

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 812129 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 812129

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁴)
C07D413/04

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 06.07.1981

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 06.07.1981

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 08.01.1982

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

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

07.07.1980 US 166,011

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Eli Lilly and Company, 307 East McCarty Street, Indianapolis, Ind. 46206, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Burow, Jr., Kenneth Wayne, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 • St. Clair, Roger Lee, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Imidatsolidinonijohdannaiset.

Imidazolidinonderivat.

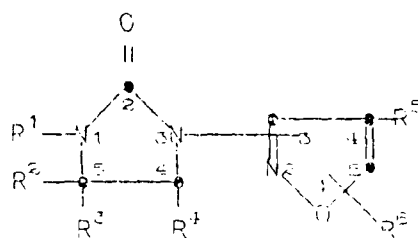
Imidatsolidinonijohdannaiset

Keksintö koskee uusia isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaisia, joilla on sekä maalla että vedessä kasvavien rikkakasvien vastainen vaikutus, niistä saatavia herbisidivalmisteita ja niiden valmistusta.

Tunnetaan joukko substituoituja imidatsolidinoneja, joilla sanotaan olevan selektiivinen rikkakasvien vastainen vaikutus. Krenzer kuvaa US-patenttijulkaisussa 4 093 443 tiettyjä 2-tiadiatsolyyli-imidatsolidinoneja, joiden väitetään olevan käyttökelpoisia rikkaruohomyrkkyinä. Krenzer kuvaa samanlaisia tiadiatsolyyli-imidatsolidinoneja myös US-patenttijulkaisuissa 3 904 640, 3 944 409, 3 963 473, 3 964 895, 3 984 228, 3 990 882, 4 018 787, 4 021 439, 4 028 375, 4 063 924 ja 4 097 486.

Imidatsolidinoneja, joissa on isoksatsolyyliryhmä, ei ole tähän mennessä tunnettu. Yhdisteet, joita tämä keksintö koskee ovat imidatsolidinonijohdannaisia, joilla on isoksatsolyyliryhmä 3- tai 5-asemassa.

Keksintö sisältää isoksatsolyyli-imidatsolidinonin, jolla on kaava I



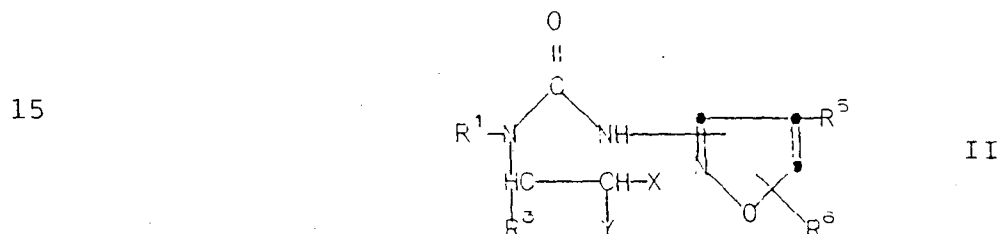
jossa:

- R^1 on C_{1-16} -alkyyli;
 - R^2 on vety, tai yhdessä R^4 :n kanssa kaksoissidos;
 - R^3 on vety tai C_{1-6} -alkyyli;
 - R^4 on hydroksi, C_{1-6} -alkanoyloksi tai yhdessä R^2 :n kanssa kaksoissidos;
 - R^5 on vety, halogeeni, syano, nitro tai C_{1-6} -alkyyli;
- ja

R^6 on vety, C_{1-6} -alkyyli, trifluorimetyyli, C_{1-3} -alkoksi- C_{1-6} -alkyyli, C_{3-7} -sykloalkyyli tai C_{1-3} -alkyyllillä substituoitu C_{3-7} -sykloalkyyli.

Keksintöön kuuluu myös rikkakasvien vastainen valmiste, joka sisältää vaikuttavana aineena 1,0 - 90,0 p-% kaavan I mukaista, edellä määriteltä, isoksatsolyyli-imidatsolidinonia ja ainakin yhtä soveltuvaa kanto- tai laimennusainetta.

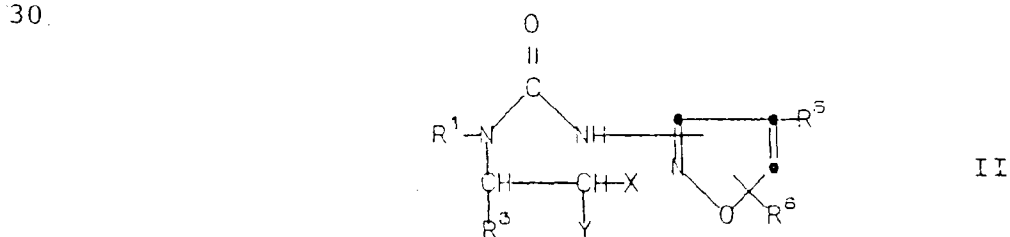
Samoin kuuluu keksintöön menetelmä edellä kuvatun isoksatsolyyli-imidatsolidinonin, jolla on kaava I, valmistamiseksi, johon kuuluu (dialkoksi)etyyli-isoksatsolyyliurean, jolla on kaava II,



jossa R^1 , R^3 , R^5 ja R^6 ovat edellä määritellyt ja X ja Y toisistaan riippumatta ovat C_{1-6} -alkokseja, kuumentaminen hapon läsnäollessa ja, mahdollisesti, kaavan I mukaisen isoksatsolyyli-imidatsolidinonin dehydratointi, kun R^4 on hydroksi.

Keksintöön sisältyy myös menetelmä rikkakasvien kasvun estämiseksi, jossa rikkakasvien kasvupaikkaa käsitellään herbisidisesti riittävällä määrällä edellä kuvattua isoksatsolyyli-imidatsolidinonia, jolla on kaava I.

Keksinnössä kuvataan myös (dialkoksi)etyyli-isoksatsolyyliureaa, jolla on kaava II,



35 jossa:

R^1 on C_{1-6} -alkyyli;

R^3 on vety tai C_{1-6} -alkyyli;

X ja Y toisistaan riippumatta ovat C_{1-6} -alkokseja;

R^5 on vety, halogeeni, syano, nitro tai C_{1-6} -alkyyli;

5 R^6 on vety, C_{1-6} -alkyyli, trifluorimetyyli, C_{1-3} -alkoksi- C_{1-6} -alkyyli, C_{3-7} -sykloalkyyli tai C_{1-3} -alkyyllillä substituoitu C_{3-7} -sykloalkyyli.

10 Edullisilla imidatsolidinoniyhdisteillä, joita keksintö koskee, on edellä mainittu kaava, jossa R^6 on vety, C_{1-6} -alkyyli, trifluorimetyyli tai C_{1-3} -alkoksi- C_{1-6} -alkyyli.

Muilla edullisilla yhdisteillä on yllä mainittu kaava, jossa:

15 R^1 on metyyli
 R^2 ja R^3 ovat molemmat vetyjä;
 R^4 on hydroksi tai asetoksi;
 R^5 on vety tai syano;
 R^6 on C_{1-6} -alkyyli.

20 Lisäksi ovat edullisia sellaiset yhdisteet, joissa imidatsolidinoniryhmä on liittynään isoksatsolirenkaan 3-asemaan.

Edelleen ovat edullisia sellaiset yhdisteet, joissa R^6 on steerisesti suuri alkyyli-ryhmä, kuten tert.-butyyli, 1-etyyli-1-metyylipropyli, sykloheptyyli tai
 25 1-metyylisykloheksyyli.

Myös isoksatsolyyliureaväliaineilla on jonkin verran herbisidistä vaikutusta.

Keksinnön mukaisille yhdisteille, joissa R^2 on vety ja R^4 on hydroksi tai alkanoyloksi, käytetään tässä nimitystä "isoksatsolyyli-imidatsolidinonit". Yhdisteille, joissa R^2 ja R^4 yhdessä muodostavat kaksoissidoksen, käytetään nimitystä "isoksatsolyyli-imidatsolidinonit".

Termi " C_{1-6} -alkyyli" tarkoittaa tässä, kuten tavallista, suoria tai haaroittuneita hiiliketjuja,
 35 joissa on 1-6 hiiliatomia. Tyypillisiä C_{1-6} -alkyyliä

ovat esimerkiksi metyyli, etyyli, n-butylyli, isobutylyli, tert.-butyyli, n-pentylyli, n-heksyyli, isoheksyyli, 1-etyyli-1-metyylipropylyli, jne. Edullisia alkyyliryhmiä ovat haaroittuneet, ja siten steerisesti suuret ryhmät.

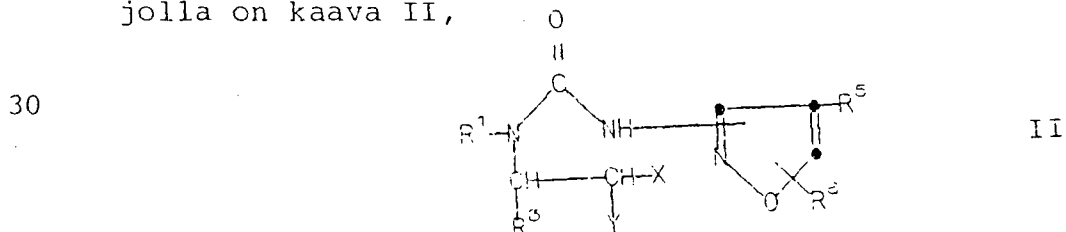
5 Tällaisia ryhmiä ovat isopropylyli, tert.-butyyli ja 1,1-dimetyylibutylyli. "C₁₋₆-alkanoyloksi"-ryhmiä ovat esimerkiksi asetoniksi, formyloksi, pentanoyloksi, 3-metyylipentanoyloksi, butyloksi ja muut saman tapaiset.

10 "C₁₋₃-alkoksi-C₁₋₆-alkyyli" tarkoittaa alkyyliryhmää, joka on monosubstituoitu C₁₋₃-alkyyli-ryhmällä. Tyypillisiä C₁₋₃-alkoksi-C₁₋₆-alkyyli-ryhmiä ovat metoksi-metyyli, etoksimetyyli, 3-isopropoksi-propyyli, 4-metoksi-heksyyli ja 1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli, jne.

15 Tyypillisiä "C₃₋₇-sykloalkyyli" -ryhmiä ovat syklopropyyli, syklobutylyli, syklopentyli, sykloheksyyli ja sykloheptyyli. "C₁₋₃-alkyyli-ryhmällä substituoitu C₃₋₇-syklo-alkyyli" on jokin edellä olevista sykloalkyyli-ryhmistä, joka on monosubstituoitu C₁₋₃-alkyyli-ryhmällä, kuten metyyli-ryhmällä, etyyli-ryhmällä tai propyyli-ryhmällä. Tyypillisiä täl-
20 laisia edullisia ryhmiä ovat 1-metyylisyklopentyli, 1-metyylisykloheksyyli, 1-etyylisykloheptyli, 1-n-propyyli-syklobutylyli, jne.

"Halogeeni" on fluori, kloori, bromi tai jodi. Edullisia halogeeneja ovat kloori ja bromi.

25 Useimmat isoksatsolyyli-imidatsolidimonijohdannaiset, joita keksintö koskee, valmistetaan syklisoimalla sopivasti substituoitu 3- tai 5-isoksatsolyyliurea, jolla on kaava II,



35 jossa R¹, R³, R⁵ ja R⁶ ovat edellä määritellyt ja X ja Y ovat alkokseja, kuten metoksi, etoksi, propoksi, jne.

Dialkoksi-isoksatsolyyliurean syklistointi voidaan suorittaa yksinkertaisesti kuumentamalla välituotetta hapon läsnäollessa. Yleisesti käytettyjä happoja ovat mineraalihapot, kuten kloorivety-, bromivety-, rikki-, fosfori-, typpihappo ja vastaavat. Haluttaessa voidaan käyttää myös orgaanisia happoja, kuten etikkahappoa. Renkaan sulkemiseksi tarvittava happomäärä on suunnilleen ekvivalentti moolimäärä tai ylimäärä, ja tavallisesti reaktio suoritetaan yksinkertaisesti laimeassa hapon vesiliuoksessa, jonka pitoisuus on n. 0,5 - 5 p-%. Haluttaessa renkaan sulkemisreaktio voidaan suorittaa myös muussa liuottimessa kuin vedessä, esimerkiksi dioksaanissa, dimetyylisulfoksidissa, dimetyyliformamidissa, tms, johon on lisätty ekvivalenttinen tai ylimäärä sopivaa happoa. Syklisaatio tapahtuu yleensä käytännöllisesti katsoen täydellisesti 10 - 90 minuutissa, kun reaktio suoritetaan korotetussa lämpötilassa 40 - 100°C:ssa. Täten saadaan isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinoni (s.o. imidatsolidinoni, jossa R⁴ on hydroksi), joka on helppo eristää jäädyttämällä reaktioseos esimerkiksi 0 - 5°C:een, minkä jälkeen saostuma erotetaan seoksesta. Eristetty isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinoni voidaan edelleen puhdistaa tavanomaisilla menetelmillä, kromatografisesti ja kiteyttämällä tavallisista liuottimista, kuten etanolista, asetonista, dioksaanista, vedestä, tms.

Esimerkkeinä isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinoneista, joita on helppo valmistaa yllä kuvatulla syklistointimenetelmällä, mainittakoon seuraavat:

30 3-(4-syano-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni;

 3-(4,5-dietyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

 3-(4-isopropyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-n-butyyli-2-imidatsolidinoni;

35

3-(5-isopropyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-
1-n-butyli-2-imidatsolidiononi;

3-(3-trifluorimetyyli-5-isoksatsolyyli)-4-
hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidiononi;

5 3-(3-etyyli-4-nitro-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-
1-etyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(5-sykloheksyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-
1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

10 3-(3-tert.-butyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-4-
hydroksi-1-n-propyyli-2-imidatsolidinoni;

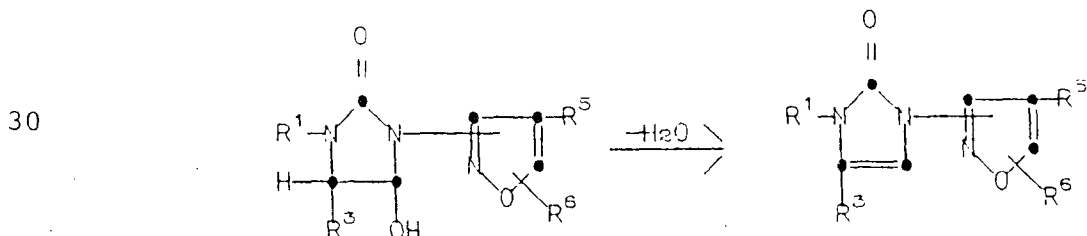
3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyli)-3-isoksatsolyyli $\sqrt{7}$ -
4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3- $\sqrt{3}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyli)-5-isoksatsolyyli $\sqrt{7}$ -
4-hydroksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni;

15 3-(3-metoksimetyyli-4-bromi-5-isoksatsolyyli)-4-
hydroksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni; ja

3-(4-syano-5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-
hydroksi-1-n-heksyyli-2-imidatsolidinoni.

