 daarista amidia, katalysaattorikonsentraatio kohotetaan
20-50 %:ksi sekundaarisen amidin määrästä ja emäs, NaOH
lisätään kaikki yhdellä kertaa.

- Tässä esimerkissä ja seuraavissa esimerkeissä valmis-
25 tettujen yhdisteiden rakenne todettiin massaspektroskopi-
alla, kaasunestekromatografialla, ydinmagneettisella reso-
nanssispektrillä ja/tai alkuaineanalyysillä.

- b) 1,0 g kohdassa (a) valmistettua yhdistettä sekoit-
tettiin 10 ml:ssa CCl_4 :ää 2 tuntia 37 %:sen HCl:n (10 ml)
kanssa. Reaktion päätyttyä, mikä todettiin NMR:llä, muo-
30 dostuneet kerrokset erotettiin, orgaaniseen kerrokseen li-
sättiin vielä 5 ml HCl:ää ja seosta sekoitettiin tunnin
ajan. Kerrokset erotettiin, ja orgaaninen kerros haihdutet-
tiin 75°C:ssa/0,2 mmHg, jolloin saatiin 0,8 g (93 %:n saan-
to) öljymäistä N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-
35 (kloorimetyyli)-2-klooriasetamidia.

Analyysi $C_{11}H_{18}Cl_2NO$

Laskettu: C 52,60, H 7,22, N 5,58 %

Saatu: C 51,87, H 6,79, N 5,27 %

5 c) 8,9 g (0,036 mol) kohdassa (b) valmistettua amidiä liuotettiin tolueeniin, ja liuokseen lisättiin 4,9 g (0,072 mol) pyratsolia. Seosta kuumennettiin $90^{\circ}C$:ssa ja sekoitettiin 7 tuntia. Seuraavana päivänä tolueeni dekantoi-
10 toitiin, pestiin kahdesti vedellä ja tislattiin liuottimen ja vähäisen vesimäärän poistamiseksi. Jäännöksenä saatu öljy (9,0 g) kiteytyi seisotettaessa. Siitä otettu näyte kiteytettiin uudelleen heptaani/metyylisykloheksaanista, jolloin saatiin 89 %:n saannolla kiinteä aine, sp. $83-84^{\circ}C$.

Analyysi $C_{14}H_{20}ClN_3O$

Laskettu: C 59,67, H 7,15, N 14,91 %

15 Saatu: C 59,64, H 7,17, N 14,96 %

Tuote identifioitiin N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli)-2-klooriasetamidiksi.

Esimerkki 2

N-(metoksimetyyli)-N-/2-metyyli-1-(1-metyylietyyli)-
20 1-propen-1-yyli/-2-klooriasetamidin (2,0 g) liuokseen 20 ml:ssa CCl_4 :ää lisättiin 20 ml 37 %:sta HCl:ää ja seosta ravisteltiin erotussuppilossa. Kun reaktio alemmasta kerroksesta tehdyn NMR-analyysin mukaan oli päättynyt, haihdutettiin liuotin noin $50^{\circ}C$:ssa/0,05 mmHg, jolloin saatiin
25 1,6 g tuotetta.

Analyysi $C_{10}H_{17}Cl_2NO$

Laskettu: C 50,43, H 7,19, N 5,88 %

Saatu: C 51,17, H 7,39, N 6,07 %

30 Tuotteen N-(kloorimetyyli)-N-/2-metyyli-1-(1-metyylietyyli)-1-propen-1-yyli/-2-klooriasetamidin rakenne vahvistettiin NMR:llä.

NMR-signaalit olivat seuraavat:

($CDCl_3$) δ 0,95, 1,1 $CHCH_3$)₂, (2 dublettia, 3H kumpikin, $J=7$ Hz); δ 2,7, 2,84 (2 singlettiä, 3H kumpikin) = $C(CH_3)_2$;
35 δ 3,95 $(CH_3)_2CH-$ (heptetti 1H, $J=7$ Hz); δ 4,02, $ClCH_2CO$

(s, 2H); δ = 5,38, N-CH₂Cl (AB kvartetti, 2H, J=8,5 Hz).

1,4 g:aan edellä valmistettua N-(kloorimetyyli)-2-klooriasetamidia lisättiin 0,8 g (0,012 mol) pyratsolia, ja seosta kuumennettiin 80-90°C:ssa noin 20 ml:ssa tolu-
 5 eenia noin 6-7 tuntia. Materiaali dekantoitui, pestiin 10 %:sella NaOH-liuoksella ja sitten vedellä, haihdutettiin, ja jäännös kiteytettiin metyyliisylkloheksaanista, jolloin saatiin 1,0 g (63 %) valkeata kiinteätä ainetta, sp. 101,0-101,5°C.

10 Analyysi C₁₃H₂₀ClN₃O

Laskettu: C 57,88, H 7,47, N 15,58 %

Saatu: C 57,41, H 7,59, N 16,25 %

Tuote, jonka rakenteen NMR vahvisti, todettiin

15 N-/2-metyyli-1-(1-metyylietyyli)-1-propenyli/-N-(1H-pyrat-
 sol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidiksi.

Esimerkki 3

Noudattamalla esimerkissä 2 kuvattua yleistä menetelmää 2,0 g N-metoksimetyyli)-N-(1,2-dimetyyli-1-propenyli)-2-klooriasetamidia liuotettiin 20 ml:aan CCl₄:ää

20 ja liuosta ravisteltiin pienessä erotussuppilossa 37 %:isen HCl:n (25 ml) kanssa. Alempi, orgaaninen kerros erotettiin, NMR osoitti reaktion olevan täydellinen, liuotin haihdutettiin vesihauteella (60°C) vesipumppuvakuuissa, jolloin saatiin 1,2 g (57 %:n saanto) tuotetta.

