



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8602601**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Derivaten van delta2-1,2,4-triazoline-5-on, werkwijze ter bereiding daarvan en toepassing daarvan.**
- ⑤1 Int.Cl.: C07D 253/06, A01N 43/653.
- ⑦1 Aanvrager: Nihon Nohyaku Co., Ltd. te Tokio, Japan.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

- ②1 Aanvraag Nr. 8602601.
- ②2 Ingediend 16 oktober 1986.
- ③2 Voorrang vanaf 26 oktober 1985.
- ③3 Land van voorrang: Japan (JP).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 239999/85 .
- ⑥2 --

- ④3 Ter inzage gelegd 18 mei 1987.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Derivaten van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on, werkwijze ter bereiding daarvan en toepassing daarvan.

ACHTERGROND VAN DE UITVINDING

De uitvinding heeft betrekking op derivaten van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on, die worden weergegeven met de algemene formule 1, waarin R een waterstofatoom, een alkalimetaalatoom, een niet-gesubstitueerd ammonium-ion, een gesubstitueerd quaternair ammonium-ion met tenminste een (C₁-C₄)-alkylgroep als substituent, een niet-gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep, een gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep met tenminste een halogeenatoom als substituent, een (C₃-C₆)-cycloalkylgroep, een gesubstitueerde (C₁-C₃)-alkylgroep met een cyaangroep als substituent, een (C₂-C₆)-alkenylgroep, een (C₂-C₆)-alkynylgroep, een (C₂-C₆)-alkoxyalkoxygroep, een (C₂-C₈)-alkylthioalkylgroep, een (C₂-C₆)-alkylsulfinylalkylgroep, een (C₂-C₆)-alkylsulfonylalkylgroep, een (C₃-C₈)-alkoxyalkoxyalkylgroep, een (C₂-C₃)-carboxyalkylgroep, een (C₃-C₆)-alkoxycarbonylalkylgroep, een niet-gesubstitueerde benzylgroep, een gesubstitueerde benzylgroep met tenminste een halogeenatoom en/of (C₁-C₃)-alkylgroep als substituent of een fenethylgroep is; R¹ een met halogeenatomen gesubstitueerde (C₂-C₅)-alkylgroep is en X een halogeenatoom is, alsmede op een werkwijze ter bereiding daarvan en op de toepassingen daarvan.

STAND VAN DE TECHNIEK

Gevonden is dat verbindingen met de algemene formule 1 bruikbaar zijn als landbouwchemicaliën, in het bijzonder als onkruidverdelingsmiddelen.

Verbindingen die overeenkomst vertonen met de verbindingen volgens de uitvinding worden geopenbaard in de Japanse ter inzage gelegde octrooiaanvraag 57-181069 (1982), in de Amerikaanse octrooischriften 4.318.731, 4.398.943 en 4.404.019 en in W085/01637 en W085/04307. Het Amerikaanse octrooischrift 4.318.731 openbaart bijvoorbeeld een verbinding met formule 2, waarin R¹ (C₁-C₄)-alkyl, R² waterstof, (C₁-C₄)-alkyl of (C₂-C₄)-alkenyl is en X hydroxy, (C₁-C₄)-alkyl, (C₁-C₆)-alkoxy, (C₁-C₄)-alkoxy-(C₁-C₄)-alkoxy, (C₂-C₄)-alkenyloxy of (C₁-C₄)-alkoxycarbonyl-(C₁-C₄)-alkoxy is.

In US-A-4.398.943 wordt een verbinding geopenbaard met formule 2, waarin R¹ een alkylgroep, R² een alkynylgroep, een halogeenmethylgroep of een halogeenethylgroep, en X een alkoxygroep, een alkenyloxy-

groep, een alkoxyalkoxygroep, een alkynyloxygroep, een hydroxygroep, een halogeenmethoxygroep of een halogeenethoxygroep is. In US-A-4.404.019 worden verbindingen geopenbaard met formule 3, waarin R (C₁-C₄)-alkyl, (C₃-C₄)-alkenyl of (C₃-C₄)-cycloalkyl, X

5 chloor of broom en Y waterstof of een (C₁-C₄)-alkoxygroep is, welke bruikbaar zijn als herbicide. Deze verbindingen kunnen echter niet als geschikte herbiciden worden beschouwd in verband met de dosering en de effecten daarvan.