Edellä kuvatut isoksatsolyyli-4-hydroksi-
20 imidatsolidinonit eivät ole käyttökelpoisia ainoastaan
herbisideinä, vaan myös välituotteina muiden keksinnön
mukaisten imidatsolidinonien syteesissä. Esimerkiksi,
tydyttämättömät keksinnön mukaiset imidatsolidinonit, s.o.
yhdisteet, joilla on y.o. kaava, jossa R^2 ja R^4 yhdessä
25 muodostavat kaksoissidoksen, valmistetaan edullisesti
dehydratoimalla 4-hydroksi-imidatsolidinoni seuraa-
vasti:



Tällainen dehydratointi saadaan aikaan käsittelemällä
35 4-hydroksi-imidatsolidinonia hapolla, kuten mineraali-

hapolla, tai edullisesti ekvivalenttisella tai pienellä ylimäärällä halogenointiainetta, kuten tionyylikloridia. Esimerkiksi, käsittelemällä yhdistettä, kuten 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-etyyli-2-imidatsolidinonia, suunnilleen ekvivalenttimäärällä tionyylikloridia liuottimessa, kuten kloroformissa tai metyleenikloridissa, 1 - 24 h:n ajan lämpötilassa 0 - 50°C saadaan vastaava tyydyttämätön imidatsolinoni, nimittäin 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-1-etyyli-2-imidatsolinoni. Tuote voidaan eristää yksinkertaisesti poistamalla liuotin esimerkiksi haihduttamalla ja lisäpuhdistus voidaan haluttaessa suorittaa tavanomaisilla menetelmillä, kuten kiteyttämällä tavallisista liuottimista, esimerkiksi asetonista tai dietyylieetteristä.

Keksinnön mukaiset isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinonit ovat myös käyttökelpoisia valmistettaessa imidatsolidinoneja, joilla on yllä oleva yleinen kaava, jossa R^4 on C_{1-6} -alkanoyloksi. Esimerkiksi, keksinnön mukaiset isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinonit on helppo asyloida sopivalla reagenssilla, kuten happohalogenidilla. Tavallisesti käytettyjä asyloivia aineita ovat mm. asetyylikloridi, butyylijodidi, heksanoylibromidi, tms. Muita yleisesti käytettäviä asylointiaineita ovat anhydritit, kuten etikkahapponanhydridi, etikkahapon ja muurahaishapon anhydridi, propioni- ja muurahaishapon anhydridi, tms.

Isoksatsolyyli-4-hydroksi-imidatsolidinoni voidaan asyloida käsittelemällä 4-hydroksi-imidatsolidinonia ekvivalenttisella moolimäärällä asyloivaa ainetta. Haluttaessa voidaan käyttää asylointiainetta ylimäärin. Tavallisesti reaktio suoritetaan liuottimessa, kuten bentseenissä, asetonissa, dikloorimetaanissa, kloroformissa, tms. ja ylimäärisen hapon neutraloijana toimivan emäksen läsnäollessa. Tavallisesti käytettäviä emäksiä

ovat trietyyliamiini, pyridiini, natriumkarbonaatti, tms. Asylointireaktio menee yleensä käytännöllisesti katsoen loppuun 2 - 24 h:ssa, kun se suoritetaan -20 - 80°C:n lämpötilassa. Asyloitu tuote, nim. isoksatsolyyli-

5 imidatsolidinoni, jolla on y.o. kaava, jossa R⁴ on C₁₋₆-alkanoyloksi, voidaan eristää yksinkertaisesti poistamalla liuotin, esim. haihduuttamalla alipaineessa. Asyloitu imidatsolidinoni voidaan tarvittaessa puhdistaa tavanomaisilla menetelmillä, esimerkiksi pesemällä

10 laimealla hapolla ja emäksellä, kromatografisesti, kiteyttämällä, jne.

Tyypillisiä keksinnön mukaisia yhdisteitä, jotka on helppo valmistaa asyloimalla tai dehydratoimalla 4-hydroksi-imidatsolidinoni, ovat mm:

- 15 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-n-propyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(5-metoksimetyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-(1,1-dimetyylipropyyli)-2-imidatsolidinoni;
 3-3-(2-metoksipentyyli)-5-isoksatsolyyli-7-4-n-
- 20 butyroksi-5-etyyli-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-propionoksi-1-(1,1-dimetyylibutyyli)-2-imidatsolidinoni;
 3-(4-syano-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-isopropyyli-2-imidatsolidinoni;
- 25 3-(5-sykloheptyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(5-isobutyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(4-nitro-5-sek.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-
- 30 propionoksi-5-metyyli-1-etyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(5-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-n-butyyli-2-imidatsolidinoni;
 3-(3-trifluorimetyyli-5-isoksatsolyyli)-4-n-butyloksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(5-metoksimetyyli-3-isoksatsolyyli)-4-formyloksi-
1-tert.-butyyli-2-imidätsolidinoni;

3-(4-kloori-5-etyyli-3-isoksatsolyyli)-4-propionok-
si-5-etyyli-1-n-propyyli-2-imidatsolidinoni;

5 3-(5-isobutyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-
(2-metyylipentyyli)-2-imidatsolidinoni;

3-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-4-n-butyloksi-5-
etyyli-1-(1,1-dimetyylipropyyli)-2-imidatsolidinoni;

10 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-1-etyyli-2-
imidatsolinoni;

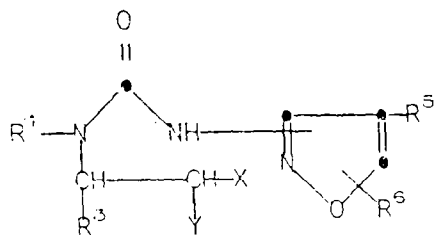
3-(4,5-dietyyli-3-isoksatsolyyli)-1-metyyli-2-
imidatsolinoni;

3- $\bar{3}$ -(1-etyylisyklopentyyli)-5-isoksatsolyyli $\bar{7}$ -1-
metyyli-2-imidatsolinoni;

15 3-(5-metoksimetyyli-3-isoksatsolyyli)-1-metyyli-
2-imidatsolinoni; ja

3-(4-bromi-5-isopropoksimetyyli-3-isoksatsolyyli)-
5-metyyli-1-(1,1-dimetyylipropyyli)-2-imidatsolinoni.

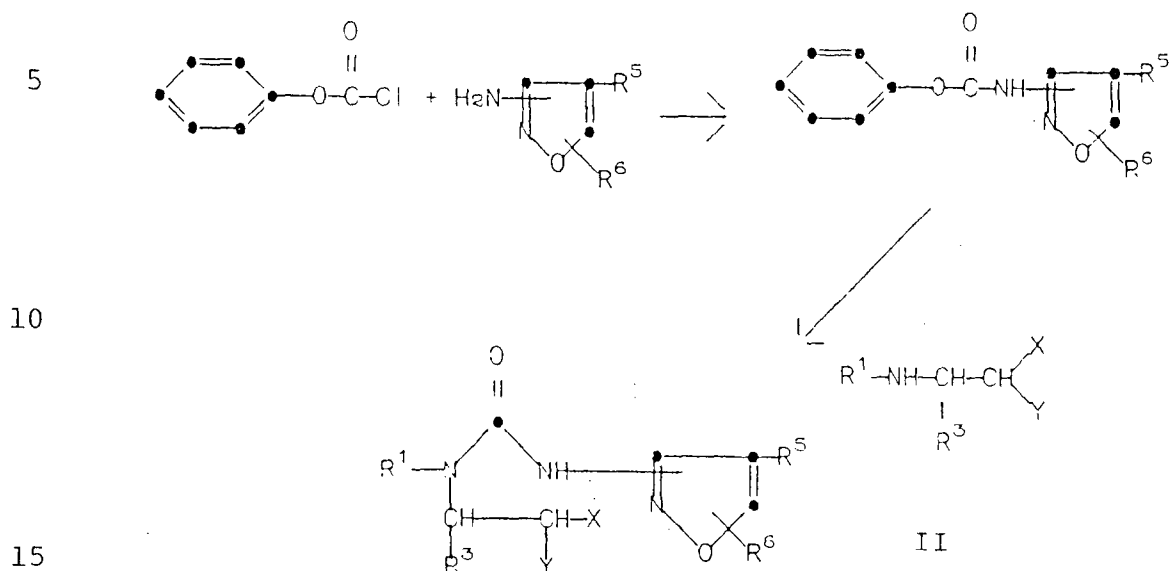
20 Kuten aiemmin on mainittu, tarvitaan valmis-
tettaessa keksinnön mukaisia isoksatsolyyli-imidatsolidino-
neja lähtöaineena isoksatsolyyliureaa, jolla on kaava II,



II

25 jossa X ja Y ovat C₁₋₆-alkoksiryhmiä, kuten metoksi,
etoksi, tms. Isoksatsolyyliureavälituotteet voidaan val-
mistaa millä tahansa monista menetelmistä. Eräällä
30 tyypillisellä tavalla valmistettaessa 3- tai 5-aminoisok-
satsolia käsitellään haloformaatilla, kuten fenyyli-
kloroformaatilla, jolloin saadan isoksatsolylikarbamaat-
ti, josta saadaan, sopivasti substituoidulla etyyli-

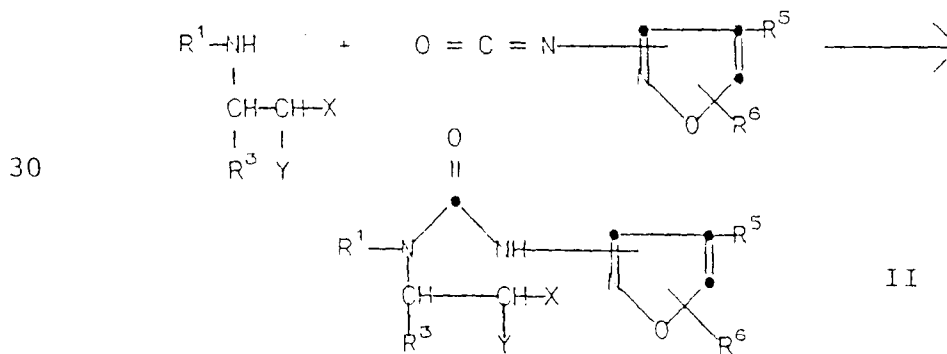
amiinilla käsiteltäessä, keksinnön mukainen isoksatsolyyli-urea. Tällaista menetelmää voidaan kuvata seuraavalla reaktiokaaviolla:



3- tai 5-aminoisoksatsolit, joissa R^5 ja R^6 ovat edellä määritellyt, ovat tunnettuja tai valmistettavissa tunnetuilla menetelmillä. Samoin ovat dialkoksietyyliamiinit, joilla on kaava $R^1NHCH(R^3)CHXY$, tunnettuja, ja eräitä on kaupallisesti saatavana.

Haloformaatin, kuten fenyylikloroformaatin, ja 3- tai 5-aminoisoksatsolin välinen reaktio suoritetaan tavallisesti yhdistämällä ylimäärin haloformaattia isoksatsolin kanssa orgaanisessa liuottimessa, kuten pyridiinissä tai trietyyliamiinissa, ja sekoittamalla 1 - 24 h lämpötilassa $0 - 30^{\circ}\text{C}$. Reaktiotuote, isoksatsolylikarbomaatti, eristetään tavallisesti tekemällä reaktioseos happamaksi, esimerkiksi lisäämällä mineraalihappoa, kuten kloorivetyhappoa tai rikkihappoa, ja erottamalla muodostuva sakka suodattamalla. Karbomaatti ei normaalisti tarvitse lisäpuhdistusta, mutta se voidaan haluttaessa kiteyttää tavallisista liuottimista, kuten bentseenistä, asetonista, etyyliasetaatista, tms.

- Isoksatsolyylikarbamaatti ja etyyliamiini sekoi-
tetaan toisiinsa tavallisesti molemmille sopivassa
orgaanisessa liuottimessa, kuten tolueenissa tai
bentseenissä. Reagensseja käytetään ekvivalenttiset
5 määrät, tai haluttaessa voidaan käyttää ylimäärin etyyli-
amiinijohdannaista. Reaktio menee tavallisesti käytän-
nöllisesti katsoen loppuun 2 - 5 h:n aikana, kun käyte-
tään reaktiolämpötilana 50 - 100°C. Tuote, keksinnön
mukainen isoksatsolyyliureavälituote, eristetään taval-
10 lisesti yksinkertaisesti poistamalla liuotin, esimerkik-
si haihuttamalla alipaineessa. Isoksatsolyyliurea voi-
daan puhdistaa edelleen tarvittaessa tavanomaisilla
menetelmillä, esimerkiksi uudelleenkiteyttämällä ja
kromatografisesti.
- 15 Keksinnön mukaiset isoksatsolyyliuravälituotteet
voidaan vaihtoehtoisesti valmistaa käsittelemällä sopi-
vasti substituoitua N-alkyyli-2,2-dialkoksietyyliamiini-
johdannaista 3- tai 5-isoksatsolyyli-isosyanaatilla.
Isoksatsolyyli-isosyanaatti on helppo valmistaa käsitte-
20 lemällä 3- tai 5-aminoisoksatsolia fosgeenilla hapon,
kuten kloorivetyhapon, läsnäolevassa, jolloin saadaan
vastaava 3- tai 5-kloorikarbonyyliaminoisoksatsoli.
Jälkimmäiselle yhdisteelle tapahtuu dehydrohalogenaatio
in situ, jolloin syntyy vastaava isoksatsolyyli-isosyanaat-
25 ti. Isosyanaatin reaktiota etyyliamiinijohdannaisen
kanssa voidaan kuvata seuraavasti:



- jossa R^1 , R^3 , R^5 , R^6 , X ja Y ovat kaikki edellä määritelt-
tyjä. Etyyliamiinin reaktio isoksatsolyyli-isosyanaatin

kanssa suoritetaan tavallisesti yhdistämällä ekvivalenttiset määrät reagensseja sopivassa liuottimessa, kuten tolueenissa tai bentseenissä. Reaktio menee tavallisesti loppuun 2 - 5 h:ssa lämpötilan ollessa 50 - 100°C.

- 5 Reaktiotuote eristetään tavallisesti yksinkertaisesti poistamalla liuotin alipaineessa. Lisäpuhdistus voidaan tarvittaessa suorittaa kiteyttämällä, kromatografisesti tai muilla tavanomaisilla menetelmillä. Seuraavat esimerkit kuvaavat tyypillisten isoksatsolyyliurea-
- 10 välituotteiden ja isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaisten valmistusta. Esimerkit ovat ainoastaan kuvaavia, eivätkä millään tavalla rajoitattavia.

Esimerkki 1

- 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-
15 1-metyyli-2-imidatsolidinoni

A. 5-tert.-butyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino) isoksatsolin valmistus.

- 30 g 5-tert.-butyyli-3-aminoisoksatsolin (80 %) ja 5-amino-3-tert.-butyyli-isoksatsolin (20 %) seosta
20 pyridiiniin (500 ml) liuotettuna jäähdytettiin sekoittaen 0°C:n lämpötilaan jäähauteessa. Kylmään reaktioseokseen lisättiin sekoittaen pisaroittain 30 min:n aikana 35 g fenyylikloroformaattia. Lisäyksen jälkeen reaktioseosta sekoitettiin vielä 1 h:n ajan 0°C:ssa ja kaadettiin sit-
25 ten jäiden päälle. Vesipitoinen seos tehtiin happamaksi (pH 2,0) väkevällä kloorivetyhapolla. Hapen vesiseos suodatettiin ja saostuma otettiin talteen. Sakka kuivattiin ilmassa ja sen todettiin olevan 5-tert.-butyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)-isoksatsolia.