25 Analyysi C₈H₁₃Cl₂NO

Laskettu: C 45,73, H 6,24, N 6,67 %

Saatu: C 45,24, H 6,21, N 6,35 %

Tuote identifioitiin N-(kloorimetyyli)-N-(1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-2-klooriasetamidiksi. Sen NMR-

30 spektrissä oli seuraavat signaalit (CDCl₃): δ 1,65, 1,8, 1,95 (3=C-CH₃, 9 protonia, jokainen leveä singletti oli osittain moninkertainen); δ = 4,0, ClCH₂CO (singletti, 2H); δ = 5,35, ClCH₂N (AB kvartetti, 2H, J=9 Hz).

0,54 g (0,008 mol) pyratsolia ja 0,8 g (0,0038 mol)
 35 edellä valmistettua N-kloorimetyyli-2-klooriasetamidia

sekoitettiin tolueenissa ja seosta kuumennettiin 90°C:ssa. Reaktioseosta käsiteltiin sitten esimerkissä 1 kuvatulla tavalla, jolloin saatiin 0,6 g (62 %:n saanto) meripihkanväristä öljyä, n_D^{25} 1,5607.

5 Analyysi $C_{11}H_{16}ClN_3O$

Laskettu: C 54,66, H 6,67, N 17,38 %

Saatu: C 54,71, H 6,80, N 17,51 %

Tuote identifioitiin (vahvistus NMR:llä) N-(1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yylimetyyli)-
10 2-klooriasetamidiksi.

Esimerkeissä 2 ja 3 lähtöaineina käytettyjen vastaavien N-(kloorimetyyli)-2-klooriasetamidien valmistuksessa käytettävät N-(metoksimetyyli)-N-(asyklinen-1-alken-1-yyli)-2-klooriasetamidit valmistettiin samankaltaisella
15 menetelmällä kuin esimerkissä 1(a) valmistettu N-(metoksimetyyli)-N-(1-sykloalken-1-yyli)-2-klooriasetamidi. Esimerkissä 3 käytetty prekursori N-(alkoksimetyyli)amidi valmistettiin siten seuraavasti:

200 ml:aan CH_2Cl_2 :a lisättiin 16,0 g (0,1 mol) N-
20 (1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-2-klooriasetamidia, 4,0 g bentsyylietrietyyliammoniumkloridia ja 16 ml bromimetyyli-metyylieetteriä. Seos jäähdytettiin 10°C:seen, ja siihen lisättiin yhdellä kertaa 100 ml 50 %:sta NaOH-liuosta. Reaktioseoksen jatkokäsittelyllä saatiin vastaava N-(met-
25 oksimetyyli)-2-klooriasetamidi, kp. 110-120°C/0,05 (kuulaputki).

Analyysi $C_9H_{16}CNO_2$

Laskettu: C 52,56, H 7,84, N 6,81 %

Saatu: C 50,65, H 7,56, N 6,38 %

30 Tuote identifioitiin N-(metoksimetyyli)-N-(1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-2-klooriasetamidiksi.

Esimerkit 4-10

Noudattamalla olennaisesti esimerkeissä 1-3 kuvattuja menetelmiä ja käyttäen sopivia lähtöaineita ja reaktio-olosuhteita valmistettiin muita edellä esitetyn ylei-
35

sen kaavan mukaisia 2-klooriasetamideja. Näissä samankaltaisissa menetelmäsovellutuksissa käytettiin samoja tai samanarvoisia liuottimia, katalysaattoreita jne, sekä sopivaa reaktioaikaa ja reaktiolämpötilaa. Tyypillisiä muita yhdisteitä, joita valmistettiin edellä kuvatuilla menetelmillä, on esitetty taulukossa I.

Taulukko I

	Esim. Yhdiste nro	Fysikaalinen ominaisuus	Alkuaine	Laskettu	Saatu
10	4	N-(6-etyyli-2-metyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli)-metyyli-2-klooriasetamidin ja sen N-(2-etyyli-6-metyyli-1-sykloheksen-1-yyli-isomeerin seos	Väritön öljy n_D^{25} 1,5300	C 60,90 H 7,50 N 14,21	60,84 7,51 14,20
15	5	N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(3,5-dimetyyli-1H-pyratsol-1-yyli)-metyyli-2-klooriasetamidi	Oranssinvärinen öljy n_D^{25} 1,5312	C 62,02 H 7,81 N 13,56	62,60 7,86 14,04
20	6	N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-1,2,4-triatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi	Keltainen öljy	C 55,22 H 6,77 N 19,81	54,90 6,90 18,87
25	7	N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-imidatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi	Sp. 81-83°C	C 59,67 H 7,15 N 14,91	59,60 7,19 14,85
30	8	N-(2,6-dietyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi	Keltainen öljy n_D^{25} 1,5287	C 62,02 H 7,81 N 13,56	62,13 7,84 13,46
35	9	N-(2-metyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi	Keltainen öljy	C 58,31 H 6,78 N 15,69	57,50 6,67 15,46
	10	N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-2-metyyli-imidatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi, sp. 106-108°C		C 60,91 H 7,50 N 14,20	60,79 7,74 14,08

Keksinnön mukaisilla yhdisteillä on osoittautunut olevan herbisidistä vaikutusta sekä ennen orastusta että orastuksen jälkeen käytettyinä, joten ne sopivat kumpaankin käyttömenetelmään. Edullisesti keksinnön mukaisia yhdisteitä käytetään herbisideinä kuitenkin ennen orastusta, kuten seuraavassa yksityiskohtaisesti kuvataan.