Verder worden in W085/01637 verbindingen met formule 4 geopen-
 10 baard, waarin X¹ en X² onafhankelijk halogeen, halogeenalkyl of alkyl zijn, W zuurstof of zwavel is, R een drie- tot achtring met een of twee dezelfde of verschillende ring-heteroatomen gekozen uit zuurstof, zwavel en stikstof of een met een dergelijke heterocyclische groep gesubstitueerde alkylgroep is, waarbij de heterocyclische groep niet gesub-
 15 stitueerd is of gesubstitueerd is met een of meer halogeen-, alkyl- en/of halogeenalkylsubstituenten of de heterocyclische groep gecondenseerd is met een benzeenring tot een bicyclische benzoheterocyclische groep en waarbij het eventueel in de ring aanwezige zwavelatoom de tweewaardige vorm, de S-oxidevorm of de S-dioxidevorm heeft; R¹ al-
 20 kyl, halogeenalkyl, cyaanalkyl, alkenyl, alkynyl of R³-Y-alkyl is; R² halogeen, alkyl, cyaanalkyl, halogeenalkyl, arylalkyl of R³-Y-alkyl is; R³ alkyl, alkenyl of alkynyl is en Y zuurstof, zwavel, sulfinyl of sulfonyl is. De geopenbaarde verbindingen moeten voor de bestrijding van onkruid in betrekkelijk hoge dosering worden toegediend en zijn onvol-
 25 doende selectief tussen nuttige gewassen en onkruid.

In W085/04307 worden ook soortgelijke verbindingen met formule 5 geopenbaard, waarin R gelijk is aan 2-propynyl, 1-methylethyl-2-propynyl, methoxymethyl, 2-propenyl of 1-methyl-2-methoxyethyl. De geopen-
 30 baarde verbindingen doden echter bij betrekkelijk hoge dosering niet alleen onkruid maar ook nuttige gewassen terwijl bij betrekkelijk lage dosering, waarbij nog steeds enige onmiskenbare schade aan de gewassen wordt aangericht, een voldoende bestrijding van onkruid niet te ver-
 wachten is. Dat wil zeggen dat de verbindingen een onvoldoende selectiviteit vertonen tussen nuttige gewassen en onkruid.

35 Er is dan ook een sterke vraag naar een herbicide waarmee onkruid kan worden bestreden zonder dat bij lage dosering belangrijke schade aan gewassen wordt veroorzaakt. Gevonden is nu dat de verbindingen volgens de uitvinding die noch in de genoemde stand van de techniek noch elders in de literatuur zijn geopenbaard aan die vraag kunnen voldoen.

40 Bovendien is gevonden dat de verbindingen volgens de uitvinding

verrassenderwijs uitstekende herbicide werking hebben bij lage dosering en geringere fytotoxiciteit hebben dan de in de boven beschreven stand van de techniek geopenbaarde verbindingen.

Een doel van de uitvinding is het verschaffen van een verbinding
5 met uitstekende herbicide werking en slechts geringe fytotoxiciteit.

Een verder doel van de uitvinding is het verschaffen van een herbicide samenstelling die een doeltreffende hoeveelheid van een verbinding met uitstekende herbicide werking en een hoge veiligheid voor het gewas, die wordt weergegeven door de genoemde algemene formule 1, en
10 een geschikte inerte drager omvat.

Een ander doel van de uitvinding is het verschaffen van een herbicide samenstelling die de genoemde verbinding die zeer nuttig is niet alleen als herbicide voor een voor-opkomstbehandeling, maar ook als herbicide voor een na-opkomstbehandeling voor hooglandgewassen omvat.
15 Een volgend doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze voor het behandelen van hooglandgewassen met de genoemde verbindingen als herbicide.