- 30 Sp. 94 - 97°C. Saanto 36 g

B. 1-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli-3-
2,2-(dimetoksi)etyyli)-3-metyyliurean valmistus.

- Tolueeniin (300 ml) liuotettiin 5-tert.-butyyli-3-(N-fenoksi-karbonyyliamino)-isoksatsoliin (36 g) lisät-
35 tiin kerralla 20 g N-metyyli-(2,2-dimetoksi)etyyliamiinia.

Reaktioseosta reluksoitiin 3 h, jäähdytettiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa. Täten muodostunut öljy puhdistettiin kromatografisesti silikageelillä dietyyli-eetterillä eluoiden. Haluttua tuotetta sisältävät

5 fraktiot yhdistettiin ja liuotin haihdutettiin, jolloin saatiin 27,2 g 1-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli-3-
/2,2-(dimetoksi)etyyli-7-3-metyyliureaa.

Sp. 78 - 79°C

Alkuaineanalyysi, $C_{13}H_{23}N_3O_4$

10 Teoreettinen: C, 54,72; H, 8,12; N, 14,73

Saatu: C, 54,43; H, 7,95; N, 14,64

C. 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

15 11 g 1-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-3-
/2,2-(dimetoksi)etyyli-7-3-metyyliureaa 0,5 N suolahappoon (100 ml) liuotettuna kuumennettiin 50°C:n lämpötilassa 30 min. Reaktioseos jäähdytettiin huoneen lämpötilaan ja se kaadettiin jäihin (200 g). Muodostunut kiinteä sakka erotettiin suodattamalla ja se uudelleenkiteytettiin

20 etyyliasetaatista, jolloin saatiin 8,9 g 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 176 - 177°C

Alkuaineanalyysi, $C_{11}H_{17}N_3O_3$

25 Teoreettinen: C, 55,22; H, 7,16; N, 17,56

Saatu: C, 55,51; H, 6,88; N, 17,35

Esimerkki 1A

Esimerkin 1 mukainen reaktiosarja toistettiin isommassa mittakaavassa seuraavasti:

30 A. 560,8 g puhdasta 5-tert.-butyyli-3-aminoisoksatsolia pyridiiniin (10 l) liuotettuna jäähdytettiin 0°C:n lämpötilaan ja lisättiin sekoittaen 688,9 g (553,7 ml) fenyyli-kloroformaattia pisaroittain tunnin aikana. Sekoitusta jatkettiin 0°C:ssa vielä 2 h, minkä jälkeen seoksen annettiin lämmetä huoneen lämpötilaan ja sekoitettiin vielä 12 h.

35

- Reaktioseos kaadettiin jäihin ja tehtiin happameksi (pH 4) väkevällä suolahapolla. Muodostunut sakka erotettiin suodattamalla, ja suodosta uutettiin kahdesti 1000 ml:lla dikloorimetaania. Uutteet yhdistettiin ja
- 5 lisättiin erotettuun sakkaan, minkä jälkeen orgaaninen liuos pestiin vedellä ja sitten suolaliuoksella ja haihdutettiin kuiviin alipaineessa, jolloin saatiin 926 g (saanto 89 %) 5-tert.-butyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)isoksatsolia.
- 10 B. 500 g N-metyyli-(2,2-dimetoksi)-etyyliamiinia ja 500 g 5-tert.-butyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)isoksatsolia tolueeniin (9,25 l) liuotettuna refluksoitiin (108 - 110°C) 3 h. Reaktioseos jäähdytettiin huoneen-
- 15 lämpötilaan ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin öljymäinen tuote. Öljy liuotettiin 4 l:aan etyyliasetaattia ja orgaanista liuosta pestiin 6 kertaa 1 l:lla 1 N natriumhydroksidiliuosta. Orgaaninen liuotin poistettiin sitten haihduttamalla, ja öljymäinen jäännös kiteytettiin heksaanista (2 l). Kiinteä tuote
- 20 erotettiin suodattamalla, pestiin heksaanilla ja kuivatettiin, jolloin saatiin 359 g (saanto 65,6 %) 1-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-(dimetoksi)etyyli)-3-metyyliureaa.
- C. 359 g em. tavalla valmistettua ureaa 0,5 N suolahappoon (2400 ml) liuotettuna kuumennettiin 50 - 54°C:ssa
- 25 50 min. Tämän jälkeen reaktioseos kaadettiin jäiden päälle (8 l). Muodostui saostuma, joka erotettiin suodattamalla ja liuotettiin sitten etyyliasetaattiin (11 l), pestiin vedellä ja sitten suolaliuoksella, kuivatettiin
- 30 ja liuotin poistettiin haihduttamalla alipaineessa, jolloin saatiin 284 g (saanto 94,3 %) 1-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.
- Sp. 176 - 178°C
- Alkuaineanalyysi, $C_{11}H_{17}N_3O_3$
- 35 Teoreettinen: C, 55,22; H, 7,16; N, 17,56
Saatu: C, 55,52; H, 7,26; N, 17,30

Esimerkki 2

3-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

- 5 A. Kylmään 3-amino-5-metyyli-isoksatsolin (29,4 g) pyridiiniliuokseen (500 ml) lisättiin sekoittaen ja pisaroittain tunnin aikana 55 g fenyylikloroformaattia. Reaktioseosta sekoitettiin 1 h 0°C:ssa lisäyksen jälkeen, ja sitten 16 h huoneen lämpötilassa. Tämän jälkeen reaktioseos laimennettiin vedellä (200 ml) ja tehtiin happamaksi (pH 2) lisäämällä väkevää suolahappoa.
- 10 Muodostunut valkea sakka erotettiin suodattamalla ja kuivattiin, jolloin saatiin 37 g 3-(N-fenoksikarbonyyli-amino)-5-metyyli-isoksatsolia.

Sp. 158 - 160°C.

- 15 B. 1-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliurean valmistus

- 3-(N-fenoksikarbonyyliamino)-5-metyyli-isoksatsolia (70 g) ja 45 g N-metyyli-2,2-dimetoksieyyliamiinia tolueenissa (750 ml) refluksoitiin 3 h. Reaktioseos jäähdytettiin huoneenlämpötilaan ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin tumma öljy. Öljy puhdistettiin kromatografisesti silikageelillä eluenttina dietyyli-eetteri. Fraktiot, jotka ohutkerroskromatografiassa näyttivät sisältävän haluttua tuotetta, yhdistettiin ja
- 20 liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin 29 g 1-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa.

Sp. 89 - 90°C

Alkuaineanalyysi, C₁₀H₁₇N₃O₄

- 30 Teoreettinen: 49,37; H, 7,04; N, 17,27
Saatu: 49,10; H, 6,86; N, 17,02

C. 3-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

10 g 1-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa 1 N suolahappoon (100 ml) liuotettuna kuumennettiin 50°C:ssa 45 min. Kuuma liuos kaadettiin jäiden (100 g) päälle, ja muodostunut saostuma erotettiin suodattamalla ja sen todettiin olevan 3-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (2,8 g).

10 Sp. 144 - 145°C

Alkuaineanalyysi, $C_8H_{11}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 48,73; H, 5,62; N, 21,31

Saatu: C, 48,92; H, 5,33; N, 21,58

Esimerkki 3

15 3-(5-isopropyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

A. 5-isopropyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)isoksatsolin valmistus.

20 Kylmään pyridiiniin (100 ml) liuotettuun 3-amino-5-isopropyyli-isoksatsoliin (8 g) lisättiin sekoittaen ja pisaroittain 30 min:n aikana 11 g fenyylikloroformaattia. Seosta sekoitettiin lisäyksen jälkeen vielä 1 h 0°C:ssa, ja sen jälkeen huoneen lämpötilassa 5 h. Tämän jälkeen reaktioseos kaadettiin jäihin (50 g) ja tehtiin 25 happamaksi lisäämällä väkevää suolahappoa. Saostuma erotettiin suodattamalla, jolloin saatiin 14,2 g 5-isopropyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)-isoksatsolia.

Sp. 109 - 113°C.

30 B. 1-(5-isopropyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliurean valmistus

8 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia ja 14,2 g 5-isopropyyli-3-(N-fenoksikarbonyyliamino)-isoksatsolia tolueenissa (150 ml) refluksoitettiin 3 h. Seos jäähdytettiin huoneenlämpötilaan ja liuotin haihdutettiin alipaineessa,

35

jolloin saatiin öljy. Öljy puhdistettiin kromatografises-
ti silikageelin läpi dietyylieetterillä eluoiden. Halut-
tua tuotetta sisältävät fraktiot yhdistettiin ja liuotin
haihdutettiin, jolloin saatiin 9,0 g 1-(5-isopropyyli-
3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyli-
ureaa.

Sp. 68 - 71°C.

C. 1 N suolahappoon (75 ml) liuotettuna 1-(5-isopropyy-
li-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa
(5 g) kuumennettiin 40°C:ssa 45 min. Reaktioseos
kaadettiin sitten jääveteen (50 g), ja sakka erotettiin
suodattamalla ja kuivattiin, jolloin saatiin 2,4 g
3-(5-isopropyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-
2-imidatsolidinonia.

Sp. 145 - 146°C

Alkuaineanalyysi, $C_{10}H_{15}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 53,32; H, 6,71; N, 18,66

Saatu: C, 53,11; H, 6,51; N, 18,43

Esimerkki 4

3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-
1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

A. 3-tert.-butyyli-5-(n-fenoksikarbonyyliamino)-
isoksatsolin valmistus.

16,0 g 4,4-dimetyyli-3-oksovaleronitriiliä
500 ml:ssa etanolia, joka sisältää 50,0 g natriumasetaat-
tia ja 38,0 g hydroksyyliamiinia veteen (500 ml) liuotet-
tuna, refluksoitii 2 h. Vesipitoinen seos jäädytettiin
ja haihdutettiin tilavuuteen n. 500 ml. Tällöin muodos-
tui sakka, joka erotettiin suodattamalla ja kuivattiin,
jolloin saatiin 14,1 g 5-amino-3-tert.-butyyli-
isoksatsolia.

Sp. 85 - 88°C.

Kylmään liuokseen (0°C), jossa on 14,1 g 5-amino-
3-tert.-butyyli-isoksatsoli pyridiinissä (25 ml) lisättiin
sekoittaen ja pisaroittain 30 min:n aikana 17,5 g

fenyylikloroformaattia. Sekoitettiin 0°C:ssa kaksi tuntia ja sen jälkeen huoneen lämpötilassa 12 h. Reaktioseos kaadettiin jäiden päälle (500 g) ja neutraloitiin väkevällä suolahapolla. Vesipitoista seosta uutettiin moneen kertaan etyyliasetaatilla. Uutteet yhdistettiin, kuivattiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin 14,2 g 5-fenoksikarbonyyliamino-3-tert.-butyyli-isoksatsolia.

B. 1-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)urean valmistus.

14,2 g 5-fenoksikarbonyyliamino-3-tert.-butyyli-isoksatsolia ja 15,0 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia tolueenissa (250 ml) refluksoitettiin 3 h. Reaktioseos jäähdytettiin huoneenlämpötilaan ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin öljy. Öljy puhdistettiin kahdesti silikageelikolonissa eluoimalla dietyylietterillä, jolloin saatiin 4,0 g 1-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa (n. 95 %:sti puhdasta).

Alkuaineanalyysi, $C_{13}H_{23}N_3O_4$
Teoreettinen: C, 54,72; H, 8,12; N, 14,73
Saatu: C, 54,50; H, 7,85; N, 14,48

C. 3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

3,2 g 1-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa 0,5 N suolahappoon (20 ml) liuotettuna kuumennettiin sekoittaen 50°C:ssa 30 min. Hapan seos kaadettiin sitten jäiden (50 g) päälle. Vesipitoinen seos suodatettiin, ja saostuma kiteytettiin etyyliasetaatista, jolloin saatiin 1,2 g 3-(3 tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 128 - 130°C

Alkuaineanalyysi, $C_{11}H_{17}N_3O_3$
Teoreettinen: C, 55,22; H, 7,16; N, 17,56
Saatu: C, 54,91; H, 6,91; N, 17,34

Esimerkki 5

3-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

A. 5-fenoksikarbonyyliamino-3-metyyli-isoksatsoli
5 valmistettiin käsittelemällä 5-amino-3-metyyli-isoksatsolia fenyylikloroformaattilla pyridiinissä. Toluenin (500 ml) liuotettuun 5-fenoksikarbonyyliamino-3-metyyli-isoksatsoliin (38,0 g) lisättiin kerralla 20,0 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia. Reaktioseosta
10 refluksoitiin 4 h, jäähdytettiin huoneenlämpötilaan ja haihdutettiin öljyksi. Öljy puhdistettiin kromatografisesti silikageelillä ja kiteytettiin etyyliasetaatista, jolloin saatiin 12,1 g 1-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa.

15 Sp. 68 - 70°C

Alkuaineanalyysi, $C_{10}H_{17}N_3O_4$

Teoreettinen: C, 49,37; H, 7,04; N, 17,27

Saatu: C, 49,22; H, 6,86; N, 17,44

B. 6,0 g 1-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli(2,2-dimetoksietyyli)ureaa 1 N suolahappoon (100 ml) liuotettuna kuumennettiin 40°C:n lämpötilassa 45 min.
Reaktioseos jäähdytettiin, muodostunut sakka suodatettiin erilleen ja kuivatettiin ilmassa, jolloin saatiin 4,0 g
20 3-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.
25

Sp. 184 186°C

Alkuaineanalyysi, $C_8H_{11}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 48,73; H, 5,62; N, 21,31

Saatu: C, 48,96; H, 5,58; N, 21,18

30 Esimerkki 6

3-(3-isopropyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

12,4 g 5-fenoksikarbonyyliamino-3-isopropyyli-isoksatsolia ja 15,0 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia
35 tolueniin (200 ml) liuotettuna refluksoitiin 3 h.

Reaktioseos jäähdytettiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin öljy. Öljy puhdistettiin kromatografisesti dilikageelillä, jolloin saatiin 3,2 g 1-(3-isopropyyli-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-

5

dimetoksietyyli)ureaa.

2 g täten valmistettua ureaa liuotettiin 1 N suolahappoon (25 ml) ja seosta kuumennettiin 40°C:ssa sekoittaen 30 min. Hapan reaktioseos kaadettiin jäihin (50 g) ja syntynyt vesipitoinen liuos uutettiin etyyliasetaatilla. Uute kuivattiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin 1,3 g ruskeaa kiinteää tuotetta. Tuote kiteytettiin uudelleen etyyliasetaatista, jolloin saatiin 3-(3-isopropyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni valkeana kiteisenä saostumana.

10

15

Sp. 152 - 154°C

Alkuaineanalyysi, $C_{10}H_{15}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 53,32; H, 6,71; N, 18,66

Saatu: C, 53,32; H, 6,59; N, 18,85

20

Esimerkki 7

3- $\bar{3}$ -(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)-5-isoksatsolyyli-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

25

6,0 g 5-fenoksikarbonyyliamino-3-(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)isoksatsolia ja 3,0 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia tolueenissa (100 ml) refluksoitiin 2 h. Seos jäähdytettiin huoneenlämpötilaan liuotin haihdutettiin alipaineessa ja muodostunut öljy puhdistettiin kromatograafisesti silikageelillä, jolloin saatiin 4,3 g 1- $\bar{3}$ -(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)-5-isoksatsolyyli-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa.