Keksinnön mukaisten yhdisteiden herbisidinen aktiviteetti ennen orastusta määritettiin seuraavalla menetelmällä:

Hyvänlaatuista pintamultaa pannaan alumiiniastioihin, joissa se tiivistetään noin 9,5-12,7 mm korkeudelle yläreunasta. Mullan päälle asetetaan joukko erilaisten kasvilajien siemeniä tai vegetatiivisia lisääntymiselimiä. Astioiden täyttämiseen siementen tai lisääntymiselinten kylvön jälkeen tarvittava multa punnitaan. Multa ja tunnettu määrä aktiivista ainetta liuoksena tai kostutettavasta jauheesta valmistettuna suspensiona sekoitetaan huolella keskenään, ja seosta käytetään astioiden täyttämiseen. Käsittelyn jälkeen astiat siirretään kasvihuonepenkeihin, jossa niitä kastellaan tarpeen mukaan altapäin riittävän kosteuden saamiseksi itämiseen ja kasvuun. Havaintoja tehdään noin 2-3 viikon kuluttua kylvöstä ja käsittelystä.

Taulukkoihin II ja III on koottu koetulokset keksinnön mukaisten yhdisteiden ennen orastusta-kokeen herbisidistä aktiviteetista. Herbisidinen arviointi suoritettiin käyttäen standardiasteikkoa, jossa arviointi perustuu kunkin kasvilajin saamiin prosentuaalisiin vaurioihin. Asteikko on seuraava:

<u>% kontrollista</u>	<u>Vaurioitumisaste</u>
0-24	0
25-49	1
50-74	2
75-100	3
Ei määritetty	5

Kasvilajeista, joita eräässä koesarjassa käytettiin, ja jonka tulokset on esitetty taulukossa II, on käytetty seuraavia kirjaintunnuksia:

	A	Pelto-ohdake ^{x)}	E	Jauhosavikka	I	Durra ^{x)}
5	B	Sappiruoho	F	Katkera tatar	J	Kattokattara
	C	Samettilehti	G	Cyperus ^{x)} escu- lentus ^{x)}	K	Kananhirssi
	D	Päivänsini	H	Juolavehna ^{x)}		

^{x)} Kasvatettu vegetatiivisesta juurakosta

10

Taulukko II

Ennen orastusta

	Yhdiste esimer- kistä	Kg/ha	Kasvilaji										
			A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
15	1	11.2	3	2	2	3	3	2	3	3	1	3	3
		5.6	3	2	2	2	3	2	3	3	0	3	3
	2	11.2	2	1	3	3	3	3	3	3	2	3	3
		5.6	2	2	2	3	3	3	0	3	0	3	3
20	3	11.2	3	2	2	3	3	3	3	3	0	3	3
		5.6	2	2	2	3	3	3	3	3	0	3	3
	4	11.2	3	2	2	2	3	3	3	3	3	3	3
		5.6	2	2	2	2	3	3	2	3	2	3	3
	5	11.2	2	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		5.6	1	1	2	2	3	3	3	3	3	3	3
25	6	11.2	1	1	2	1	3	2	1	0	0	3	3
		5.6	0	0	1	1	3	1	0	3	0	3	3
	7	11.2	0	0	0	0	2	2	0	2	0	0	2
		5.6	0	5	0	0	1	1	0	0	0	0	1
	8	11.2	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		5.6	2	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3
30	9	11.2	3	2	2	3	2	3	3	3	3	3	3
		5.6	2	1	1	3	3	2	3	3	2	3	3

Yhdisteiden vaikutusta kokeiltiin lisäksi seuraaviin kasvilajeihin:

35

	L	Soijapapu	R	Sesbania-hamppu
	M	Sokeriruoko	E	Jauhosavikka
	N	Vehnä	F	Katkera tatar
	O	Riisi	C	Samettilehti
5	P	Durra	J	Kattokattara
	B	Sappiruoho	S	Hirssi
	Q	Kiertotatar	K	Kananhirssi
	D	Päivänsini	T	Verihirssi

Taulukko III

Ennen orastusta

Yhdiste esimer- kistä		Kg/ha																
5			L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
	1	5.6	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		1.12	3	3	2	2	3	1	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		0.28	0	2	1	1	2	0	1	0	1	3	3	1	2	3	3	3
		0.06	0	0	0	0	0	1	1	0	1	3	1	0	2	1	3	3
		0.01	0	0	1	1	1	0	3	0	0	1	1	0	0	0	2	3
10	2	5.6	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		1.12	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
		0.28	3	3	3	3	3	0	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
		0.06	2	2	1	1	1	0	1	3	3	3	3	2	2	3	3	2
		0.01	2	1	1	0	0	0	0	3	1	2	1	2	1	1	2	3
15	3	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		1.12	2	3	3	3	1	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		0.28	1	3	1	1	0	0	2	3	3	3	3	1	2	3	3	3
		0.06	3	2	0	1	0	1	2	3	3	2	1	0	2	3	3	3
		0.01	1	1	0	0	0	0	1	2	1	1	0	0	0	1	2	3
20	4	5.6	2	3	3	3	3	1	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
		1.12	1	2	3	3	3	5	2	3	3	3	3	1	3	3	3	3
		0.28	0	2	3	3	3	5	1	0	2	3	3	0	3	3	3	3
		0.06	1	1	1	3	0	0	0	0	0	2	3	0	3	2	3	3
		0.01	0	1	0	1	0	5	0	0	5	2	2	0	0	1	3	3
25	5	5.6	3	3	3	3	3	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
		1.12	1	3	3	3	3	0	3	3	2	2	2	0	3	3	3	3
		0.28	0	2	2	3	1	5	0	0	0	2	3	0	3	3	3	3
		0.06	0	1	0	1	0	0	0	0	0	2	3	0	0	2	3	3
		0.01	0	0	0	1	0	0	0	0	5	0	0	0	0	1	3	3
30	6	5.6	1	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
		1.12	0	2	3	3	1	0	2	0	2	3	3	0	3	3	3	3
		0.28	0	1	2	2	0	0	0	0	2	1	3	0	2	2	3	3
		0.06	0	1	0	1	0	0	0	0	3	2	2	0	0	1	3	3
		0.01	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
30	8	5.6	1	2	3	3	3	3	1	3	3	3	3	2	3	3	3	3
		1.12	2	2	2	3	3	3	1	1	3	3	1	0	3	3	3	3
		0.28	0	3	2	3	2	0	1	0	2	3	3	0	3	3	3	3
		0.06	0	1	1	1	1	0	0	0	0	1	1	0	0	2	2	3
		0.02	0	0	0	0	0	5	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2
30	8	0.006	0	0	0	0	0	5	0	0	5	0	0	0	0	0	1	1