Andere doelen van de uitvinding worden duidelijk uit de hierna volgende beschrijving van de uitvinding.

20 De substituent R van de verbindingen met de algemene formule 1 heeft bij voorkeur een van de volgende betekenissen: een waterstof-atoom; een alkalimetaal-atoom zoals natrium en kalium, een ammonium-ion, een mono-, di-, tri- of tetramethylammonium-ion, een mono-, di-, tri- of tetra-ethylammonium-ion, een mono-, di-, tri- of tetrapropylammonium-ion, een mono-, di-, tri- of tetrabutylammonium-ion en dergelijke;
25 een alkylgroep zoals methyl, ethyl, propyl, isopropyl, butyl, isobutyl, sec-butyl, tert-butyl, pentyl, hexyl en dergelijke; een met halogeen-atomen gesubstitueerde alkylgroep zoals chloormethyl, broommethyl, chloorethyl, broomethyl, chloorpropyl, broompropyl, chloorbutyl, broombutyl, chloorpentyl, broompentyl, chloorhexyl, broomhexyl en di-, tri- of polyhalogeenalkylgroepen; een cycloalkylgroep zoals cyclopropyl, cyclopentyl en cyclohexyl; een met een cyaangroep gesubstitueerde alkylgroep zoals cyaanmethyl, cyaanethyl, cyaanpropyl; een alkenylgroep zoals ethenyl, 2-propenyl, 1-methylpropenyl, 1,1-dimethylpropenyl, 2-butenyl, pentenyl en hexenyl;
35 een alkynylgroep zoals ethynyl, 2-propynyl, 1-methylpropynyl, 1,1-dimethylpropynyl, 2-butylnyl, pentynyl en hexynyl; een alkoxyalkylgroep zoals methoxymethyl, ethoxymethyl, propoxymethyl, butoxymethyl, pentyloxymethyl, methoxyethyl, ethoxyethyl, propoxyethyl, butoxyethyl, methoxypropyl, ethoxypropyl, propoxypropyl, methoxybutyl, ethoxybutyl en methoxypentyl;
40 een alkylthioalkylgroep zoals methylthio-

