

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 782822 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 782822

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
C07C 0/

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 14.09.1978

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 14.09.1978

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 16.03.1979

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

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

15.09.1977 US 83352577

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Stauffer Chemical Company, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • LAM HSIAO-LING, TOWN UNKNOWN, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 • PALLOS FERENC MARCUS, TOWN UNKNOWN, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

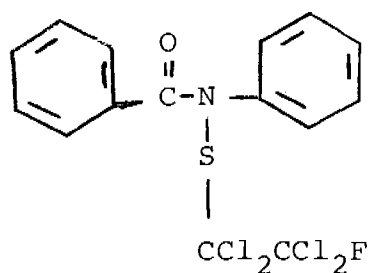
(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltiobenzanilid och dess användning som fungisid och akarisid

Stauffer Chemical Company
Westport, Conncticut 06880
U.S.A.

N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyli-tiobentsanilidi ja sen käyttö fungisidina ja akarisisidina. - N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltio-benzanilid och dess användning som fungisid och akarisid.

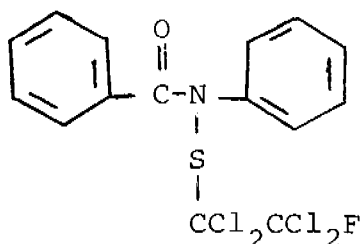
N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyli-tiobentsanilidi, jonka rakenne-
kaava on



ja sen käyttö fungisidina ja akarisisidina.

Tämän keksinnön kohteena on N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyli-tiobentsanilidi, joka on hyödyllinen fungisidina ja akarisisidina.

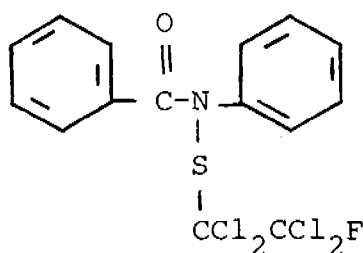
Oheisen keksinnön mukaisen yhdisteen, N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyli-tiobentsanilidin rakennekaava on seuraava



Oheisen keksinnön mukainen yhdiste voidaan valmistaa seuraavan esimerkin mukaisesti.

Esimerkki

N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyli-tiobentsanilidi



2,36 g (0,012 moolia) bentsanilidia ja 80 millilitraa tetrahydrofuraania lisätään pyöreäpohjaiseen kolmikaulapulloon, joka on varustettu sekoittimella, palautusjäähdyttimellä ja tiputussuppilolla. Sen jälkeen lisätään 0,4 g eli yhden moolin ylimäärä natriumhydridiä ja seosta sekoitetaan huoneen lämpötilassa puoli tuntia ja sen jälkeen refluksoidaan 2 tuntia. Sen jälkeen lisätään 3,03 g (0,012 moolia) yhdistettä $\text{ClSCCl}_2\text{CCl}_2\text{F}$ liuotettuna 50 ml:aan tetrahydrofuraania tipottaen yhden tunnin aikana reaktioseokseen, jota jäähdytetään jäähauteella. Lisäyksen jälkeen reaktioseoksen annetaan lämmetä huoneen lämpötilaan ja reaktioseosta sekoitetaan yön yli.

Liuotin poistetaan reaktioseoksesta strippaamalla tyhjiössä. Sen jälkeen reaktiotuote liuotetaan metyleenikloridiin. Vettä lisäämällä hajotetaan mahdollisesti jäljelle jäänyt natriumhydridi. Reaktiota pestään kolme kertaa vedellä ja sen jälkeen kuivataan magnesiumsulfaattilla. Tuote stripataan tyhjiössä ja kiteytetään isopropanolista,

jolloin saadaan 3,2 g haluttua yhdistettä (jota jäljempänä kutsutaan yhdisteeksi 1), sp. 77 - 78°C.

Fungisidin lehtiin kohdistuvan vaikutuksen arviointi

A. Estävän vaikutuksen arviointi

1. Pavunruoste-koe

Pinto-pavun taimia (Phaseolus vulgaris L.), jotka ovat noin 10 cm suuruisia, istutetaan hiekkaiseen hiekkamaahan kolmen tuuman saviastioissa. Sen jälkeen taimet käännetään ylösalaisin ja upotetaan 2 - 3 sekunniksi testattavan kemikaalin 50 - 50 asetoni/vesi-liuokseen. Testattavat konsentraatiot ovat 1000 ppm:stä alaspäin. Lehtien kuivaamisen jälkeen ne siirrostetaan pavunruoste-sienen (Uromyces phaseoli Arthur) itiöiden veisisuspensiolla ja taimet asetetaan 24 tunniksi ympäristöön, jonka kosteus on 100 %. Sen jälkeen taimet poistetaan kosteuskammioista ja niiden annetaan olla, kunnes lehdistä ilmestyy tautirakkuloita. Tehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm:nä, jossa rakkuloiden muodostuminen pienenee 75 % tai enemmän verrattuna käsittelemättömiin, siirrostettuihin taimiin. Nämä arvot on esitetty taulukossa I.