30

4,3 g täten valmistettua ureaa kuumennettiin 40°C:ssa 1 N suolahapossa (50 ml) sekoittaen 1,5 h. Hapan reaktiosesos kaadettiin jäihin (50 g) ja hapan vesipitoinen liuos uutettiin etyyliasetaatilla. Etyyliasetaattikerros erotettiin ja kuivattiin, ja liuotin

35

haihdutettiin, jolloin muodostui öljy. Öljy puhdistettiin vielä kromatografisesti silikageelillä ja tuote kiteytettiin etyyliasetaatista, jolloin saatiin 0,4 g 3- $\bar{3}$ -(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)-5-isoksatsolyyli $\bar{7}$ -4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 87 - 88°C

Alkuaineanalyysi, C₁₂H₁₉N₃O₄

Teoreettinen: C, 53,52; H, 7,11; N, 15,60

Saatu: C, 53,64; H, 6,92; N, 15,45

10 Esimerkki 8

3-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

A. 5-fenoksikarbonyyliamino-3-metyyli-4-syanoisoksatsoolin valmistus.

15 Kylmään (0°C) liuokseen, jossa oli 28,0 g 5-amin-3-metyyli-4-syanoisoksatsoolia pyridiinissä (500 ml), lisättiin pisaroittain ja sekoittaen yli 30 min:n aikana 50,0 g fenyylikloroformaattia. Lisäyksen jälkeen liuoksen annettiin lämmetä huoneenlämpötilaan ja sitä sekoitettiin 14 h. Seos kaadettiin jäihin, ja muodostunut kiinteä aina erotettiin, kuivattiin ilmassa ja tunnistettiin 5-fenoksikarbonyyliamino-3-metyyli-4-syanoisoksatsooliksi (27 g).

Sp. 96 - 118°C.

25 B. Liuosta, jossa oli 40,0 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia ja 40,0 g em. tavalla valmistettua 5-fenoksikarbonyyliamino-3-metyyli-4-syanoisoksatsoolia tolueenissa (500 ml), refluksoitiin 3 h. Reaktioseoksen annettiin jäähtyä huoneenlämpötilaan ja haihdutettiin 30 öljyksi. Öljy puhdistettiin kromatografisesti silikageelillä dietyylieetterillä eluoiden. Haluttua tuotetta sisältävät fraktiot yhdistettiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin 22,0 g kiinteää tuotetta. Tuote lietettiin dietyylieetteriin, jolloin saatiin 35 1-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa.

Sp. 126 - 127°C

Alkuaineanalyysi, $C_{11}H_{16}N_4O_4$

Teoreettinen: C, 49,25; H, 6,01; N, 20,88

Saatu: C, 49,34; H, 5,82; N, 20,65

- 5 C. 4,0 g 1-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-3-metyyli-3-(2,2-dimetoksietyyli)ureaa 1 N suolahappoon (40 ml) liuotetteuna kuumennettiin 40°C:ssa sekoittaen 2 h. Reaktioseos kaadettiin jääveteen (100 ml) ja vesipitoinen seos uutettiin etyyliasetaatilla. Orgaaninen
10 kerros erotettiin, kuvattiin ja liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin keltainen kiinteä aine. Tuote kiteytettiin uudelleen etyyliasetaatista, jolloin saatiin 2,4 g 3-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

15 Sp. 120 - 121°C

Alkuaineanalyysi, $C_9H_{10}N_4O_3$

Teoreettinen: C, 48,65; H, 4,54; N, 25,21

Saatu: C, 48,76; H, 4,37; N, 25,12

Esimerkki 9

- 20 3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

- Kylmään (0°C) liuokseen, jossa oli 900 mg 3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (valmistettu esimerkin 4 mukaisesti)
25 ja 400 mg pyridiiniä dikloorimetaanissa (20 ml) lisättiin sekoittaen ja pisaroittain 20 min:n aikana liuos, jossa oli 400 mg asetyylikloridia dikloorimetaanissa (20 ml). Reaktioseosta sekoitettiin 0°C:ssa 2 h lisäyksen jälkeen ja liuotin haihdutettiin alipaineessa.
30 Täten muodostunut kiinteä aine pestiin vedellä ja kiteytettiin etanolista, jolloin saatiin 900 mg 3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 105 - 107°C

- 35 Alkuaineanalyysi, $C_{13}H_{19}N_3O_4$

Teoreettinen: C, 55,51; H, 6,81; N, 14,94.

Saatu: C, 55,79; H, 6,56; N, 15,24.

Esimerkki 10

Esimerkin 9 mukaisesti käsiteltiin 2,5 g
3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-
metyyli-2-imidatsolidinonia (esimerkistä 1 saatu)
5 asetyylikloridilla (1,1 g) ja pyridiinillä (1,1 g),
jolloin saatiin 1,7 g 3-(5-tert.-butyyli-3-imisatso-
lyyli)-4-asetonksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 113 - 116°C

Alkuaineanalyysi, $C_{13}H_{19}N_3O_4$

10 Teoreettinen: C, 55,51; H, 6,81; N, 14,94

Saatu: C, 55,25; H, 6,78; N, 14,73

Esimerkki 11

3-(3,4-dimetyyli-5-isoksatsolyyli)-1-metyyli-2-
imidatsolinoni

15 3,4-dimetyyli-5-aminoisoksatsolia käsiteltiin
fenyylikloroformaatilla ja pyridiinillä, jolloin saatiin
3,4-dimetyyli-5-(N-fenoksikarbonyyliamino)isoksatsolia,
joka, käsiteltäessä N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinil-
la, muodosti 1-(3,4-dimetyyli-5-isoksatsolyyli)-3-(2,2-
20 dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa.

5,0 g 1-(3,4-dimetyyli-5-isoksatsolyyli)-3-(2,2-
dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa liuotettuna 2 N suola-
happoon kuumennettiin 40°C:ssa 2 h. Reaktioseos kaadet-
tiin sitten jäihin (50 g) ja vesipitoinen seos uutettiin mo-
neen kertaan etyyliasetaatilla. Orgaaniset uutteen yhdis-
25 tettiin, pestiin vedellä, kuivattiin ja liuotin haihdu-
tettiin alipaineessa, jolloin saatiin valkeaa kiinteää
tuotetta 3,8 g. Tuote kiteytettiin uudelleen etyyli-
asetaatissa, jolloin saatiin 2,7 g 3-(3,4-dimetyyli-5-
30 idoksatsolyyli)-1-metyyli-2-imidatsolinonia.

Sp. 89 - 91°C

Alkuaineanalyysi, $C_9H_{11}N_3O_2$

Teoreettinen: C, 55,95; H, 5,74; N, 21,75

Saatu: C, 55,76; H, 5,53; N, 21,60

Esimerkki 12

3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli- $\sqrt{7}$ -4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

5 5-(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-aminoisoksatsolia
(8,41 g) käsiteltiin 0,1 moolin ylimäärällä fenyyli-
kloroformaattia (8,61 g) esimerkin 1 (A) mukaisesti, jol-
loin saatiin 16,35 g 5-(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-
(N-fenoksikarbonyyliamino)isoksatsolia (saanto 88 %).
14,5 g täten saatua isoksatsolikarbamaattia käsitel-
10 tiin sitten 2,3 moolin ylimäärällä (17,67 g) N-metyyli-
(2,2-dietoksi)etyyliamiinia esimerkin 1 (B) mukaisesti,
jolloin saatiin 1- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-
isoksatsolyyli- $\sqrt{7}$ -3- $\sqrt{2}$,2-(dietoksi)etyyli- $\sqrt{7}$ -3-metyyliureaa.

Käsittelemällä täten saatua isoksatsolyyliureaa
15 0,5 N suolahapolla esimerkin 1 (C) mukaisesti saatiin,
kun tuote oli kiteytetty dietyylieetteristä ja puhdis-
tettu kromatografisesti 200 g:lla silikageeliä, 742 mg
3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli- $\sqrt{7}$ -4-
hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

20 Sp. 98 - 99°C

Alkuaineanalyysi, $C_{13}H_{21}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 58,41; H, 7,92; N, 15,72

Saatu: C, 58,11; H, 7,86; N, 15,46

Esimerkki 13

25 3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli-
li- $\sqrt{7}$ -4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

5,35 g esimerkin 12 mukaisesti valmistettua 3- $\sqrt{5}$ -1-
etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli- $\sqrt{7}$ -4-hydroksi-
1-metyyli-2-imidatsolidinonia käsiteltiin asetyyliklori-
30 dilla (2,2 g) esimerkin 9 mukaisesti, jolloin saatiin
Skelly B:sta ja dietyylieetteristä kiteytettynä 4,86 g
3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli- $\sqrt{7}$ -4-
asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (saanto 78,5 %).

Sp. 70 - 72°C

35 Alkuaineanalyysi, $C_{15}H_{23}N_3O_4$

Teoreettinen: C, 54,24; H, 7,49; N, 13,58

Saatu: C, 54,06; H, 7,28; N, 13,39

3-5-(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli7-
4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

Tolueeniin (100 ml) liuotettu 3-amino-5-(1-etyylisykloheksyyli)-isoksatsoli (19,43 g) jäähdytettiin
5 lämpötilaan 5°C ja siihen johdettiin sekoittaen kloorive-
tyä 15 min. Kylmään tolueeniin (125 ml) liuotettuna
fosgeeni (29,68 g) lisättiin sitten reaktioseokseen
pisaroittain 15 min:n aikana. Lisäyksen jälkeen reaktio-
seos lämmitettiin 60°C:n lämpötilaan ja sekoitettiin tässä
10 lämpötilassa 6 h, lämmitettiin 80°C:n lämpötilaan ja
sekoitettiin vielä 1 h. Reaktioseos jäähdytettiin sitten
huoneenlämpötilaan ja liuotin haihdutettiin alipaineessa,
jolloin saatiin 5-(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli7-
isosyanaattia oranssina öljynä.

15 Täten saatu öljy liuotettiin kuivaan tolueeniin
(250 ml) ja lisättiin, huoneen lämpötilassa sekoittaen,
hitaasti 44,16 g N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinia
10 min:n aikana. Reaktioseos lämmitettiin 55°C:n lämpö-
tilaan ja sekoitettiin 16 h. Tämän jälkeen seos jäähdy-
20 tettiin huoneenlämpötilaan, pestiin laimealla suolahapol-
la ja suolaliuoksella ja kuivattiin. Liuotin haihdu-
tettiin alipaineessa, jolloin saatiin 39 g 1-5-(1-
etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli7-3-(2,2-dimetoksi-
etyyli)-3-metyyliurea punaisena öljynä.

25 Liuosta, joka sisälsi 36,75 täten saatua ureaa,
200 ml 0,5 N suolahappoa ja 400 ml dietyylietetteriä pidet-
tiin 55°C:n lämpötilassa 16 h, antaen dietyylieetterin
haihtua. Sitten reaktioseos liuotettiin dietyylieetteriin,
käsiteltiin väriä poistavalla hiilellä, ja ylimääräinen
30 liuotin haihdutettiin alipaineessa, jolloin saatiin
öljymäinen tuote. Öljy kiteytettiin dietyylieetteristä
ja Skelly B:sta, jolloin saatiin 16 g 3-5-(1-etyyli-
sykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli7-4-hydroksi-1-metyyli-2-
imidatsolidinonia (saanto 53 % ureavälituotteesta lasket-
35 tuna).

Sp. 93 - 95°C

Alkuaineanalyysi, $C_{15}H_{23}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 61,41; H, 7,90; N, 14,32

Saatu: C, 61,68; H, 8,09; N, 14,06

5

Esimerkki 15

3- $\bar{5}$ -(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli $\bar{7}$ -4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

6,05 g esimerkin 14 mukaista 3- $\bar{5}$ -(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli $\bar{7}$ -4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia käsiteltiin asetyylikloridilla (2,2 g) pyridiinissä ja dikloorimetaanissa, jolloin saatiin Skelly B:sta ja dietyylieetteristä kiteytettynä 4,12 g 3- $\bar{5}$ -(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli $\bar{7}$ -4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (saanto 57 %).

15

Sp. 95 - 97°C

Alkuaineanalyysi, $C_{17}H_{25}N_3O_4$

Teoreettinen: C, 60,88; H, 7,51; N, 12,53

Saatu: C, 60,61; H, 7,47; N, 12,70

Esimerkki 16

20

3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

Esimerkin 11 mukaisesti käsiteltiin 7,89 g 3-amino-5-n-propyyli-isoksatsolia fosgeenilla (17,81 g) ja kloorivedyllä, jolloin saatiin, in situ, (5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)isosyanaatti. Isosyanaatti käsiteltiin, eristämättä, N-metyyli-2,2-dimetoksietyyliamiinilla (26,5 g), jolloin saatiin 18,0 g 1-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-3-(2,2-dimetoksietyyli)-3-metyyliureaa punertavan oranssina öljynä.

30

Täten saatu urea (18 g) liuotettiin dietylieetteriin (50 ml) ja liuokseen lisättiin kerralla 100 ml 1 N suolahappoa. Reaktioseosta pidettiin 50 - 55°C:n lämpötilassa 15 min, tyyppi suojakaasuna eetterin haihtumisen edistämiseksi. Tämän jälkeen reaktioseos laimennettiin kylmällä vedellä, ja muodostunut sakka erotettiin

35

suodattamalla, pestiin vedellä, liuotettiin etyyliasettaattiin ja kuivattiin. Liuotin haihdutettiin, jolloin saatiin kiinteä tuote, joka kiteytettiin vielä kahdesti dikloorimetaanista ja dietyylieetteristä, jolloin saatiin 6,18 g 3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia.

Sp. 122 - 124°C

Alkuaineanalyysi, $C_{10}H_{17}N_3O_3$

Teoreettinen: C, 52,85; H, 7,54; N, 18,49

10 Saatu: C, 52,95; H, 7,35; N, 18,37

Esimerkki 17

3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

15 Esimerkin 9 mukaisesti käsiteltiin esimerkistä 16 saatua 3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (3,41 g) asetyylikloridilla (1,6 g) ja pyridiinillä (2,0 g) dikloorimetaanissa, jolloin saatiin 3,5 g 3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinonia (saanto 86,6 %).

20 Sp. 70 - 72°C

Alkuaineanalyysi, $C_{12}H_{17}N_3O_4$

Teoreettinen: C, 53,92; H, 6,41; N, 15,72

Saatu: C, 53,65; H, 6,13; N, 15,73

25 Isoksatsolyyli johdannaisilla, joita keksintö koskee, on sekä maalla että vedessä kasvavien rikkakasvien vastainen sekä kasvua säättävä vaikutus, ja ne ovat siten käyttökelpoisia valvottaessa ja estettäessä haitallista vegetatiivista kasvua. Yhdisteet ovat myrkyttömiä useiden ihmis- ja eläinravinnoksi käytettävien kasvien, kuten
30 puuvillan, maissin, soijapavun, vehnän, riisin, ohran, kauran, maapähkinän jne. suhteen. Keksinnön mukaiset herbisidit ovat tehokkaita monien ruohojen ja isolehtisten rikkakasvien torjunnassa, sekä ennen kasvien itämistä ja heti sen jälkeen. Yleisiä haitallisia kasveja,
35 joiden kasvua voidaan estää herbisidisillä isoksatsolyyli-

imidatsolidinoneilla ja isoksatsolyyli-imidatsolinoneilla, joita keksintö koskee, ovat yksivuotiset kasvit, kuten *Amaranthus albus*, *Chenopodium album* (jauhosavikka), *Avena fatua* (hukkakaura), *Cissampelos pareita*, *Lolium*-lajit, *Galium aparine* (kierumatara), *Digitaria sanguinalis*, *Setaria glauca*, *Stellaria*- ja *Cerastium* -lajit, *Echinochloa crus-galli*, *Polygonum*-lajit (tatarkasvit, mm. pihatatar), *Lynchis*-lajit, *Kochia seoparia*, *Medicago*-lajit (mailaset), *Ambrosia*-lajit, *Mikalia scandens*, *Euphorbia*-lajit (tyräkit), *Echinochloa colona*, *Ipomoea purpurea*, *Eriocaulon septangulare*, *Bromus secalinus* (ruiskattara), *Panicum*-lajit, *Datura stramonium*, *Cyperus*-lajit, *Uniola*-lajit, tms.