methyl, ethylthiomethyl, propylthiomethyl, butylthiomethyl, pentylthio-
methyl, hexylthiomethyl, heptylthiomethyl, methylthio-ethyl, ethylthio-
ethyl, propylthio-ethyl, butylthio-ethyl, pentylthio-ethyl, hexylthio-
ethyl, methylthiopropyl, ethylthiopropyl, propylthiopropyl, butylthio-
5 propyl, pentylthiopropyl, methylthiobutyl, ethylthiobutyl, propylthio-
butyl, butylthiobutyl, methylthiopentyl, ethylthiopentyl, propylthio-
pentyl, methylthiohexyl, ethylthiohexyl en methylthioheptyl; een alko-
xysulfinylalkylgroep zoals methylsulfinylmethyl, ethylsulfinylmethyl,
propylsulfinylmethyl, butylsulfinylmethyl, pentylsulfinylmethyl, me-
10 thylsulfinylethyl, ethylsulfinylethyl, propylsulfinylethyl, butylsulfi-
nylethyl, methylsulfinylpropyl, ethylsulfinylpropyl, propylsulfinylpro-
pyl, methylsulfinylbutyl, ethylsulfinylbutyl, en methylsulfinylpentyl;
een alkylsulfonylalkylgroep zoals methylsulfonylmethyl, ethylsulfonyl-
methyl, propylsulfonylmethyl, butylsulfonylmethyl, pentylsulfonylme-
15 thyl, methylsulfonylethyl, ethylsulfonylethyl, propylsulfonylethyl, bu-
tylsulfonylethyl, methylsulfonylpropyl, ethylsulfonylpropyl, propylsul-
fonylpropyl, methylsulfonylbutyl, ethylsulfonylbutyl en methylsulfonyl-
pentyl; een alkoxyalkoxyalkylgroep zoals methoxymethoxymethyl, ethoxy-
methoxymethyl, propoxymethoxymethyl, butoxymethoxymethyl, pentyloxy-
20 thoxymethyl, hexyloxyethoxymethyl, methoxyethoxyethyl, ethoxyethoxy-
ethyl, propoxyethoxyethyl en butoxyethoxyethyl; een carboxyalkylgroep
zoals carboxymethyl en carboxyethyl; een alkoxycarbonylalkylgroep zoals
methoxycarbonylmethyl, ethoxycarbonylmethyl, propoxycarbonylmethyl, bu-
toxycarbonylmethyl, methoxycarbonylethyl, ethoxycarbonylethyl en pro-
25 poxycarbonylethyl; een benzylgroep, een gesubstitueerde benzylgroep zo-
als o-, m- of p-chloorbenzyl, o-, m- of p-broombenzyl, o-, m- of p-me-
thylbenzyl, o-, m- of p-ethylbenzyl en o-, m- of p-propylbenzyl; een
 α -methylbenzylgroep; een fenethylgroep enz. De halogeenalkylsubstituent
R¹ heeft bij voorkeur een van de betekenissen 2-chloor-1,1,2-tri-
30 fluorethyl, 1,1,2,2-tetrafluorethyl, 2,2,2-trifluorethyl, 3-chloorpro-
pyl, 3-broompropyl, 3-fluorpropyl, 2,2-difluorpropyl, 1,1,2,3,3,3-hexa-
fluorpropyl, 4-chloorbutyl, 4-fluorbutyl, 5-chloorbutyl en 5-fluorbu-
tyl.

BESCHRIJVING VAN DE VOORKEURSUITVOERINGSVORMEN

35 De verbindingen met de algemene formule 1 volgens de uitvinding
kunnen bijvoorbeeld worden bereid volgens de in fig. 1 weergegeven
werkwijze, waarbij R, R¹ en X de eerder gegeven betekenissen hebben
en Z een halogeenatoom is.

De verbindingen met de algemene formule 1 kunnen dus worden bereid
40 door een fenol met de algemene formule 6 te laten reageren met een

8602601

α -halogeencarboxylverbinding met de algemene formule 7 in een inert oplosmiddel.

Als inert oplosmiddel voor de reactie volgens de uitvinding kan elk oplosmiddel worden gebruikt dat de voortgang van de reactie niet
 5 belangrijk hindert. Voorbeelden zijn aromatische koolwaterstoffen zoals benzeen, toluen en xyleen, alifatische koolwaterstoffen als hexaan en cyclohexaan, alcoholen zoals methanol, ethanol, propanol en glycol; ketonen zoals aceton, methylethylketon en cyclohexanon; esters van kleine vetzuren zoals ethylacetaat; ethers zoals tetrahydrofuran en dioxaan;
 10 amiden van kleine vetzuren zoals dimethylformamide en dimethylacetamide; water, dimethylsulfoxide enz.

Ook kunnen mengsels van deze oplosmiddelen worden gebruikt.

Voorbeelden van in de reactie volgens de uitvinding bruikbare basen zijn anorganische basen zoals natriumcarbonaat, natriumhydride, ka-
 15 liumcarbonaat, natriumwaterstofcarbonaat, kaliumwaterstofcarbonaat, natriumhydroxide, kaliumhydroxide en alkalimetalaalcoholaten; en organische basen zoals pyridine, trimethylamine, triethylamine, diethylaniline en 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-een.

De reactie volgens de uitvinding kan bij een geschikte temperatuur
 20 bijvoorbeeld in het gebied van 0 tot 150°C worden uitgevoerd.

Hoewel de reactie equimolair is kan een van de in de reactie gebruikte verbindingen in geringe overmaat worden toegevoegd.

De reactieduur ligt bijvoorbeeld in het gebied van 0,5 tot 48
 uur.