Taulukko III (jatkuu)

Ennen orastusta

	Yhdiste esimer- kistä	Kg/ha																
			L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
5	9	5.6	3	2	2	3	0	1	3	3	2	3	3	0	3	3	3	3
		1.12	2	2	0	3	0	1	2	2	1	1	1	0	3	3	3	3
		0.28	1	2	0	1	0	0	1	2	1	1	1	0	3	3	3	3
		0.06	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2	2	3
		0.01	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	2	3

- 10 Keksinnön mukaiset herbisidiset koostumukset mu-
kaanlukien konsentraatit, jotka on laimennettava ennen
käyttöä, sisältävät vähintään yhtä aktiivista aineosaa
sekä lisäainetta, ja ne ovat joko kiinteässä tai nes-
temäisessä muodossa. Koostumukset valmistetaan sekoitta-
15 malla aktiivinen aineosa ja lisäaineet, joita ovat lai-
mennusaineet, täyteaineet, kantaja-aineet ja käyttöä
helpottavat aineet, ja valmistetut koostumukset voivat
olla hienojakoisia kiinteitä koostumuksia, rakeita, pel-
lettejä, liuoksia, dispersioita tai emulsioita. Aktiivis-
20 ta ainetta voidaan siten käyttää apuaineen, kuten hieno-
jakoisen kiinteän aineen, orgaanisen nesteen, veden, pin-
ta-aktiivisen aineen, dispergointiaineen, emulgointiai-
neen tai tällaisten aineiden yhdistelmien kanssa.

- Keksinnön mukaiset koostumukset, varsinkin nesteet
25 ja kostutettavat jauheet sisältävät edullisesti yhtä tai
useampaa pinta-aktiivista ainetta sellaisena määränä,
joka tekee koostumuksen helposti veteen tai öljyyn
dispergoituvaksi. Ilmaisulla "pinta-aktiivinen aine"
tarkoitetaan kostutus-, dispergointi-, suspendointi-
30 ja emulgointiaineita. Voidaan käyttää yhtä hyvin anio-
nisia, kationisia tai ionittomia pinta-aktiivisia ai-
neita.

Edullisia kostutusaineita ovat alkyylibentseeni-
ja alkyylinaftaleenisulfonaatit, sulfatoidut rasva-alko-

holit, amiinit tai happoamidit, pitkäketjuiset natrium-
isotonaatin happoesterit, natriumsulfosukkinaattieste-
rit, sulfatoidut tai sulfonoidut rasvahappoesterit, pet-
rolisulfonaatit, sulfonoidut kasviöljyt, ditertiäariset
5 asetyleeniset glykolit, alkyylifenolien polyoksietyleni-
johdannaiset (varsinkin iso-oktyylifenolin ja nonyylifeno-
lin johdannaiset) ja heksitolianhydridien (esim. sorbi-
taani) ja korkeampien rasvahappojen monoesterit. Edullisia
dispergointiaineita ovat metyyliiselluloosa, polyvinyyli-
10 alkoholi, natriumligniinisulfonaatit, polymeeriset alkyyl-
inaftaleenisulfonaatit, natriumnaftaleenisulfonaatti
ja polymetyleenibisnaftaleenisulfonaatti.

Kostutettavat jauheet ovat veteen dispergoituvia
koostumuksia, jotka sisältävät yhtä tai useampaa aktiivis-
15 ta aineosaa, inerttiä kiinteätä täyteainetta ja yhtä tai
useampaa kostutus- tai dispergointiainetta. Inertti kiin-
teä täyteaine on yleensä mineraaliaine, kuten luonnonsavi,
diatomiitti tai synteettinen piihaposta johdettu mineraa-
li. Esimerkkejä näistä täyteaineista ovat kaoliinit, at-
20 tapulgiittisavi ja synteettinen magnesiumsilikaatti. Kek-
sinnön mukaiset kostutettavat jauhekoostumukset sisältävät
yleensä noin 0,5-95 paino-osaa (edullisesti 5-20 osaa)
aktiiviatinetta, noin 0,25-25 paino-osaa (edullisesti 1-15
paino-osaa) kostutusainetta, noin 0,25-25 paino-osaa (edul-
25 listesti 1,0-15 paino-osaa) dispergointiainetta ja 5- noin
95 paino-osaa (edullisesti 5-50 paino-osaa) inerttiä kiin-
teätä täyteainetta 100 paino-osassa koko koostumusta. Tar-
vittaessa noin 0,1-2,0 paino-osaa kiinteästä täyteainees-
ta voidaan korvata korrosionestoaineella tai vaahdon-
30 estoaineella tai molemmilla.