Kaksivuotisia kasveja, joita voidaan torjua, ovat villiporkkana, *Arctium*-lajit (takiaiset), *Herdeum murinum* (villiohjra), *Cirsium vulgare* (ohdakelaji), *Cynoglossum officinale* ja *Centaurea calcitrapa* (kaunokkialji). Muita yleisiä rikkakasveja, joita voidaan torjua kekinnön mukaisilla herbisideillä ovat monivuotiset *Lolium*-lajit, *Agropyron repens* (juolavehnä), *Sorghum halopense*, *Rumex acetosella* (suolaheinä), *Cyperus rotundus*, *Teraxacum officinale* (voikukka), *Sesbania*-lajit, *Typha*-lajit (osmankäämit), *Barbarea*-lajit (kanankaalit), *Carex*-lajit (sarat), *Arabis canadensis*, tms.

Useiden keksinnön mukaisten isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaisten herbisidinen vaikutus sekä ennen kasvien itämistä, että sen jälkeen, on määritetty tavanomaisilla kasvihuonekokeilla. Kokeet suoritettiin tekemällä koevalmiste, joka on helppo ruiskuttaa maan pinnalle ja lehdille. Koevalmiste formuloitiin liuottamalla 0,2 p-% yhdistettä liuokseen, joka sisälsi 4,0 p-% asetonia, 4,0 p-% etanolia, 91,7 p-% deionisoitua vettä ja 0,1 p-% kaupallista pinta-aktiivista ainetta, esimerkiksi Toximul R ja S, jotka ovat anionisten ja ei-ionisten pinta-aktiivisten aineiden seoksia (Stepan Chemical Co. Northfield, Illinois, 60093). Koevalmistetta sisältävä

- liuos laimennettiin sitten sarjassa deionisoidulla vedellä sopivaan tilavuuteen halutun koevalmisteväkevyyden saavuttamiseksi. Valmisteet levitettiin ennen itämistä ja/tai sen jälkeen metallisille kasvihuonelavoille, jotka oli täytetty mullalla, ja joihin oli kylvetty koekasvit. Valmisteita tutkittiin useilla eri annoksilla, alkuannoksena 16,8 kg/ha, jota pienennettiin, kunnes yhdisteen vaikutus hävisi. Levitykset ennen itämistä tehtiin mullan pinnalle kylvön jälkeen. Levitykset itämisen jälkeen tehtiin kasvien lehdille 12 vrk kylvön jälkeen. Kaikkia käsiteltyjä lavoja pidettiin kasvihuoneessa valmisteen levityksen jälkeen. Valmisteen vaikutus arvioitiin kasvien vaurioitumisasteen perusteella arvosteluasteikolla 1 - 5. "1" on täysin vaurioitumaton; "2", pieniä vaurioita; "3", kohtalaisia vaurioita; "4", vakavia vaurioita; "5", kaikki kasvit kuolleet. Vauriot arvioitiin 11 - 14 vrk itämisen jälkeen tehdyn käsittelyn jälkeen ja 18 - 21 vrk ennen itämistä tehdyn käsittelyn jälkeen.
- 20 Taulukot 1 - 10 osoittavat yhdisteiden, joita keksintö koskee, herbisidisen vaikutuksen.

Taulukko 1

Kasvivaurioarvot, esimerkin 1 mukainen 3- $\sqrt{5}$ -1,1-dimetyylietyyli)-3-isoksatsolyyli/4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

annos		Ennen itämistä																								Itämisen jälkeen																							
lbs/A	(kg/ha)	Maissi	Puuvilla	Soijapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Riisi	Kurkku	Tomatti	Echinochloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosaavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia	Maissi	Digitaria sanguinalis	Amaranthus	Setaria glauca	Cissampelos pareira	Ipomoea purpurea	Zinnia																					
4	(4.5)	4	5	4	4	5	5	4	5	4	5	-	5	4	5	5	5	5	4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5																				
2	(2.7)	4	4	4	4	5	5	4	5	4	4	-	5	4	5	5	5	4	4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5																				
1	(1.12)	4	4	3	3	5	5	4	5	4	4	-	4	4	5	4	4	4	4	5	5	5	4	4	4	5	4	5	5																				
0.5	(0.56)	1	2	2	3	5	5	3	5	3	3	5	3	4	5	5	5	5	2	3	5	3	4	4	4	3	5	4	5																				
0.25	(0.28)	1	1	1	1	3	5	2	3	3	3	5	4	4	5	4	2	4	2	2	4	1	3	3	3	3	3	3	4																				
0.125	(0.14)	1	1	1	1	1	4	2	2	2	1	-	2	2	3	3	2	5	2	1	5	1	3	3	5	5	5	5	5																				
0.0625	(0.07)	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	-	3	1	3	3	1	1	1	1	1	1	1	3	3	3	3	3	4																				

Taulukko 2

Kasvivaurioarvot, esimerkin 2 mukainen 3--(5-metyyli-3-isoksatsolyyli-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

		<u>Ennen itämistä</u>		<u>Itämisen jälkeen</u>	
annos	lbs/A	(kg/ha)			
4	(4.5)	1	Maissi	Maissi	
			Puuvilla	Zinnia	
			Soljapapu	Ipomea purpurea	
			Vehnä	Datura stramonium	
			Alfalfa	Cissampelos pareira	
			Sokerijuurikas	Avena fatua (hukkakaura)	
			Riisi	Setaria glauca	
			Kurkku	Amaranthus	
			Tomaatti	Setaria glauca	
			Echinochloa crus-galli	Amaranthus	
			Chenopodium album (jauhosaavikka)	Digitaria sanguinalis	
			Digitaria sanguinalis	Digitaria sanguinalis	
			Sinappi	Ipomea purpurea	
			Amaranthus	Zinnia	
			Setaria glauca	Ipomea purpurea	
			Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	
			Cissampelos pareira	Setaria glauca	
			Datura stramonium	Amaranthus	
			Ipomea purpurea	Digitaria sanguinalis	
			Zinnia	Ipomea purpurea	
2	(2.7)	1			
1	(1.12)	1			

Kasvivaurioarvot, esimerkin 3 mukainen 3-(5-isopropyli-3-isoksatsolyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

Itämisen jälkeen

Ennen itämistä

annos	lbs/A	(kg/ha)	Maissi	Puuvilla	Soljapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Riisi	Kurku	Tomatti	Echinocloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia
4	(4.5)	3	3	3	3	4	4	4	3	5	4	3	5	4	3	4	5	5	5	3	5	5
2	(2.7)	2	2	2	4	5	4	4	2	5	4	4	5	4	3	5	5	4	5	3	4	5
1	(1.12)	1	1	1	2	2	4	4	1	5	3	2	5	4	3	4	5	3	5	2	5	5
0.5	(0.56)	2	2	2	3	3	4	4	3	5	4	3	5	4	4	4	4	4	5	2	3	4
0.25	(0.28)	1	1	1	1	1	2	2	2	3	2	1	5	3	4	4	4	3	5	3	3	4

Taulukko 5

Kasvivaurioarvot, esimerkin 5 mukainen 3-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

annos lbs/A	(kg/ha)	Ennen itämistä		Itämisen jälkeen	
		Maissi		Zimbia	
15	(16.8)	-	-	-	-
8	(8.97)	1	1	1	1
		Puuvilla	-	-	-
		Soljapapu	-	-	-
		Vehnä	-	-	-
		Alfalfa	-	-	-
		Sokerijuurikas	-	-	-
		Risi	-	-	-
		Kurkku	-	-	-
		Tomatti	2	-	-
		Echinocloa crus-galli	-	-	-
		Chenopodium album (jauhosaavikka)	-	-	-
		Digitaria sanguinalis	1	-	-
		Sinappi	-	-	-
		Amaranthus	3	-	-
		Setaria glauca	-	1	1
		Avena fatua (hukkakaura)	-	-	-
		Cissampelos pareira	-	-	-
		Datura stramonium	-	-	-
		Ipomea purpurea	-	1	1
		Zimbia	-	-	-
		Tomatti	4	1	1
		Maissi	-	1	1
		Digitaria sanguinalis	1	1	1
		Amaranthus	3	-	-
		Setaria glauca	-	1	1
		Cissampelos pareira	-	-	-
		Ipomea purpurea	-	-	-
		Zimbia	-	-	-

Esimerkki 6

Kasvivaurioarvot, esimerkin 6 mukainen 3-(3-isopropyli-5-isoksatsolyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

Ennen itämistäItämisen jälkeen[illegible]

Taulukko 7

Kasvivaurioarvot, esimerkin 7 mukainen 3- $\sqrt{3}$ -(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)-5-isoksatsolyyli/7-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

annos lbs/A	(kg/ha)	Ennen itämistä											Itämisen jälkeen															
		Maissi	Puuvilla	Soljapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Riisi	Kurku	Tomaatti	Echinochloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosaavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia	Maissi	Digitaria sanguinalis	Amaranthus	Setaria glauca	Cissampelos pareira	Ipomoea purpurea	Zinnia
4	(4.5)	2 4	3 3	3 3	3 3	3 4	3 4	2 4	2 4	2 2	2 2	5 4	3 4	3 5	5 4	5 4	5 4	4 4	4 2	4 4	5	1 4	1 4	4 4	4 3	5 2	5 2	3
2	(2.7)	1 2	3 4	3 4	1 4	1 4	1 4	2 3	1 2	1 2	1 2	5 4	2 5	2 5	4 3	4 3	4 3	5 2	5 2	3 3	4	1 3	1 3	5 2	5 2	4 3	4 3	3
1	(1.12)	1 2	2 3	2 3	1 4	1 4	1 4	2 2	1 1	1 1	1 1	5 4	1 5	1 5	3 1	3 1	3 1	4 5	4 5	2 2	2	1 2	1 2	3 3	3 3	4 3	4 3	3
0.5	(0.56)	1 1	2 1	2 1	2 3	2 3	2 3	1 3	2 1	2 1	2 1	4 1	2 3	1 1	1 1	1 1	1 1	2 1	2 1	1 1	2	1	1 2					
0.25	(0.28)	1 2	1 1	1 1	1 1	1 3	1 3	1 4	1 1	1 1	1 1	3 1	1 2	1 2	1 2	1 2	1 2	3 1	3 1	1 1	1							3

Taulukko 8

Kasvivaurioarvot, esimerkin 8 mukainen 3-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

annos lbs/A	(kg/ha)	Ennen itämistä												Itämisen jälkeen														
		MaiSSI	Puuvilla	Soijapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Riisi	Kurkku	Tomatti	Echinochloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosaavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia	MaiSSI	Digitaria sanguinalis	Amaranthus	Setaria glauca	Cissampelos pareira	Ipomoea purpurea	Zinnia
4	(4.5)	1	1	1	2	2	2	2	3	1	1	3	2	3	1	1	1	2	1	1	1	1	1	3	4	3	3	4
2	(2.7)	1	1	1	1	1	3	1	2	1	1	2	2	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	2	4	2	2	3
1	(1.12)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	3	2	2	2

Taulukko 9

Kasvivaurioarvot, esimerkin 9 mukainen 3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

Ennen itämistä Itämisen jälkeen

annos	lbs/A	(kg/ha)	Maissi	Puuvilla	Soljapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Risi	Kurku	Tomaatti	Echinochloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia	Maissi	Digitaria sanguinalis	Amaranthus	Setaria glauca	Cissampelos pareira	Ipomoea purpurea	Zinnia
2		(2.7)	2 3	2 3	2 2	2 2	4 4	4 4	4 4	4 5	4 4	4 4	5 4	5 4	5 5	4 3	4 3	4 3	5 4	5 4	4 3	4 3	5 3	5 3	5 3	5 3	5 4	5 4	5
1		(1.12)	2 3	3 3	3 3	3 3	5 5	4 5	4 5	4 5	3 4	5 3	4 5	4 5	3 2	3 2	5 3	5 3	5 3	3 3	3 3	5 3	5 3	5 3	5 3	5 4	5 4	4	
0.5		(0.56)	1 1	1 1	1 1	1 1	3 3	3 3	3 3	3 3	3 3	4 1	3 3	3 3	3 1	3 1	5 3	1 4	1 4	3 3	3 3	5 3	5 3	5 3	5 3	5 3	5 3	4	

Taulukko 10

Kasvivaurioarvot, esimerkin 10 mukainen 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-astoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJIT

Ennen itämistä		Itämisen jälkeen																			
annos	lbs/A (kg/ha)	Maissi	Puuvilla	Soljapapu	Vehnä	Alfalfa	Sokerijuurikas	Riisi	Kurkku	Tomaatti	Echinochloa crus-galli	Chenopodium album (jauhosaavikka)	Digitaria sanguinalis	Sinappi	Amaranthus	Setaria glauca	Avena fatua (hukkakaura)	Cissampelos pareira	Datura stramonium	Ipomoea purpurea	Zinnia
4	(4.5)	4	5	4	4	5	5	4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
2	(2.7)	4	5	5	5	5	5	4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
1	(1.12)	4	3	4	4	5	5	4	5	5	4	5	5	5	5	5	4	5	5	5	5
0.5	(0.56)	2	2	2	2	5	4	2	5	5	4	4	1	4	4	5	2	4	4	2	5
0.25	(0.28)	1	-	2	3	4	2	2	4	4	3	4	2	3	4	5	3	4	2	2	4
0.0625	(0.07)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	3	3	3	2	3	1	1	1	1	2

Kasvivaurioarvot, esimerkin ll mukainen 3-(3,4-dimetyyli-5-isoksatsolyli)-
1-metyyli-2-imidatsolinoni

Itämisen jälkeen[illegible]

Taulukko 12

Kasvivaurioarvot, esimerkin 12 mukainen 3-5-(1-etyyli-1-metyylipropyli)-
3-isoksatsolyyli/-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni

KASVILAJITItämisen jälkeenEnnen itämistä

(jäuhosavikka)

Echinochloa crus-galli

Tomatti

Kurku

Riisi

Sokerijuurikas

Alfalfa

Vehnä

Soljapapu

Puuvilla

Maissi

(kg/ha)

annos

lbs/A

8

4

2

1

(8.96)

(4.5)

(2.7)

(1.12)

Maissi

Digitaria sanguinalis

Amaranthus

Setaria glauca

Cissampelos pareira

Ipomoea purpurea

Zinnia

Maissi

Digitaria sanguinalis

Amaranthus

Setaria glauca

Avena fatua (hukkakaura)

Cissampelos pareira

Datura stramonium

Ipomoea purpurea

Zinnia

Taulukon 1 arvot osoittavat, että 3- $\sqrt{5}$ -(1,1-dimetyylietyyli)-3-isoksatsolyyli-7-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni on tehokasta sekä ennen itämistä, että sen jälkeen annettavana maalla kasvavien rikkaruohojen, kuten Cissampelos pareiran, zinnian, hukkakauran, Setaria glaucan, Amaranthus albusin ja jauhosavikan, vastaisena aineena, jopa niin pieninä annoksina kuin 0,28 kg/ha, vaikuttamatta tai vaikuttaen hyvin vähän hyötykasveihin, kuten maissiin, puuvillaan ja soi-japapuun.