25 Na afloop van de reactie kan de gewenste verbinding worden geïsoleerd volgens een gebruikelijke werkwijze.

De verbindingen met de algemene formule 1 kunnen ook worden bereid volgens de werkwijze van fig. 2, waarin R, R¹ en X de eerder aangegeven betekenissen hebben en R⁴ een hydroxygroep of een halogeenatoom
 30 is.

De verbinding met de algemene formule 1 kan dus worden bereid door een zuur of zuurhalogenide met de algemene formule 8 te laten reageren met de met het eindprodukt overeenkomende alcohol.

Een verbinding met de algemene formule 1 waarin R een alkylsulfinylalkylgroep of een alkylsulfonylalkylgroep is, kan ook worden verkregen door een verbinding met de algemene formule 1 waarin R een alkylthioalkylgroep is te oxideren met een geschikt oxidatiemiddel.
 35

Typerende voorbeelden van verbindingen met de algemene formule 1 zijn vermeld in tabel A.

Tabel A

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
1	H	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5200
2	H	CF ₂ CHClF	Cl	NMR: δ _{TMS} CDCl ₃ (ppm) 1,65 (d, 3H), 2,40 (t, 3H), 4,70 (q, 1H), 6,95 (s, 1H), 7,50 (s, 1H), 6,70 - 7,80 (m, 1H), 9,00 (s, 1H)
3	H	CF ₂ CHF ₂	F	²⁴ n _D 1,5079
4	H	CF ₂ CClF	F	smpt. 107,8°C
5	H	CH ₂ CF ₃	F	smpt. 180,9°C
6	Na	CF ₂ CHF ₂	Cl	smpt. 141,8°C
7	Na	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 178,9°C
8	Na	CF ₂ CHClF	F	smpt. 145,8°C

8602001

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
9	K	CF ₂ CHF ₂	Cl	smpt. 201,4°C
10	K	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 103,3°C
11	(n-C ₄ H ₉) ₂ NH ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	smpt. 192,8°C
12	(n-C ₄ H ₉) ₂ NH ₂	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 171,0°C
13	CH ₃	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5072
14	CH ₃	CF ₂ CHClF	Cl	²³ n _D 1,5262
15	CH ₃	CF ₂ CHF ₂	F	²³ n _D 1,4977
16	C ₂ H ₅	CF ₂ CHF ₂	Cl	²³ n _D 1,5039
17	C ₂ H ₅	CH ₂ CF ₃	Cl	²² n _D 1,5150

8602601

Tabel A (vervolg)

Verbinding. nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
18	C ₂ H ₅	CF ₂ CHF ₂	F	²⁴ n _D 1,4891
19	C ₂ H ₅	CH ₂ CF ₃	F	^{19,5} n _D 1,5030
20	C ₂ H ₅	CF ₂ CHClF	F	²² n _D 1,5062
21	n-C ₃ H ₇	CF ₂ CHF ₂	Cl	²³ n _D 1,4998
22	s-C ₄ H ₉	CF ₂ CHClF	F	²³ n _D 1,4985
23	n-C ₆ H ₁₃	CF ₂ CHF ₂	Cl	²³ n _D 1,4940
24	n-C ₆ H ₁₃	CF ₂ CHF ₂	F	²⁶ n _D 1,4832
25	Cl(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5161
26	Cl(CH ₂) ₂	CF ₂ CHClF	Cl	²³ n _D 1,5253

8602601

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
27	Cl(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ¹⁸ 1,5049
28	Br(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁴ 1,5229
29	Br(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²⁶ 1,5092
30	Br(CH ₂) ₂	CF ₂ CHClF	F	n _D ²³ 1,5194
31	Cl(CH ₂) ₃	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁴ 1,5139
32	Cl(CH ₂) ₃	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 48,5°C
33	Cl(CH ₂) ₃	CF ₂ CHClF	F	n _D ²³ 1,5102
34	Cl(CH ₂) ₃	CH ₂ CF ₃	F	smpt. 89,3°C
35	Br(CH ₂) ₃	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁴ 1,5211
36	Br(CH ₂) ₃	CF ₂ CHClF	Cl	n _D ²³ 1,5293