2. Jauhemaisen papuhärmän testi

Testattava kemikaali valmistetaan ja levitetään samalla tavoin kuin pavun ruostekokeessakin. Kun taimet ovat kuivia, lehdet pölytetään jauhemaisen härmäsienen (Erysiphe polygoni De Candolle) itiöillä ja taimia pidetään kasvihuoneessa, kunnes lehden pinnalle ilmestyy sienikasvustoa. Tehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm, joka pienentää rihmaston muodostumista 75 % tai enemmän verrattuna käsittelemättömiin, siirrostettuihin taimiin. Nämä arvot on esitetty taulukossa I.

3. Tomaatin lehtipolte

Testattava yhdiste liuotetaan sopivaan liuottimeen ja laimennetaan 50-50 asetoni/vesiliuoksella. Neljän viikon vanhat tomaatin taimet (Lycopersicon esculentum) suihkutetaan sen jälkeen liuoksella, kunnes

valuminen alkaa. Testattavat konsentraatiot ovat 1000 ppm:stä alaspäin. Kun lehdet ovat kuivia, ne siirrostetaan lehtipoltesienen (Alternaria solani Ellis ja Martin) itiöiden vesisuspensiolla ja asetetaan 48 tunniksi ympäristöön, jonka kosteus on 100 %. Sen jälkeen kasvit poistetaan kosteuskammioista ja niiden annetaan olla, kunnes lehdille ilmestyy tautivammoja. Tehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm, joka pienentää vammojen määrää 75 % tai enemmän verrattuna käsittelemättömiin, siirrostettuihin taimiin. Nämä arvot on esitetty taulukossa I.

4. Nurmikan lehtilaikku

Testattava kemikaali valmistetaan ja levitetään samalla tavoin kuin tomaatin lehtipolte-kokeessa, paitsi, että emäkasveina käytetään 4 viikon vanhoja Kentucky'n nurmikan (Poa pratensis) taimia. Kun lehdet ovat kuivia, ne siirrostetaan nurmikan lehtilaikku-sienen (Helminthosporium sativum) itiöiden vesisuspensiolla ja laitetaan 48 tunniksi ympäristöön, jonka kosteus on 100 %. Sen jälkeen kasvit poistetaan kosteuskammioista ja niiden annetaan olla, kunnes lehdille ilmestyy tautivammoja. Tehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm, joka pienentää 75 % tai enemmän muodostuneiden vammojen määrää verrattuna käsittelemättömiin, siirrostettuihin taimiin. Nämä arvot on esitetty taulukossa I.

B. Hävittämisaikutuksen arviointi

1. Pavunruoste-koe

Käsittelemättömät pavuntaimet (Phaseolus vulgaris L.) siirrostetaan pavunruostesienen (Uromyces phaseoli Arthur) itiöillä ja laitetaan 24 tunniksi ympäristöön, jonka kosteus on 100 %. Sen jälkeen kasvit poistetaan kosteuskammioista ja pidetään kasvihuoneessa 2 päivää taudin vakiinnuttamiseksi. Testattava kemikaali valmistetaan ja levitetään sen jälkeen samalla tavoin kuin pavunruoste-kokeessa estävää vaikutusta arvioitaessa. Hävittämistehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm, joka pienentää 75 % tai enemmän lehdille ilmestyvien rakkuloiden määrää verrattuna käsittelemättömiin siirrostettuihin taimiin. Nämä arvot on ilmoitettu taulukossa I.

2. Jauhemaisen pavunhärmän koe

Käsittelemättömät pintapavun taimet pölytetään jauhemaisen härmäsienen (Erysiphe polygoni De Candolle) itiöillä ja pidetään kasvihuoneessa, kunnes lehden pinnalle ilmestyy rihmastokasvua. Testattava kemikaali valmistetaan ja levitetään sen jälkeen samalla tavoin kuin pavunruoste-kokeessa. Neljän päivän kuluttua tutkitaan lehdistä kuinka paljon rihmaston lisäkasvu on estynyt. Hävitystehokkuus ilmoitetaan alhaisimpana konsentraationa, ppm, joka kestää 75 % tai enemmän elävän, itiöivän rihmaston kasvua verrattuna käsittelemättömiin siirrostettuihin kasveihin. Nämä arvot on esitetty taulukossa I.

Taulukko I

Ehkäisevä vaikutus

<u>Yhdiste numero</u>	<u>Pavunruoste</u>	<u>Jauhemainen papuhärmä</u>	<u>Tomaatin lehtipolte</u>	<u>Nurmikan lehtilaikku</u>
1	5	10	500	10

Hävittävä vaikutus

<u>Yhdiste numero</u>	<u>Papuhome</u>	<u>Jauhemainen papuhärmä</u>
1	*	50

* Ei kontrollia 1000 ppm:ssä eikä testattu suuremmissa konsentraatioissa.