Taulukon 2 arvot osoittavat, että kokeiltu aine, vaikkakin vähän vähemmän tehokas kuin taulukon 1 aine, on kuitenkin erinomainen ennen itämistä käytettävänä herbisidinä jopa annoksina 2,7 kg/ha yleisesti esiintyviä maalla kasvavia rikkaruohoja, kuten jauhosavikkaa ja Cissampelos pareiraa, vastaan, osoittamatta tai osoittaen vähäistä myrkyvaikutusta hyötykasveja, kuten maissia, vehnää, riisiä, alfalfaa, tms., vastaan.

Samoin osoittavat taulukon 4 arvot, että 3-(5-isoksatsolyyli)-imidatsolidinoni on myrkyllisenä sekä ennen itämistä, että sen jälkeen käytettäessä jopa annoksina 0,28 kg/ha rikkaruohoille, kuten jauhosavikalle, Digitaria sanguinarikselle ja Amaranthus albusille, vaikuttamatta tai vaikuttaen vähäisesti maissiin, puuvillaan, soi-japapuun, riisiin, jne.

Tähän mennessä saadut tiedot osoittavat, että keksinnön mukaiset yhdisteet ovat käyttökelpoisia selektiivisinä herbisideinä tavallisille maalla kasvaville rikkaruohoille, joita tavataan hyötykasvien, kuten maissin, vehnän, soi-japavun, tms. joukosta.

Yhdisteitä voidaan käyttää myös kemiallisen kesannoinnin toteuttamiseen, esimerkiksi torjuttaessa rikkaruohoja kesannoimalla vehnäpeltoja.

Voimakkaan maalla kasvavien rikkaruohojen vastaisen vaikutuksensa ansiosta keksinnön mukaiset isoksatsolyyliimidatsolidinonijohdannaiset ovat käyttökelpoisia estettäessä

tai vähennettäessä haitallisten kasvien vegetatiivista kasvua. Keksintö sisältää siten lisäksi haitallisten maakasvien torjuntamenetelmän, jossa käsitellään kasveja tai niiden ympäristöä, siellä missä kasvun hillitsemistä
 5 halutaan, herbisidisesti tehokkaalla annoksella edellä määritettyä keksinnön mukaista isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaista. Menetelmää voidaan käytännössä toteuttaa levittämällä herbisidit millä tahansa monista tunnetuista menetelmistä. Yhdisteet voidaan levittää
 10 maan pinnalle ennen istutusta tai kylvöä. Haluttaessa voidaan pinnalle levitetty herbisidi sekoittaa multa tavanomaisilla menetelmillä. Yhdisteet voidaan myös levittää pian kylvön jälkeen, esimerkiksi 2 viikon kuluessa kylvöstä.

15 Menetelmässä käytettävä herbisidisten isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaisten määrä on sellainen, joka on riittävä haitallisen kasvun kontrolloimiseksi. Herbisidin määrä riippuu monista tekijöistä, mm. leviytystavasta, valmisteiden koostumuksesta, maan laadusta ja
 20 kosteudesta, odotetavissa olevasta haitallisten kasvien määrästä, valmisteiden sekoittumisasteesta maahan, halutusta kasvun estämislaajuudesta jne. Käytettävät annokset ovat normaalisti n. 0,011 - 11,2 kg/ha, edullisesti n. 0,28 - 5,6 kg/ha.

25 Isoksatsolyyli-imidatsolidinoni- ja isoksatsolyyli-imidatsolinoni -herbisidit voidaan formuloida keksinnön mukaisella maakasveille sopivalla menetelmällä käytettäväksi vesiliuoksena oleviksi sumutteiksi, kasteluliuoksiksi, kiinteiksi jauheiksi, pölytteiksi tms. Herbisidiset
 30 valmisteet, jotka sisältävät edellä määritettyä isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaista, sisältyvät myös keksintöön. Tällaiset valmisteet sisältävät n. 1,0 - 90 p-% aktiivista isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaista, ja ne voidaan valmistaa yhdistämällä isoksatsolyyli-
 35 imidatsolidinonijohdannaista mihin tahansa yleiseen

herbisidiseen kantoaineeseen, laimennusaineeseen, apuaineeseen, tms. Valmisteet voivat sisältää stemäisiä kanto- ja apuaineita, kuten orgaanisia liuottimia, mm. bentseeniä, ksyleeniä, tolueenia, halogeenitolueenia, kuten ortoklooritolueenia, n-heksaania, n-pentaania, kerosiinia, tms. Valmisteet voivat lisäksi sisältää tunnettuja emulgoivia, stabiloivia, dispergoivia, suspentoivia ja levittymistä, tunkeutumista ja kostutusta edistäviä aineita, tms.

10 Tyypillisissä kiinteissä keksinnön mukaisissa valmisteissa käytettäviä kantoaineita ovat savi, talkki, piimaa, silika, pyrofylliitti, tms. Herbisidiset pölytteet valmistetaan jauhamalla ja sekoittamalla tällaisia kiinteitä kantoaineita keksinnön mukaiseen yhdisteeseen, kuten 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-
15 hydroksi-5-etyyli-1-metyyli-2-imidatsolidinoniin. Rakeiset keksintöön kuuluvat valmisteet tehdään imeyttämällä isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaista granuloituun kantoaineeseen, esimerkiksi vermikuliittiin tai sen pinnalle. Tällaisten rakeiden partikkelikoko on
20 tyypillisesti n. 0,2 - 2 mm.

Edulliset keksinnön mukaiset valmisteet ovat kosteutta imeviä jauheita. Tällaisissa valmisteissa voidaan käyttää mitä tahansa kaupallisesti saatavia
25 kostutus-, pinta-aktiivisia ja emulgoivia aineita, kuten etoksinonyylifenoleja, etoksioktyylifenoleja, polyoksietyleenistearyylieettereitä, näiden aineiden seoksia, tms. Tällaiset valmisteet voivat mahdollisesti sisältää apuaineita, kuten sakeuttamisaineita, esimerkiksi
30 heteropolysakkaridikumeja, tms, kuten ksantaanikumia, samoin kuin antibakteerisia aineita, kuten formaldehydin vesiliuosta.

Seuraavat yksityiskohtaiset esimerkit valmis-
teista kuvaavat keksinnön edullisia sovellutuksia.

Esimerkki 18

Rakeet

5	<u>Aineosat</u>	<u>p-%</u>
	3-(5-isopropyyli-3-isoksatsolyyli)-4- hydroksi-1-etyyli-2-imidatsolidinoni	5,0
	savi	<u>95,0</u>
		100,0 %
10	Isoksatsolyyli-imidatsolidinonierbisidi liuotetaan asetoniin, tms. liuottimeen, ja orgaaninen liuos suihku- tetaan savirakeiden päälle. Seos sekoitetaan huolellises- ti ja kuivataan.	

Esimerkki 19

15	<u>Pölyte</u>	
	<u>Aineosat</u>	<u>p-%</u>
	3-(4-syano-5-metyyli-3-isoksatsolyyli)- 4-asetoksi-5-n-butyli-1-(1,1-dimetyyli- propyyli)-2-imidatsolidinoni	40,0
	jauhettu talkki	<u>60,0</u>
20		100,0 %

Ainekset sekoitetaan tasa-aineiseksi seokseksi,
jauhetaan ja sekoitetaan ilman avulla vapaasti lentäväk-
si pölyksi. Pölyte voidaan levittää suoraan rikkaruohojen
kasvupaikalle.

25 Esimerkki 20

Kosteutta imevä jauhe

	<u>Aineosat</u>	<u>p-%</u>
	3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4- hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni	50,0
30	Fuller-maa	47,0
	metyyliselluloosa	0,5
	natriumlauryylisulfaatti	<u>2,5</u>
		100,0

35 Keksinnön mukaisia herbisidisiä isoksatsolyyli-
imidatsolidinonijohdannaisia voidaan käyttää yhdessä mui-
den herbisidien kanssa haluttaessa tehostaa vaikutusta tai
laajentaa vaikutusala.

Hyvin tunnettuja herbisidejä, joita voidaan käyttää yhdessä keksinnön mukaisten herbisidien kanssa, ovat mm. diuron, atratsiini, trifluraliini, metribusiini, simatsiini, propatsiini, parakvaatti, jne. Yhdistelmät, jotka sisältävät keksinnön mukaisia yhdisteitä ja erityisesti ruohoja vastaan tehokkaita herbisidejä, ovat erityisen edullisia. Tyypillinen tällainen yhdistelmä on trifluraliini ja yhdiste, kuten 3-(4-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-1-etyyli-2-imidatsolidinoni. Tällaiset yhdistelmät voisivat sisältää molempia herbisidejä suunnilleen samat määrät, ja käytettävät määrät voisivat olla n. 0,112 - 5,6 kg/ha kumpaakin.

Keksinnön mukaiset isoksatsolyyli-imidatsolidinonit ovat myös käyttökelpoisia torjuttaessa haitallisia kasveja kesannoimalla, esimerkiksi jauhosavikan, Ipomoea purpurean, Cissampelos pareiran, tms. torjunnassa kesannoiduilla vehnähapelloilla. Yhdistelmät herbisidien, kuten atratsiinin ja trifluraliinin, kanssa ovat erityisen käyttökelpoisia kesannoitaessa.

Edellä määritellyt yhdisteet ovat myös käyttökelpoisia säädeltäessä kasvua aiheuttamatta täydellistä pysähtymistä. Kasvun säätämiseksi yhdisteitä käytetään sellaisia määriä, että ne hidastavat kasvua, mutta eivät ole herbisidisiä. Yhdisteet levitetään suoraan kasveille tai niiden kasvupaikalle. Yhdisteet formuloidaan edullisesti itämisen jälkeen ruiskutettaviksi valmisteiksi. Tyypillisiä kasvunsäätelyn ilmenemismuotoja, joihin käytetään keksinnön mukaisia yhdisteitä, ovat mm. kukkimisen ja hedelmän muodostuksen kontrollointi, kypsyamisen hidastaminen, varren kasvun vähentäminen, sadon parantaminen ja muut vastaavat säätelytarkoitukset. Edellä kuvatut yhdisteiden kasvua säätelevät ominaisuudet on määritetty seuraavalla koejärjestelyllä. Kokeiltavat yhdisteet formuloitiin lehdille ruiskutettaviksi aineiksi liuottamalla 50 mg yhdistettä Toximul R/Toximul S -seokseen (50:50) 25 ml). Laimennettiin edelleen

tutkittavan yhdisteen väkevyyteen 1000 ppm. Tutkittava valmiste ruiskutettiin mantelikuorpitsan ja pavun leh-
dille ja kasvien annettiin kuivua 2 h. Käsitellyistä kasveista poistettiin sitten kaikki lehdet ja kasvit
5 siirrettiin kasvihuoneeseen. Terminaalinen kasvu ja morfologiset vaikutukset arvioitiin 5 vrk:n kuluttua. Kasvua säätelevä vaikutus ilmoitetaan asteikolla +3 - -3. "+" ilmaisee kasvun edistämistä, "-" estämistä. Numeroarvoilla on seuraavat merkitykset:

- 10 0 = ei vaikutusta
 1 = heikko vaikutus
 2 = kohtalainen vaikutus
 3 = selvä vaikutus

Fytotoksisuutta ilmaistaan seuraavalla asteikolla:

- 15 B = polte
 C = kuihtuminen
 X = kuolema

Tämän kasvun säätelykokeen tulokset ovat taulukossa 13.

Taulukko 13

Kasvua säätelevä vaikutus

Yhdiste esimerkistä No.	Pitoisuus, ppm	Manterikurpitsa		Papu	
		Kasvun Fytoksi- säättö suus	Kasvun Fytoksi- säättö suus	Kasvun Fytoksi- säättö suus	Kasvun Fytoksi- säättö suus
1	1000	0	2C	-3	3C
2	1000	-1	1C	3X	-3B
3	1000			-3	0CX
4	1000	-3	1C	3X	3X
5	1000			-1	0C
8	1000	-1	0C	-3B	-3B
10	1000	0	0	0	0
11	1000			-1	1C

Keksinnön mukaiset yhdisteet ovat myös osoittaneet käyttökelpoista vaikutusta vesilevien vastaisina aineina, vesikasvien kasvua säätelevinä aineina ja vesikasviherbisideinä. Keksintöön sisältyy siksi myös menetelmä vesikasvien kasvun säätämiseksi, jossa levitetään riittävä määrä edellä määritettyä yhdistettä kohteena oleville kasveille tai niiden kasvuveteen.

Keksinnön mukaisia yhdisteitä on tutkittu tavanomaisella vesilevien algisidikokeella, joka on suunniteltu osoittamaan algisidista vaikutusta. Pääkokeessa yhdisteet testattiin *Chlorella vulgaris*in, *Scenedesmus quadricauda*n ja *Anacystis nidulans*in suhteen. Levät kasvatettiin agarvinopinnoilla, jossa oli keinotekoisia ravintoliuosta (Hughes'n elatusaine). Vinopintaviljelmät siirrostettiin koeravintoliuokseen, joka oli Hughes'n ravintoliuosta vesiliuoksena. Vinopinnat huuhdellaan steriilillä Hughes'n ravintoliuoksella (5 ml), joka siirretään sitten steriiliin Hughes'n ravintoliuokseen (400 ml). 2 ml ravintoliuosta, johon levät on siirrostettu, lisätään sitten kuhunkin kertakäyttöiseen 12 ml:n pulloon.

Tutkittavat yhdisteet formuloidaan koetta varten liuottamalla 10 mg yhdistettä liuokseen, jossa on 0,5 ml asetonia ja 4,5 ml steriiliä polyoksietyleenisorbitaanimonooleaattia (Tween 80) 0,1 % vesiliuoksena. Formuloituja tutkittavia yhdisteitä lisätään sitten yhtä suuret määrät eri levälajeja sisältäviin pulloihin. Pulloja tutkittiin silmämääräisesti ja verrattiin käsittelemättömiin vertailunäytteisiin 7 vrk käsittelyn jälkeen. Vaikutustehoa arvoiteltiin asteikolla 1 - 5 seuraavasti:

- 1 = ei vaikutusta
- 2 = heikko vaikutus
- 3 = kohtalainen vaikutus
- 4 = voimakas vaikutus
- 5 = 100 % kasvun esto

Taulukko 14 osoittaa keksinnön mukaisten yhdisteiden algisidisen vaikutuksen edellä kuvatulla kokeella mitattuna.

Taulukko 14

Vesilevien vastainen vaikutus

Yhdiste esimerkistä no.	Pitoisuus, ppm	Chlorella vulgaris	Arvosanat	
			Scenedesmus quadricauda	Anacystis nidulans
Vertailunäyte		0	0	0
1	10	4	5	5
	1	3	3	5
	0.5	3	3	5
2	10	5	5	4
	1	1	1	1
	0.5	1	1	1
3	10	5	5	5
	1	4	5	4
	0.5	4	5	5
4	10	5	5	5
	1	2	2	2
	0.5	2	2	3
5	10	1	1	1
6	10	4	4	4
	1	5	4	1
	0.5	5	4	1
8	10	2	4	5
10	10	5	5	5
	1	5	5	5
	0.5	5	5	1
11	10	1	1	1

Useita keksinnön mukaisia yhdisteitä tutkittiin myös toisella vesilevien vastaista vaikutusta mittavalla kokeella. Koe suoritettiin edellä mainitulla tavalla, paitsi että käytettiin useita levälajeja edellä mainittujen lisäksi. Toisen kokeen tulokset ovat taulukossa 15.