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen.
37	Br(CH ₂) ₃	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²⁶ 1,5088
38	Cl(CH ₂) ₄	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁴ 1,5135
39	Cl(CH ₂) ₄	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ¹⁸ 1,5012
40	Cl(CH ₂) ₄	CF ₂ CHClF	F	n _D ²³ 1,5089
41	cyclopentyl	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 62,5°C
42	cyclopentyl	CF ₂ CHClF	F	n _D ²² 1,5102
43	cyclohexyl	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁸ 1,5058
44	cyclohexyl	CF ₂ CHClF	Cl	n _D ²³ 1,5268

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
45	cyclohexyl	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²⁶ 1,4965
46	cyclohexyl	CH ₂ CF ₃	F	n _D ^{19,5} 1,5059
47	NCCH ₂ CH ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁴ 1,5075
48	NCCH ₂ CH ₂	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 83,8°C
49	CH ₂ = CHCH ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁸ 1,5084
50	CH ₂ = CHCH ₂	CF ₂ CHClF	Cl	n _D ²³ 1,5262
51	CH ₂ = CHCH ₂	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²⁶ 1,4964
52	CH ₂ = CHCH ₂	CH ₂ CF ₃	F	n _D ^{19,9} 1,5122
53	CH ≡ CCH ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁸ 1,5126

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
54	CH $\equiv$ CCH ₂	CF ₂ CHF ₂	F	²³ n _D 1,5025
55	CH $\equiv$ CCH ₂	CF ₂ CHClF	F	²² n _D 1,5130
56	CH ₃ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHClF	Cl	²³ n _D 1,5230
57	CH ₃ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	¹⁹ n _D 1,4939
58	CH ₃ CH ₂ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁸ n _D 1,4990
59	CH ₃ CH ₂ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	²⁶ n _D 1,4875
60	CH ₃ CH ₂ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHClF	F	²² n _D 1,5022
61	n-C ₄ H ₉ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁸ n _D 1,4944
62	n-C ₄ H ₉ O(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	²³ n _D 1,4849

602001

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
63	CH ₃ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5222
64	CH ₃ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	¹⁸ n _D 1,5128
65	CH ₃ CH ₂ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5197
66	CH ₃ CH ₂ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHClF	Cl	²³ n _D 1,5326
67	i-C ₃ H ₇ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁴ n _D 1,5145
68	i-C ₄ H ₉ S(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	²⁵ n _D 1,5022
69	C ₂ H ₅ S(CH ₂) ₃	CF ₂ CHF ₂	F	²⁵ n _D 1,5061
70	n-C ₄ H ₉ S(CH ₂) ₃	CF ₂ CHClF	F	²³ n _D 1,5103
71	CH ₃ SO(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁵ n _D 1,5195
72	i-C ₄ H ₉ SO(CH ₂) ₂	CF ₂ CHF ₂	F	²⁵ n _D 1,5038

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
73	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SO}_2(\text{CH}_2)_2$	CF_2CHF_2	Cl	$n_D^{25} 1,5061$
74	$i\text{-C}_4\text{H}_9\text{SO}_2(\text{CH}_2)_2$	CF_2CHF_2	F	$n_D^{25} 1,5022$
75	$\text{C}_2\text{H}_5\text{SO}_2(\text{CH}_2)_3$	CF_2CHF_2	F	smpt. 122,3°C
76	$\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2$	CF_2CHF_2	Cl	$n_D^{28} 1,4982$
77	$\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2$	CF_2CHF_2	F	$n_D^{24} 1,4880$
78	$\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2$	CF_2CHClF	F	$n_D^{22} 1,5005$
79	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{OCCH}- \end{array}$	CF_2CHF_2	Cl	$n_D^{19} 1,5027$
80	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{OCCH}- \end{array}$	CF_2CHF_2	F	$n_D^{23} 1,4918$