Muita koostumuksia ovat pölytekonsentraatit, jot-
ka sisältävät 0,1-60 paino-% aktiivista aineosaa sopivassa
laimennusaineessa; nämä pölytteet voidaan laimentaa käyt-
töä varten noin 0,1-10 paino-%:n konsentraatioon.

35 Vesipitoisia suspensioita tai emulsioita voidaan
valmistaa sekoittamalla liukenemattoman aktiivisen aine-

osan ja emulgointiaineen seos veteen tasaiseksi seokseksi ja homogenoimalla seos pysyväksi hienojakoisia hiukkasia sisältäväksi emulsioksi. Konsentroidulle vesipitoiselle suspensiolle on ominaista, että hiukkasten koko on erittäin pieni, jolloin koostumus laimennettuna sumutettaessa peittää hyvin tasaisesti. Näiden koostumusten aktiiviainepitoisuus on sopivasti noin 0,1-60 %, edullisesti 5-50 paino-%, jolloin yläraja määräytyy aktiivisen aineen liukenevuuden mukaan liuottimeen.

10 Eräässä toisessa vesipitoisen suspension muodossa veteen liukenematon herbisidi kapseloidaan mikrokapseleiksi, jotka dispergoidaan vesifaasiin.

Eräässä toteutusmuodossa erittäin pieniä kapseleita muodostetaan saattamalla yhteen ligniinisulfonaattiemulgointiainetta sisältävä vesifaasi ja veteen sekoittumaton kemikaali ja polymetyleenipolyfenyyli-isosyanaatti, dispergoimalla veteen sekoittumaton faasi vesifaasiin ja lisäämällä sitten polyfunktionaalista amiinia. Isosyanaatti ja amiini reagoivat muodostaen kiinteän ureakuoren veteen liukenemattoman kemikaalin ympärille ja muodostavat siten mikrokapseleita. Mikrokapseloidun materiaalin konsentraatio on yleensä noin 480-700 g/l koko koostumuksesta, edullisesti 480-600 g/l. Tässä esitetty mikrokapselointi on yksityiskohtaisesti kuvattu US-patenttijulkaisussa nro 4 280 833.

Konsentraatit ovat yleensä aktiivisen aineen liukosia veteen sekoittumattomissa tai vain osittain veden kanssa sekoittuvissa liuottimissa, jotka sisältävät pintaaktiivista ainetta. Sopivia aktiivisen aineosan liuottimia ovat dimetyyliformamidi, dimetyylisulfoksidi, N-metyylipyrrolidoni, hiilivedyt ja veden kanssa sekoittumattomat eetterit, esterit tai ketonit. Voidaan kuitenkin valmistaa muunlaisia nestekonsentraatteja liuottamalla aktiivisen aineosa liuottimeen, ja laimentamalla sitten suihkustuskonsentraatioon esim. kerosiinilla.

Keksinnön mukaiset konsentraattikoostumukset sisältävät yleensä noin 0,1-95 paino-osaa (edullisesti 5-60 paino-osaa) aktiiviainetta, noin 0,25-50 paino-osaa (edullisesti 1-25 paino-osaa) pinta-aktiivista ainetta ja tarvittaessa noin 4-94 paino-osaa liuotinta, jolloin painosat on laskettu emulgoituvan öljyn koko painosta.

Rakeet ovat fysikaalisesti pysyviä kappalemaisia koostumuksia, jotka sisältävät aktiivista aineosaa kiinnittyneenä tai jakautuneen koko perusaineeseen, joka koostuu inertistä, hienojakoisesti hiukkasmaisesta täyteaineesta. Jotta aktiivinen aine olisi helpommin uutettavissa hiukkasmaisesta perusaineesta, niin koostumus voi lisäksi sisältää jotain niistä pinta-aktiivisista aineista, joita edellä lueteltiin. Neutraalit savet, pyrofylliitit, illiitti ja vermikuliitti ovat esimerkkejä sopivista hiukkasmaisista mineraalitäyteaineista. Edullisia täyteaineita ovat huokoiset, absorboivat etukäteen muodostetut hiukkaset, kuten etukäteen muodostetut ja seulotut attapulgiitin hiukkaset tai kuumassa paisutettu hiukkasmaisen vermikuliitti, ja hienojakoiset savet, kuten kaoliinisavet, hydratoitu attapulgiitti- tai bentsoniittisavi. Herbisidiset rakeet valmistetaan suihkuttamalla aktiivista ainetta tai sekoittamalla sitä täyteaineen kanssa.

Keksinnön mukainen raekoostumus voi sisältää noin 0,1-30 paino-osaa, edullisesti noin 3-20 paino-osaa aktiivista ainetta 100 paino-osaa kohti savea ja 0- noin 5 paino-osaa pinta-aktiivista ainetta 100 paino-osaa kohti hiukkasmaista savea.