Taulukko 15

Vesilevien vastainen vaikutus

Yhdiste esimerkistä no.	Pitoisuus, ppm	Chlorella vulgaris	Scenedesmus quadricanda	Anacysts nidulans	Chlamydomonas moewus
Vertailunäyte		0	0	0	0
1	0.5	5	5	5	5
	0.1	5	5	4	1
	0.05	4	5	1	1
4	0.5	3	4	1	1
	0.1	1	1	1	1
	0.05	1	1	1	1
9	0.5	3	2	1	1
	0.1	1	1	1	1
	0.05	1	1	1	1
10	0.5	5	4	5	5
	0.1	5	4	3	4
	0.05	1	4	1	3

Taulukko 15 jatkuu

Vesilevien vastainen vaikutus

Yhdiste esimerkistä no.	Pitoisuus, ppm	Anabaena flos-aqua	Anabaena blue green	Anabaena 1552	Oscillatoria 1270
Vertailunäyte					
1	0.5	0	0	0	0
	0.1	5	5	5	4
	0.05	4	1	3	3
4	0.5	4	1	2	3
	0.1	1	1	1	1
	0.05	1	1	1	1
9	0.5	1	2	1	1
	0.1	1	1	1	1
	0.05	1	1	1	1
10	0.5	5	5	5	5
	0.1	5	1	3	4
	0.05	5	1	3	2

Lisäksi tutkittiin etumerkin 4 mukaisen yhdisteen vesilevien vastaista vaikutusta vertaamalla suoraan tunnettuihin algisideihin cutrine-plus (kupari-etanoli-amiinikompleksiseos) ja aquazine (somatsiini, 2-kloori-4,6-bis(etyyliamino)-s-triatsiini). Yhdisteitä verrattiin Anabaena sp:n suhteen edellä kuvatulla koemenetellyllä, taulukko 16 osoittaa yhdisteiden suhteellisen tehon.

Taulukko 16

10 Anabaema sp:n vastainen vaikutus

	<u>Annos (ppm)</u>	<u>Kasvun esto (%), 1 viikko käsittelyn jälkeen</u>
Yhdiste esimerkistä 4	1,0	67
	0,3	63
15	0,1	60
Citrine-Plus	0,4	60
Aquazine	1,6	53
Vertailunäyte		

20 Kuten edellä on mainittu, keksinnön mukaiset yhdisteet ovat tehokkaita myös vesikasvien kasvunsäätäjinä ja siten käyttökelpoisia haitallisten vesikasvien torjunnassa. Seuraavaa menetelmää käytettiin arvioitaessa laboratorio-olosuhteissa keksinnön mukaisten yhdisteiden vesikasvien kasvua säättäviä ominaisuuksia.

25 Yhdisteet formuloitiin tätä koetta varten seuraavalla tavalla. 12 mg yhdistettä punnittiin 12 ml:n kertakäyttöpulloihin. Lisättiin 1 ml asetonia ja 9 ml polyoksietyleenisorbitaanimono-oleaatin (Tween 80) 0,1 % vesiliuosta. Laimennettiin vedellä liuoksiksi, jotka sisälsivät
30 10, 1, 0,5 ja 0,25 ppm tutkittavaa yhdistettä.

Hydrilla vertillicatasta (L.F.) (kutsutaan tästä edes hydrillaksi) valmistetaan koetta varten 10 cm pitkiä haarattomia terminaaliosia. Kolme tällaista palaa laitettiin kuhunkin muoviasastiaan, jossa oli 785 ml vettä, joka
35 sisälsi formuloitua tutkittavaa yhdistettä 3 ml Hoagland'n

ravintoliuosta. Jokaiseen vettä sisältävään vertailuastiaan laitettiin myös 3 10 cm:n palaa. Vertailuastioihin laitettiin myös vastaavat määrät tutkittavien yhdisteiden formuloinnissa käytettyjä liuottimia.

- 5 2 tai 3 viikon kuluttua mitattiin kunkin kasvin kokonaispituus. Keskimääräinen kokonaispituus saatiin jakamalla pituuksien summa replikaattien lukumäärällä. Vähentämällä 10 cm keskimääräisestä kokonaispituudesta saatiin keskimääräinen kasvu. Tämä erotus jaettiin vertailukasvien keskimääräisellä kasvulla, ja osamäärä kerrottiin 100:lla, jolloin saatiin kasvun esto prosentteina.

$$\frac{\text{Replikaattien pituuksien summa}}{\text{Replikaattien lukumäärä}} = \text{keskimääräinen pituus}$$

- 15 Keskimääräinen pituus - 10 cm = keskimääräinen kasvu

$$\frac{\text{Keskimääräinen kasvu}}{\text{Keskimääräinen kasvu (vertailukasvit)}} \times 100 = \text{Esto (\%)}$$

- 20 Kukin tässä kokeessa käytetty yhdiste nimetään asianomaisen valmistusesimerkin numerolla.

Koetulokset kullakin pitoisuusarvolla ja 3 viikon kuluttua mitattuna ovat taulukossa 17.

Taulukko 17

Vesikasvien kasvua säättävä vaikutus

25	Yhdiste esimerkistä no.	Keskimääräinen kasvun esto, %, eri pitoisuuksina			
		10 ppm	1 ppm	0,5 ppm	0,25 ppm
	2	73	-2	13	14
	3	100	86	91	87
	4	100	80	74	76
30	5	16			
	6	100	78	59	48
		59	67	53	36
	8	75	2	16	12

Useiden keksinnön mukaisten yhdisteiden vesikasvien vastaista vaikutusta tutkittiin vielä muilla vesikasvilajeilla. Yhdisteet formuloitiin koetta varten edellä kuvatulla tavalla ja herbisidinen vaikutus
5 arvioitiin silmämääräisesti vertaamalla käsittelemättömiin kasveihin. Vaikutusta arvosteltiin asteikolla 1 - 5 seuraavasti:

- 1 = ei näkyvää vaikutusta
 - 2 = vähäisiä vaurioita
 - 10 3 = kohtalaisia vaurioita
 - 4 = 50 - 90 % kasveista vahingoittunut
 - 5 = kasvit kuolleet kokonaan
- Kokoon tulokset ovat taulukoissa 18 ja 19.

Taulukko 18

Vesikasvien vastainen vaikutus, 1 viikko käsittelyn jälkeen

Yhdiste esimerkistä no.	Pitoisuus, ppm	Hydrilla	Coontail	Limaska
Vertailunäyte				
1	10	1	1	1
	4	5	5	2
	2	1	1	1
		1	1	1
2	10	3	3	1
3	10	1	1	1
4	10	1	1	1
5	10	1	1	1
6	10	1	1	1
8	10	1	1	1
10	4	4	-	4
	2	4	-	4
11	10	1	1	1

Taulukko 19

Vesikasvien vastainen vaikutus

Yhdiste esimerkistä no	Pitoi- suus ppm	1 viikko käsittelyn jälkeen				2 viikkoa käsittelyn jälkeen				3 viikkoa käsittelyn jälkeen					
		Hydrilla	Coontail	Limaska	Naiad	Ärvä	Cabomba	Chara	Hydrilla	Coontail	Limaska	Naiad	Ärvä	Cabomba	Chara
1		1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	2	3	2	2	4	2	3	2	3	4	4	5	5	5	1
	1	3	2	2	4	1	3	3	5	4	4	5	5	5	4
4	0.5	1	2	2	4	2	3	1	2	4	3	5	4	5	1
	2	1	2	2	2	1	3	1	1	1	3	5	2	3	2
	1	1	2	2	1	1	1	1	3	4	3	4	3	4	1
9	0.5	1	2	2	1	1	2	1	1	1	2	1	3	3	2
	2	2	3	3	2	1	2	2	2	4	2	3	1	4	2
	1	1	3	1	1	2	3	1	2	4	2	1	2	3	1
10	0.5	2	4	1	1	3	3	1	2	4	1	1	2	2	1
	2	2	2	1	4	3	3	1	5	5	3	5	5	5	3
	1	3	2	2	3	1	3	1	5	5	4	5	5	5	5
	0.5	3	3	1	3	1	3	1	5	4	3	5	5	5	5

Vertailunäyte

Keksinnön mukaiset yhdisteet ovat myös käyttökelpoisia vesihyasintin kasvun kontrolloinnissa. Vesihyasintti on kelluva vesikasvi, *Eichhornia crassipes*, heimo Pontedariaceae. Kasvi on hyvin hankala lämpimillä alueilla, sillä se kelluu vedessä ja tukkii usein vesitiet, ja on hyvin vaikea torjua turvallisesti.

Useiden keksinnön mukaisten yhdisteiden kykyä rajoittaa vesihyasintin kasvua on tutkittu. Yhdessä tällaisessa kokeessa formuloitiin tutkittavat yhdisteet asetoniin ja Tween 80:een, kuten edellä on kuvattu ja suihkutettiin kasvihuoneessa ämpäreissä kasvavien vesihyasinttien lehdille. Herbisidinen vaikutus määritettiin sitten silmämääräisesti 7 vrk käsittelyn jälkeen. Sekä käsiteltyjä että käsittelemättömiä vertailukasveja tarkasteltiin. Yhdisteiden vaikutusta verrattiin myös kaupallisen herbisidin, diuronin (dikloorifenyyliurea-johdannainen) vaikutukseen. Kokeen tulokset on annettu taulukossa 20.

Taulukko 20

Vesihiyasintin vastainen vaikutus

Yhdiste esimerkistä no.	Kasvun esto, %		Levitys lehdille 1 viikko käsittelyn jälkeen
	lb/A	Annos kg/ha	
Vertailunäyte	0		0
1	0.25	0.28	98
	0.08	0.09	96
	0.025	0.028	58
4	0.25	0.28	75
	0.08	0.09	28
	0.025	0.028	23
9	0.25	0.28	77
	0.08	0.09	37
	0.025	0.028	3
10	0.25	0.28	99
	0.08	0.09	91
	0.025	0.028	58
Diuron	0.25	0.28	81
	0.08	0.09	40
	0.025	0.028	10

Esimerkin 10 mukaisesta yhdisteestä tutkittiin lisäksi sen kyky estää vesihyasintin kasvua juuriin tai lehdille levitettäessä. Yhdiste formuloitiin edellä mainitulla tavalla ja levitettiin vesihyasinteille, 5 jotka kasvoivat astioissa kasvihuoneessa. Vaikutus arvioitiin silmämääräisesti 7 vrk ja 14 vrk käsittelyn jälkeen. Kokeen tulokset ovat taulukossa 21.

Taulukko 21

Vesihyasintin vastainen vaikutus

Kasvun esto, %

Yhdiste esimerkistä no.	Annos, ppm	<u>Levitys lehdille</u>		<u>Levitys juurille</u>	
		1 viikko käsittelyn jälkeen	2 viikkoa käsittelyn jälkeen	1 viikko käsittelyn jälkeen	2 viikkoa käsittelyn jälkeen
Vertailunäyte	0	0	0	0	0
Diuron	0.3	70	100	27	98
	0.1	50	43	17	15
	0.03	20	10	3	0
10	0.3	90	100	63	100

Taulukoiden 12 - 19 antamat tiedot osoittavat, että keksinnön mukaiset yhdisteet ovat käyttökelpoisia vesikasvien kasvun rajoittamisessa. Keksintöön sisältyy siksi myös menetelmä vesikasvien kasvun estämiseksi ja rajoittamiseksi. Menetelmässä levitetään aktiivista isoksatsolyyli-imidatsolidinonijohdannaista veteen, jossa kasvit ovat upoksissa tai kelluvat, tai käsitellään jollain muulla tavalla kasvit yhdisteillä, esimerkiksi lisäämällä yhdisteet pohjamutaan, missä kasvien juuret ovat. Yhdisteet voidaan levittää veteen pölytteinä, jauhettuun kiinteään kantoaineeseen, kuten bentoniittiin, Fuller-maahan, piimaahan tai johonkin silikaattimineraaliin, esim. kiilteeseen, talkkiin, pyrofylliittiin tai savilaatuihin sekoitettuna. Yhdisteet voidaan myös sekoittaa pinta-aktiivisiin dispergoiviin aineisiin tiivisteeksi, joka dispergoituu hyvin veteen ja joka parantaa kostutusominaisuuksia suihkeina käytettäessä. Haluttaessa voidaan yhdisteet sekoittaa kiinteään kantoaineeseen, yhdessä pinta-aktiivisen dispergoivan aineen kanssa, niin että saadan kosteutta imevä jauhe, joka voidaan levittää suoraan, tai joka voidaan ravistella veden kanssa dispersioksi, joka levitetään kasveille. Nämä kosteutta imevät jauheet sisältävät n. 25 - 80 p-% aktiivista ainetta, so. vesikasvien kasvua säättävää yhdistettä, joka on edellä olevilla kaavoilla määritelty. Yhdisteet voidaan liuottaa öljyyn, kuten hiilivetyyn ja kloorattuun hiilivetyyn, ja dispergoida yhdisteen öljyliuos veteen pinta-aktiivisen dispergoivan aineen avulla, jolloin saadaan ruiskuttava vesidispersio. Tällaiset pinta-aktiiviset aineet voivat olla anionisia, ei-ionisia tai kationisia. Tällaiset pinta-aktiiviset aineet ovat hyvin tunnettuja, katso Hoffman, et al., US-patenttijulkaisu 2 614 916, osat 2 - 4. Tässä keksinnön sovellutuksessa käyttökelpoiset yhdisteet voidaan levittää myös aerosoleina. Aerosolit valmistetaan liuottamalla yhdiste suoraan aerosolin

ponneaineeseen, joka on nestemäistä paineen alaisena, mutta kaasu normaalilämpötilassa (esim. 20°C) ja -paineessa; tai aerosoliliuos voidaan valmistaa liuottamalla yhdiste ensin vähemmän haihtuvaan liuottimeen ja sekoittamalla sitten tämä liuos hyvin haihtuvaan nestemäiseen ponneaineeseen.

Lisäksi, vesikasvien kasvunsäätäjänä käyttökelpoiset yhdisteet voidaan levittää inverttiemulsiovalmisteena. Inverttiemulsio valmistetaan liuottamalla ensin vesikasvien kasvunsäätäjä raskaisiin öljyihin, kuten dieselöljyyn, inverttiöljyyn, tms. ja yhdistämällä täten saatu liuos veden kanssa korkealeikkaussekoituksella. Sakea emulsio lisätään veteen, ja se painuu järven, joen, lammen, tms. pohjaan, ja vesikasvien kasvunsäätäjä vapautuu vähitellen rajoittaen vesikasvien kasvua. Seuraavana on esimerkki inverttiemulsiovalmisteesta, jossa on käytetty esimerkin 1 mukaista yhdistettä.

Inverttiemulsio

	Esimerkin 1 mukainen yhdiste	12,5 g
20	Dieselöljy	333 mg
	Invertoiva öljy*	333 mg

*Vioko Rhap Inverting Oli (Rhodia, Inc.)