Akaridisen vaikutuksen arviointi

Kokeissa, joissa tutkitaan punkkeja tappavaa vaikutusta, käytetään kaksitäpläistä punkkia (2SM), Tetranychus urticae (Koch). Koemenettely on seuraava:

Pintopavun taimia (Phaseolus sp.), joiden koko on noin 10 cm, istutetaan hiekkaiseen hiuemaahan kolmen tuuman saviastioissa ja infektoidaan perusteellisesti eri ikäisillä ja sukupuolta olevilla kaksitäpläisillä punkeilla. 24 tuntia myöhemmin käännetään infektoidut taimet ylösalaisin ja upotetaan 2 - 3 sekunniksi testattavan kemikaalin 50-50 asetoni/vesiliuokseen. Käsiteltyjä taimia pidetään kasvi-

huoneessa ja 7 päivän kuluttua määritetään sekä täysikasvuisten punkkien että munista, jotka olivat taimilla käsittelyhetkenä, kuoriutuvien toukkien kuolleisuus. Testattavat konsentraatiot ovat 0,05 %:sta alaspäin aina konsentraatioon asti, jossa kuolleisuus on 50 %.

LD₅₀-arvot on ilmoitettu seuraavassa taulukossa II otsikolla "2SM-PE" (so. post-embryonic) ja "2SM-munat", testattavan yhdisteen prosentuaalisena konsentraationa liuoksessa.

Taulukko II

<u>Yhdiste numero</u>	<u>2SM-PE (%)</u>	<u>2SM-munat (%)</u>
1	.003	.01

Tämän keksinnön mukaista yhdistettä laitetaan yleensä muotoon, joka voidaan sopivasti levittää. Esimerkiksi yhdiste voidaan laittaa pestisidiseokseen, joka on emulsiona, suspensiona, liuoksena, pölytteenä ja aerosoli-suihkeena. Tällaiset seokset sisältävät yleisesti ottaen aktiivisen aineen lisäksi apuaineita, joita tavallisesti on pestisidivalmisteissa. Näissä seoksissa voidaan käyttää tämän keksinnön mukaista aktiivista yhdistettä ainoana pestisidikomponenttina tai sitä voidaan käyttää seoksena muiden yhdisteiden kanssa, joilla on samanlainen käyttö. Tämän keksinnön mukaiset pestisidiseokset voivat sisältää apuaineina orgaanisia liuottimia, kuten sesamöljyä, ksyleenialueen liuottimia, raskasbensiiniä jne.; vettä; emulgointiaineita; pinta-aktiivisia aineita; talkkia; pryofylliittiä; diatomiittia; kipsiä; savilaatuja, ponneaineita, kuten diklooridifluorimetaania jne. Aktiivinen aine voidaan kuitenkin haluttaessa levittää suoraan elintarvikkeille, siemenille jne., joiden päällä taudit pesivät. Tällaisella tavalla käytettynä on edullista käyttää yhdistettä, joka ei ole haihtuva. Mitä taas tulee tässä yhteydessä esitetyn pestisidisen yhdisteen aktiivisuuteen, niin on täysin ymmärrettävää, että ei ole välttämätöntä, että ne ovat sellaisenaan aktiivisia. Tämän keksinnön tavoitteet tulevat täysin täytetyiksi, jos ulkopuoliset voimat, kuten valo tai jokin

fysiologinen tapahtuma, joka esiintyy, kun yhdiste joutuu taudin aiheuttajan kehoon, tekevät yhdisteen aktiiviseksi.

Ammattimiehelle selviää helposti tapa, jolla tämän keksinnön mukaisia pestisidiseoksia käytetään jossain tiettyssä tapauksessa. Yleisesti sanoen aktiivinen pestisidiyhdiste tehdään nestemäisen seoksen muotoon; esimerkiksi emulsioksi, suspensioksi tai aerosoli-suihkeeksi. Vaikkakin aktiivisen pestisidin konsentraatiota voidaan vaihdella laajoissa rajoissa oheisissa seoksissa, pestisidiyhdistettä ei tavallisesti ole enempää kuin noin 15 painoprosenttia seoksesta. Tämän keksinnön mukaiset pestisidiseokset ovat parhaiten kuitenkin liuoksina tai suspensioina, jotka sisältävät noin 0,1 - 1,0 painoprosenttia aktiivista pestisidiyhdistettä.

Patenttivaatimukset

1. N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyliitiobentsanilidi.
2. Aineseos, joka sisältää N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyliitiobentsanilidia ja inerttiä kantoaainetta.
3. Sienten torjuntamenetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään fungisidisesti tehokas määrä N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyliitiobentsanilidia.
4. Akaridien torjuntamenetelmä, t u n n e t t u siitä, että annetaan akaridisesti tehokas määrä N-1,1,2,2-tetrakloori-2-fluorietyyliitiobentsanilidia.

Patentkrav

1. N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltiobenzanilid.
2. Ämnekomposition, som innehåller N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltiobenzanilid och inert bärämne.
3. Förfarande för avvärjning av svampar, k ä n n e t e c k n a t därav, att användes fungicidiskt effektiv mängd N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltiobenzanilid.
4. Förfarande för avvärjning av akarider, k ä n n e t e c k n a t därav, att ges akaridiskt effektiv mängd N-1,1,2,2-tetraklor-2-fluoretyltiobenzanilid.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

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

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien _____

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige _____

Saksa - BRD - Tyskland H 2557950, COTC 161/00

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA _____

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

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

9/1-85

J. Helle

Allekirjoitus