Keksinnön mukaiset koostumukset voivat sisältää myös muita aineita, esimerkiksi lannoitteita, muita herbisidejä, muita peptisidejä tai torjunta-aineita, joita käytetään lisäaineina tai yhdessä edellä kuvattujen lisäaineiden kanssa. Keksinnön mukaisten aktiiviaineiden lisäksi koostumukset sisältävät edullisesti esimerkiksi triatsiineja, karbamideja, karbamaatteja, asetamideja, asetaniilideja, urasiileja, etikkahappo- tai fenolijoh-

dannaisia, tiolikarbamaatteja, triatsoleja, bentsoehappoja, nitriilejä, bifenyylieettereitä, ym. kuten seuraavia:

Heterocykliset typpi/rikipitoiset johdannaiset

- 5 2-kloori-4-etyyliamino-6-isopropyliamino-s-triatsiini
 2-kloori-4,6-bis(isopropyliamino)-s-triatsiini
 2-kloori-4,6-bis(etyyliamino)-s-triatsiini
 5-amino-4-kloori-2-fenyyli-3(2H)-pyridatsinoni
 3-isopropyli-1H-2,1,3-bentsotiadiatsin-4-(3H)-oni-2,2-
 10 dioksidi
 3-metyyli-4-amino-6-fenyyli-1,2,4-triatsin-5-oni-3-amino-
 1,2,4-triatsoli
 6,7-dihydrodipyrido(1,2-a:2',1'-c)-pyratsidiniumsuola
 5-bromi-3-isopropyli-6-metyyliurasiili
 15 1,1'-dimetyyli-4,4'-bipyridiniumsuola

Ureat

- N'-(4-kloorifenoksi)fenyyli-N,N-dimetyyliurea
 N,N-dimetyyli-N'-(3-kloori-4-metyylifenyyli)urea
 3-(3,4-dikloorifenyyli)-1,1-dimetyyliurea
 20 1,3-dimetyyli-3-(2-bentsotiatsolyyli)urea
 3-(p-kloorifenyyli)-1,1-dimetyyliurea
 1-butyli-3-(3,4-dikloorifenyyli)-1-metyyliurea

Karbamaatit/tiolikarbamaatit

- 2-klooriallyylidietyyliditiokarbamaatti
 25 S-(4-klooribentsyyli)-N,N-dietyylitiolikarbamaatti
 Isopropyli-N-(3-kloorifenyyli)karbamaatti
 S-2,3-diklooriallyyli-N,N-di-isopropyylitiolikarbamaatti
 Etyyli-N,N-dipropyylitiolikarbamaatti
 S-propyylidipropyylitiolikarbamaatti

- 30 Asetamidit/asetanilidit/aniliinit/amidit

- 2-kloori-N,N-diallyliasetamidi
 N,N-dimetyyli-2,2-difenyyliasetamidi
 N-(2,4-dimetyyli-5-//(trifluorimetyyli)sulfonyyli/-
 amino/fenyyli)asetamidi
 35 N-isopropyli-2-klooriasetanilidi
 2',6'-dietyyli-N-metoksimetyyli-2-klooriasetanilidi

2'-metyyli-6'-etyyli-N-(2-metoksi-2-propylyyli)-2-klooriasetanilidi

α, α, α -trifluori-2,6-dinitro-N,N-dipropylyli-p-toluidiini
N-(1,1-dimetyylipropylyyli)-3,5-diklooribentsamidi

5 Hapot/esterit/alkoholit

2,2-diklooripropionihappo

2-metyyli-4-kloorifenoksi-etikkahappo

2,4-dikloorifenoksi-etikkahappo

Metyyli-2-/4-(2,4-dikloorifenoksi) fenoksi/propionaatti

10 3-amino-2,5-diklooribentsoehappo

2-metoksi-3,6-diklooribentsoehappo

2,3,6-trikloorifenyyli-etikkahappo

N-1-naftyyli-talaamihappo

Natrium-5-/2-kloori-4-(trifluorimetyyli) fenoksi/-2-nitro-

15 bentsoaatti

4,6-dinitro-o-sek-butyylifenoli

N-(fosfonometyyli)glysiini ja sen C₁₋₆ monoalkyyliamiini
ja alkalimetallisuolet sekä näiden yhdistelmät

Eetterit

20 2,4-dikloorifenyyli-4-nitrofenyyli-eetteri

2-kloori- α, α, α -trifluori-p-tolylyli-3-etoksi-4-nitro-difenyyli-eetteri

Sekalaiset

2,6-diklooribentsonitriili

25 Mononatriummetaaniarsonaatti

Dinatriummetaaniarsonaatti

Koostumuksissa aktiivisen aineen lisänä käytettäviä
lannoitteita ovat esimerkiksi ammoniumnitraatti, urea, kaliumkarbonaatti ja superfosfaatti. Muita hyödyllisiä lisä-
30 aineita ovat kasvien juurrutus- ja kasvuaineet, kuten komposti, lanta, humus ym.

Edellä kuvatun tyyppisiä herbisidikoostumuksia esitetään seuraavissa esimerkeissä.

I. Emulgoituva konsentraatti

	Paino-%
A. Esimerkin nro 1 yhdiste	50,0
Kalsiumdodekyylibentseenisulfo-	
5 naatti/polyoksietyleenieetteri-	
seos (esim. Atlox ^R 3437F ja Atlox	
3343F)	5,0
Monoklooribentseeni	45,0
	100,0
10 B. Esimerkin nro 2 yhdiste	85,0
Kalsiumdodekyylisulfonaatti/alkyyli-	
aryylipolyeetterialkoholiseos	4,0
C ₉ -aromaattisten hiilivetyjen seos	11,0
	100,0
15 C. Esimerkin nro 3 yhdiste	5,0
Kalsiumdodekyylibentseenisulfonaatti/-	
polyoksietyleenieetteriseos (esim.	
Atlox 3437F)	1,0
Ksyleeni	94,0
20	100,0

II. Nestekonsentraatit

	Paino-%
A. Esimerkin nro 4 yhdiste	10,0
Ksyleeni	90,0
25	100,00
B. Esimerkin nro 5 yhdiste	85,0
Dimetyylisulfoksidi	15,0
	100,00
C. Esimerkin nro 6 yhdiste	50,0
30 N-metyylipyrrolidoni	50,0
	100,00
D. Esimerkin nro 7 yhdiste	5,0
Etoksyloitu risiiniöljy	20,0
Rhodamine B	0,5
35 Dimetyyliformamidi	74,5
	100,00