250 ml tätä liuosta yhdistetään veteen (3750 ml) korkealeikkaussekoituksella, jolloin saadaan sakea emulsio.

Vesikasvien kasvua säättävät yhdisteet voidaan myös lisätä veteen pelletteinä, jotka valmistetaan seoksesta, jossa on n. 5 p-% aktiivista ainetta, 85 p-% savea ja 10 p-% vettä. Seos puristetaan sitten pelletointilaitteen läpi käyttäen sopivan kokoista suutinta, esimerkiksi halkaisija n. 3 mm. Puristetut pelletit ovat kooltaan suunnilleen 3 mm x 38 mm, ja ne kuivataan kosteusasteeseen 8 %.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä vesikasvien kasvun rajoittamiseksi lisätään veteen, jossa on upoksissa olevia tai kelluvia kasveja, herbisidisesti riittävä määrä jotain edellä mainittua yhdistettä siten, että pitoisuus vedessä on n. 0,01 - 10 ppm aktiivista ainetta.

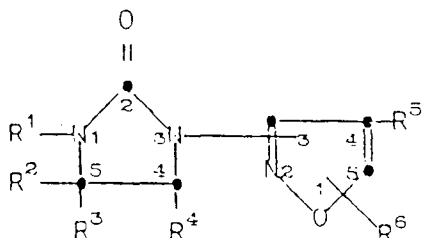
Keksinnön mukainen edullinen menetelmä vesikasvien kasvun rajoittamiseksi kohdistuu vesihyasintin tapaisten kasvien rajoittamiseen. Tällaisten kasvien kasvua voidaan rajoittaa levittämällä lehdille tai
 5 juurille keksinnön mukaista yhdistettä n. 0,011 - 1,1 kg/ha.

Aktiivisen yhdisteen optimipitoisuus kussakin haitallisten vesikasvien torjuntatapauksessa vaihtelee lämpötilan, torjuttavan kasvin ja käsiteltävän vesi-
 10 alueen mukaan. Korkeissa lämpötiloissa tarvitaan yleensä vähemmän yhdistettä saman tuloksen saavuttamiseksi kuin alhaisemmissa lämpötiloissa. Käytettäessä levien ja vesikasvien torjuntaan yhdisteitä lisätään veteen tavallisesti siten, että pitoisuus on 0,1 - 10 ppm.
 15 Yksiköksi $\frac{\text{lbs}}{\text{A}}$ 1 jalan syvyistä vettä/ muutettuna vastaa 0,1 - 10 ppm n. 0,3 - 30 lbs/A 1 jalan syvyistä vettä.

Edullisessa keksinnön mukaisessa menetelmässä vesikasvien kasvun säätämiseksi käytetään esimerkkien
 20 1, 2, 4, 9 ja 10 mukaisia yhdisteitä. Yhdisteet voidaan levittää vesikasvien kasvuympäristöön dispergoituvina jauheina tai veteen sekoitettuihin liuottimiin liuotettuina.

Patenttivaatimukset:

1. Isoksatsolyyli-imidatsolidinoni, jonka kaava on (I),



I

t u n n e t t u siitä, että

R^1 on C_{1-6} -alkyyli;

R^2 on vety, tai yhdessä R^4 :n kanssa kaksoissidos;

R^3 on vety tai C_{1-6} -alkyyli;

R^4 on hydroksi, C_{1-6} alkanoyloksi, tai yhdessä R^2 :n kanssa kaksoissidos;

R^5 on vety, halogeeni, syano, nitro tai C_{1-6} -alkyyli; ja

R^6 on vety, C_{1-6} -alkyyli, trifluorimetyyli, C_{1-3} -alkoksi- C_{1-6} -alkyyli, C_{3-7} -sykloalkyyli tai C_{1-3} -alkyyllillä substituoitu sykloalkyyli.

2. Isoksatsolyyli-imidatsolidinoni, jonka kaava on (I), t u n n e t t u siitä, että se on jokin seuraavista:

3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(5-metyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(5-isopropyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3-metyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3-isopropyyli-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3-(1,1-dimetyyli-2-metoksietyyli)-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

5 3-(3-metyyli-4-syano-5-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3-tert.-butyyli-5-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

10 3-(5-tert.-butyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(3,4-dimetyyli-5-isoksatsolyyli)-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

15 3- $\sqrt{5}$ -(1-etyyli-1-metyylipropyyli)-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3- $\sqrt{5}$ -(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

20 3- $\sqrt{5}$ -(1-etyylisykloheksyyli)-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni;

3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-hydroksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni; ja

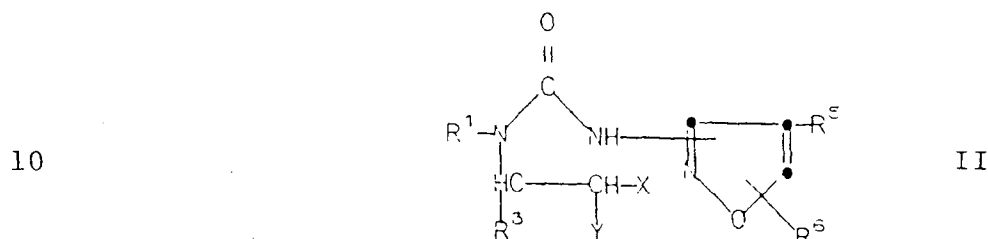
3-(5-n-propyyli-3-isoksatsolyyli)-4-asetoksi-1-metyyli-2-imidatsolidinoni.

25 3. Herbisidivalmiste, t u n n e t t u siitä, että se sisältää aktiivisena aineosana 1,0 - 90 p-% patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukaista isoksatsolyyli-imidatsolidinonia, jonka kaava on (I) ja ainakin yhtä soveltuvaa kanto- tai laimennusainetta.

30 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen herbisidivalmiste, t u n n e t t u siitä, että se on formuloitu maalla kasvien rikkakasvien vastaisena käytettäväksi.

35 5. Patenttivaatimuksen 3 mukainen herbisidivalmiste, t u n n e t t u siitä, että se on formuloitu vedessä kasvavien rikkakasvien vastaisena käytettäväksi.

6. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukaisen isoksatsolyyli-imidatsolidinonin, jonka kaava on (I), valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että valmistetaan yhdiste, jossa R^4 on hydroksi, kuumentamalla (dialkoksi)etyyli-isoksatsolyyliureaa, jolla on kaava (II),



jossa R^1 , R^3 , R^5 ja R^6 ovat edellä määritellyt ja X ja Y toisistaan riippumatta ovat C_{1-6} -alkokseja, hapon läsnäollessa; ja että valmistetaan yhdiste, jonka kaava on (I), jossa R^2 ja R^4 muodostavat kaksoissidoksen, dehydratoimalla yhdiste, jonka kaava on (I), jossa R^4 on hydroksi; tai valmistetaan yhdiste, jossa R^4 on C_{1-6} -alkanoyloksi, asyloimalla yhdiste, jonka kaava on (I), jossa R^4 on hydroksi.

20

7. Isoksatsolyyli-imidatsolidinoni, jonka kaava on (I), t u n n e t t u siitä, että se valmistetaan patenttivaatimuksen 6 mukaisella menetelmällä.

8. Menetelmä rikkakasvien kasvun estämiseksi, t u n n e t t u siitä, että levitetään kasvien kasvupaikalle herbisidisesti tehokas määrä patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukaista isoksatsolyyli-imidatsolidinonia, jonka kaava on (I).

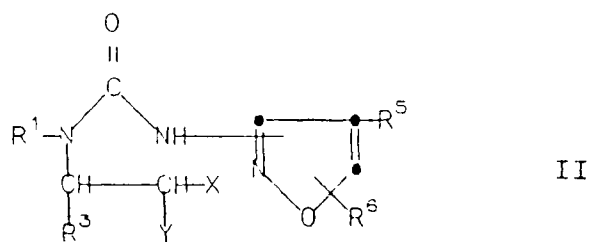
25

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä rikkakasvien kasvun estämiseksi, t u n n e t t u siitä, että maalla kasvavien rikkakasvien kasvupaikalle levitetään herbisidisesti tehokas määrä isoksatsolyyli-imidatsolidinonia, jonka kaava on (I).

30

10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä
rikkakasvien kasvun estämiseksi, t u n n e t t u siitä,
että levitetään vedessä kasvavien rikkakasvien kasvupai-
kalle herbisidisesti tehokas määrä isoksatsolyyli-
imidatsolidinonia, jonka kaava on (I).

11. (Dialkoksi)etyyli-isoksatsolyyliurea, jonka
kaava on (II),



15 t u n n e t t u siitä, että

R^1 on C_{1-6} -alkyyli;

R^3 on vety tai C_{1-6} -alkyyli;

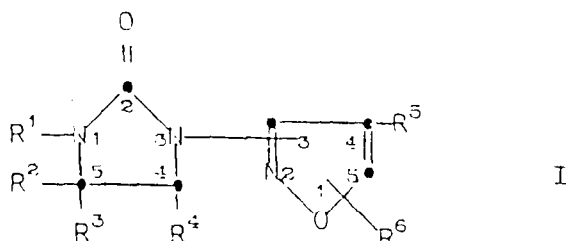
X ja Y toisistaan riippumatta ovat C_{1-6} -alkokseja;

R^5 on vety, halogeeni, syano, nitro tai C_{1-6} -alkyyli;

20 R^6 on vety, C_{1-6} -alkyyli, trifluorimetyyli, C_{1-3} -
alkoksi- C_{1-6} -alkyyli, C_{3-7} -sykloalkyyli tai C_{1-3} -alkyyllillä
substituoitu C_{3-7} -sykloalkyyli.

Patentkrav:

1. Isoxazolylimidazolidinon med formeln I



vari

R^1 är C_{1-6} -alkyl;

R^2 är väte, eller tagen tillsammans med R^4 en dubbelbindning;

R^3 är väte eller C_{1-6} -alkyl;

R^4 är hydroxi, C_{1-6} -alkanoyloxi, eller tagen tillsammans med R^2 en dubbelbindning;

R^5 är hydroxi, halogen, cyano, nitro eller C_{1-6} -alkyl; och

R^6 är väte, C_{1-6} -alkyl, trifluormetyl, C_{1-3} -alkoxi- C_{1-6} -alkyl, C_{3-7} -cykloalkyl eller C_{1-3} -alkylsubstituerad C_{3-7} -cykloalkyl.

2. Isoxazolylimidazolidinon med formeln I, k ä n n e t e c k n a t därav, att det valts bland:

3-(5-tert.-butyl-3-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(5-metyl-3-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(5-isopropyl-3-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(3-tert.-butyl-5-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(3-metyl-5-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(3-isopropyl-5-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(3-(1,1-dimetyl-2-metoxietyl)-5-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolinidinon;

3-(3-metyl-4-cyano-5-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

5 3-(3-tert.-butyl-5-isoxazolyl)-4-acetoxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-(5-tert.-butyl-3-isoxazolyl)-4-acetoxi-1-metyl-2-imidatzolidinon;

10 3-(3,4-dimetyl-5-isoxazolyl)-1-metyl-2-imidazolinon;

3-/5-(1-etyl-1-metylpropyl)-3-isoxazolyl7-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-/5-(1-etyl-1-metylpropyl)-3-isoxazolyl7-4-acetoxi-1-metyl-2-imidatzolidinon;

15 3-/5-(1-etylcyklohexyl)-3-isoxazolyl7-4-hydroxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

3-/5-(1-etylcyklohexyl)-3-isoxazolyl7-4-acetoxi-1-metyl-2-imidazolidinon;

20 3-(5-n-propyl-3-isoxazolyl)-4-hydroxi-1-metyl-2-imidatzolidinon; och

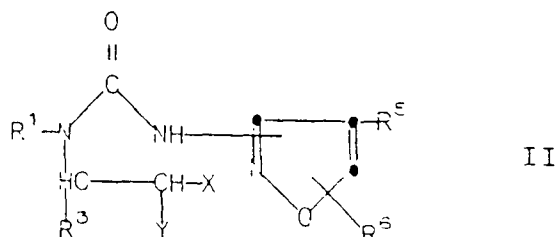
3-(5-n-propyl-3-isoxazolyl-4-acetoxi-1-metyl-2-imidazolidinon.

3. Herbicidkomposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att den som aktiv ingrediens omfattar från
25 1,0 till 90,0 vikt% av ett isoxazolylimidatzolidinon med formeln I enligt patentkravet 1 eller 2 i förening med åtmistone en bärare eller ett utspädningsmedel.

4. Herbicidkomposition enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a d därav, att den sammansatts
30 för att användas mot på land växande ogräs.

5. Herbicidkomposition enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a d därav, att den sammansatts för att användas mot i vatten växande ogräs.

6. Förfarande för framställning av ett isoxazolylimidatzolidinon med formeln (I) enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att man framställer en förening, vari R^4 är hydroxi, genom uppvärmning av (dialkoxi)etyl-isoxazolylurea med formeln (II)



15 vari R^1 , R^3 , R^5 och R^6 är som ovan angivits och X och Y oberoende av varandra är C_{1-6} -alkoxi, i närvaro av en syra; eller framställer en förening med formeln (I), vari R^2 och R^4 bildar en dubbeldindning, genom dehydratisering av en förening med formeln (I), vari R^4 är hydroxi:, eller framställer en förening, vari R^4 är C_{1-6} -alkanoyloxi, genom acylering av en förening med formeln (I), vari R^4 är hydroxi.

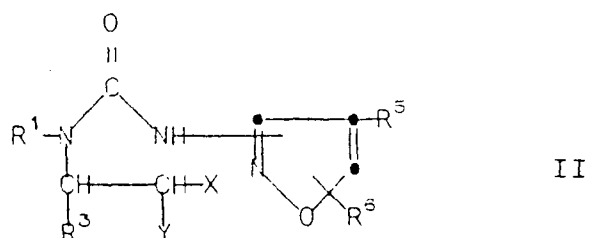
20 7. Isoxazolylinidazolidinon med formeln (I), k ä n n e t e c k n a t därav, att det framställs genom ett förfarande enligt patentkravet 6.

25 8. Förfarande för förhindrande av ogräsväxt, k ä n n e t e c k n a t därav, att på ogräsets växtplats anbringas en herbicidalt effektiv mängd av ett isoxazolylimidazolidinon med formeln (I) enligt patentkraven 1 eller 2.

30 9. Förfarande för förhindrande av ogräsväxt enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a t därav, att på växtplatsen för på land växande ogräs anbringas en herbicidalt effektiv mängd av ett isoxazolylimidazolidinon med formeln (I).

10. Förfarande för förhindrande av ogräsväxt
enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a t därav,
att på växtplatsen för i vatten växande ogräs
anbringas en herbicidalt effektiv mängd av ett
5 isoxazolylimidazolidinon med formeln (I).

11. (Dialkoxi)etyl-isoxazolylurea med
formeln (II)



15 vari

R^1 är C_{1-6} -alkyl;

R^3 är väte eller C_{1-6} -alkyl;

X och Y är oberoende av varandra C_{1-6} -alkoxi;

R^5 är väte, halogen, cyano, nitro eller C_{1-6} -alkyl;

20 R^6 är väte, C_{1-6} -alkyl, trifluormetyl, C_{1-3} -alkoxi-
 C_{1-6} -alkyl, C_{3-7} -cykloalkyl eller C_{1-3} -alkylsubstituerad
 C_{3-7} -cykloalkyl.