III. Kostutettavat jauheet

	Paino-%
A. Esimerkin nro 8 yhdiste	25,0
Natriumlignosulfonaatti	3,0
5 Natrium-N-metyyli-N-oleyyilitauraatti	1,0
Amorfinen piihappo (synteettinen)	71,0
	100,00
B. Esimerkin nro yhdiste	80,0
Natriumdioktyylisulfosukkinaatti	1,25
10 Kalsiumlignosulfonaatti	2,75
Amorfinen piihappo (synteettinen)	16,00
	100,00
C. Esimerkin nro yhdiste	10,0
Natriumlignosulfonaatti	3,0
15 Natrium-N-metyyli-N-oleyyilitauraatti	1,0
Kaoliniittisavi	86,0
	100,00

IV. Pölytteet

	Paino-%
20 A. Esimerkin nro 3 yhdiste	2,0
Attapulgiitti	98,0
	100,00
B. Esimerkin nro 4 yhdiste	60,0
Montmorillonitti	40,0
25	100,00
C. Esimerkin nro 5 yhdiste	40,0
Bentoniitti	70,0
	100,00
D. Esimerkin nro 6 yhdiste	1,0
30 Diatomiitti	99,0
	100,00

V. Granules

	Paino-%
A. Esimerkin nro 8 yhdiste	15,0
35 Rakeinen attapulgiitti (20/40 mesh)	85,0
	100,00

	B. Esimerkin nro 1 yhdiste	30,00
	Diatomiitti (20/40)	70,0
	C. Esimerkin nro 2 yhdiste	0,5
	Bentoniitti (20/40)	<u>99,5</u>
5		100,00
	D. Esimerkin nro 3 yhdiste	5,0
	Pyrofylliitti (20/40)	<u>95,0</u>
		100,00

- Keksinnön mukaisia tuotteita käytettäessä tehokas määrä asetaniilidia levitetään multa, jossa kasvit kasvavat, tai sisällytetään kasteluveteen millä tahansa sopivalla tavalla. Nestemäisten ja hiukkasmaisten koostumusten sekoittaminen multa voidaan suorittaa millä tahansa tavanomaisella menetelmällä, esim. koneellisesti pölyttämällä, kone- tai käsisuihkuttimilla ja suihkupölyttimillä. Koostumuksia voidaan myös levittää lentokoneesta pölyttienä tai suihkuna, koska ne ovat tehokkaita alhaisina annoksina. Herbisidikoostumusten käyttö vesikasveille suoritetaan lisäämällä koostumuksia veteen alueella, jossa vesikasvien kasvua halutaan kontrolloida.

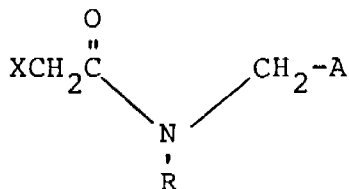
- Esillä olevan keksinnön käytön kannalta on olennaista ja kriittistä, että keksinnön mukaisia yhdisteitä viedään sellainen määrä ei-toivottujen kasvien kasvupaikalle, joka riittää näiden kasvien torjuntaan. Aktiivisen aineen tarkka käyttömäärä riippuu monista eri tekijöistä, kuten kasvilajista, sen kasvuvaiheesta, mullan tyypistä ja kunnosta, säteen määrästä sekä siitä, mitä asetaniilidia käytetään. Selektiivisessä käytössä ennen orastusta kasveille tai multa annos on noin 0,02-11,2 kg/ha, edullisesti noin 0,04-5,60 kg/ha tai sopivasti 1,12-5,6 kg/ha asetaniilidia. Joissakin tapauksissa voi olla tarpeen käyttää suurempia tai pienempiä määriä.

- Alan asiantuntija voi helposti määrittää edellä esitetyn perusteella, mukaanlukien esimerkit kussakin tapauksessa sopivimman käyttömäärän.

Ilmaisua "multa, käytetään tässä laajimmassa mielessä, jolloin se käsittää kaikki teoksessa Webster's New International Dictionary, lyhentämätön 2. paino, (1961) sanalle "soil" annetut merkitykset. Sillä tarkoitetaan siten mitä
5 tahansa ainetta tai väliainetta, jossa kasvi voi juurtua ja kasvaa, joten se käsittää mullan lisäksi kompostin, lannan, humuksen, hiekan ym. aineksen, joka sopii kasvien kasvatukseen.

Patenttivaatimukset

1. Yhdisteet, t u n n e t t u siitä, että niillä on kaava



jossa X on kloori, R on asyklinen, korkeintaan 8 hiiliatomia sisältävä 1-alkenyyl-1-yyli-ryhmä tai 1-sykloheksen-1-yyli-ryhmä, joka on mahdollisesti substituoitu yhdellä tai kahdella alemmalla alkyyliryhmällä, ja A on substituoimaton tai alemmalla alkyylillä substituoitu pyratsolyyli-, imidatsolyyli- tai triatsolyyli-ryhmä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on N-(1,2-dimetyyli-1-propen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

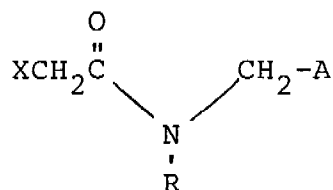
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on N-(2-metyyli-1-(1-metyyli-etyyli)-1-propen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-pyratsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-1,2,4-triatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on N-(2,6-dimetyyli-1-sykloheksen-1-yyli)-N-(1H-imidatsol-1-yyli-metyyli)-2-klooriasetamidi.

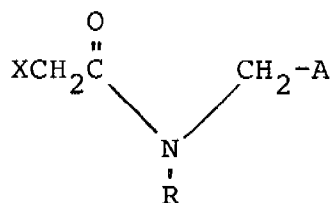
7. Herbisidiset koostumukset, t u n n e t t u siitä, että ne sisältävät apuainetta ja herbisidisesti tehokkaan määrän yhdistettä, jolla on kaava



5

jossa X on kloori, R on asyklinen, korkeintaan 8 hiili-
 atomia sisältävä 1-alkenyl-1-yyli-ryhmä tai 1-sykloheksen-1-
 yyli-ryhmä, joka on mahdollisesti substituoitu yhdellä tai
 kahdella alemmalla alkyyliryhmällä, ja A on substituoimaton
 10 tai alemmalla alkyylillä substituoitu pyratsolyyli-, imidat-
 solyyli- tai triatsolyyli-ryhmä.

8. Menetelmä ei-toivottujen kasvien torjumiseksi
 viljelmillä, t u n n e t t u siitä, että niiden viljely-
 paikalle viedään herbisidisesti tehokas määrä yhdistettä,
 15 jolla on kaava:

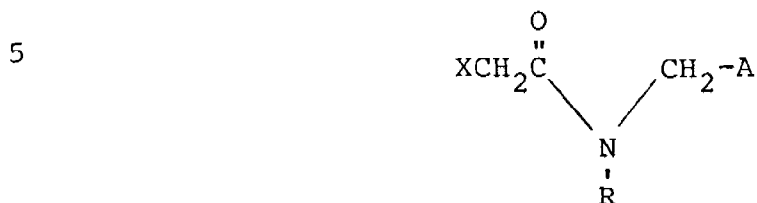


20

jossa X on kloori, R on asyklinen, korkeintaan 8 hiili-
 atomia sisältävä 1-alkenyl-1-yyli-ryhmä tai 1-sykloheksen-1-
 yyli-ryhmä, joka on mahdollisesti substituoitu yhdellä tai
 25 kahdella alemmalla alkyyliryhmällä, ja A on substituoimaton
 tai alemmalla alkyylillä substituoitu pyratsolyyli-, imi-
 datsolyyli- tai triatsolyyli-ryhmä.

Patentkrav

1. Föreningar med formeln:



10 vari X är klor, R är acyklisk 1-alkenyl-1-ylradikal med upp till 8 kolatomer eller en 1-cyklohexen-1-ylradikal som eventuellt är substituerad med en eller två lägre alkylradikaler, och A är en osubstituerad eller med lägre alkyl substituerad pyrazolyl-, imidazolyl- eller triazolylradikal.

15 2. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den är N-(1,2-dimetyl-1-propen-1-yl)-N-(1H-pyrazol-1-ylmetyl)-2-kloracetamid.

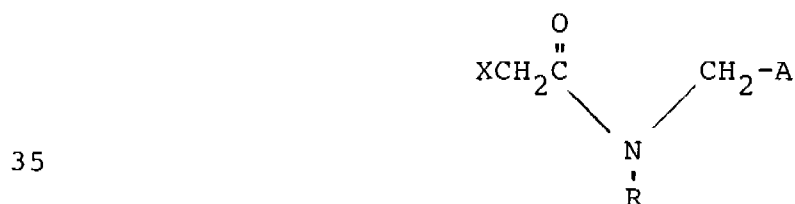
3. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den är N-(2-metyl-1-(1-metyletyl)-1-propen-1-yl)-N-(1H-pyrazol-1-ylmetyl)-2-kloracetamid.

20 4. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den är N-(2,6-dimetyl-1-cyklohexen-1-yl)-N-(1H-pyrazol-1-ylmetyl)-2-kloracetamid.

25 5. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den är N-(2,6-dimetyl-1-cyklohexen-1-yl)-N-(1H-1,2,4-triazol-1-ylmetyl)-2-kloracetamid.

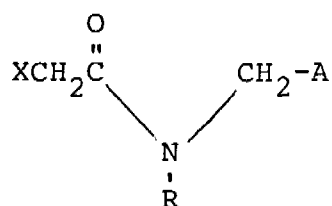
6. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den är N-(2,6-dimetyl-1-cyklohexen-1-yl)-N-(1H-imidazol-1-ylmetyl)-2-kloracetamid.

30 7. Herbicidala kompositioner, k ä n n e t e c k n a - d e därav, att de omfattar ett hjälpämne och en herbicidalt effektivt mängd av en förening med formeln:



vari X är klor, R är en acyklisk 1-alkenyl-1-ylradikal med upp till 8 kolatomer eller en 1-cyklohexen-1-ylradikal som eventuellt är substituerad med en eller två lägre alkylradikaler, och A är en osubstituerad eller med lägre alkyl substituerad pyrazolyl-, imidazolyl- eller triazolylradikal.

8. Förfarande för bekämpning av icke önskvärda växter bland odlingsväxter, k ä n n e t e c k n a t därav, att på deras växtplats anbringas en herbicidalt effektiv mängd av en förening med formeln:



vari X är klor, R är en acyklisk 1-alkenyl-1-ylradikal med upp till 8 kolatomer eller en 1-cyklohexen-1-ylradikal som eventuellt är substituerad med en eller två lägre alkylradikaler, och A är en osubstituerad eller med lägre alkyl substituerad pyrazolyl-, imidazolyl- eller triazolylradikal.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

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

FI _____

CH _____

DE H 2 704 281, H 2 648 008 ja H 2 744 396

DK _____

FR _____

GB _____

NO _____

SE _____

US P 4 155 744

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. suomenkiel. Offentliga ansökningspublikationer) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

17.11. - 86

TUK

Allekirjoitus