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
81	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{OCCH}- \end{array}$	CF ₂ CHClF	F	²³ n _D 1,4989
82	benzyl	CF ₂ CHF ₂	Cl	²⁵ n _D 1,5325
83	benzyl	CF ₂ CHClF	Cl	²³ n _D 1,5389
84	benzyl	CF ₂ CHF ₂	F	smpt. 91,6°C
85	4-chloorbenzyl	CF ₂ CHF ₂	Cl	smpt. 119,3°C
86	4-chloorbenzyl	CH ₂ CF ₃	Cl	²² n _D 1,5433
87	4-chloorbenzyl	CF ₂ CHF ₂	F	¹⁸ n _D 1,5329

8602301

Tabel A (vervolg)

Verbinding nr.	R	R ¹	X	Fysische eigenschappen
88	4-chloorbenzyl	CF ₂ CHClF	F	n _D ²³ 1,5386
89	4-methylbenzyl	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²⁶ 1,5200
90	fenethyl	CF ₂ CHF ₂	Cl	n _D ²⁵ 1,5282
91	fenethyl	CF ₂ CHF ₂	F	n _D ²³ 1,5203

De verbinding met de algemene formule 6 kan worden bereid volgens het schema van fig. 3, waarin R^1 , Z en X de eerder aangegeven betekenissen hebben, R^2 en R^3 kleine alkylgroepen zijn, A een zuurstof- of een zwavelatoom is en Z_1 dezelfde of verschillende halogeenatomen

5 zijn.

Verbindingen met de algemene formule 6 kunnen aldus worden verkregen door een hydrazine met de algemene formule 10 te laten reageren met een verbinding met de algemene formule 9 onder verwarming in een inert oplosmiddel; de daaruit verkregen verbinding met formule 11 wordt, al

10 of niet na isolering, in aanwezigheid van een base aan een ringsluitingsreactie onderworpen waarbij het triazolinon met de formule 12 wordt verkregen; verbinding 12 wordt omgezet met een halogeenverbinding met formule 13 of 14, hetgeen leidt tot verbinding met de formule 15, welke wordt omgezet met waterstofbromide.

15 Bij de omzetting van de verbinding met formule 15 tot de verbinding met formule 6 kan in plaats van waterstofbromide ook waterstofjodide of een alkaanthiolaat worden gebruikt.

Hieronder volgen enige voorbeelden van de uitvinding die ter illustratie en niet ter beperking dienen.

20 Voorbeeld I

4-(2-Chloor-1,1,2-trifluorethyl)-1-[2,4-dichloor-5-(1-methoxycarbonyl-ethoxy)fenyl]-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 14)

Reactieschema volgens fig. 1.

In 50 ml methanol werd 0,62 g (0,011 mol) KOH opgelost en daaraan

25 werd 3,6 g (0,01 mol) 4-(2-chloor-1,1,2-trifluorethyl)-1-(2,4-dichloor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on toegevoegd teneinde in het kaliumzout te worden omgezet. Vervolgens werd 1,83 g (0,011 mol) methyl- α -broompropionaat toegevoegd en werd het mengsel 3 uur onder terugvloeiakoeling verwarmd. Na afloop van de reactie werd het reactie-

30 mengsel in ijswater uitgegoten en het gevormde mengsel met ether geëxtraheerd waarna het extract werd geconcentreerd en 4,0 g van de gewenste verbinding werd verkregen: n_D^{23} 1,5262, opbrengst 88,9%.

Voorbeeld II

35 1-[4-Chloor-5-(1-ethoxycarbonylethoxy)-2-fluorfenyl]-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 18)

Reactieschema volgens fig. 1.

In 150 ml aceton werden 9,0 g (0,026 mol) 1-(4-chloor-2-fluor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-

40 5-on, 7,9 g (0,044 mol) ethyl- α -broompropionaat en 9,0 g kaliumcarbo-

naat gesuspenderd en de suspensie werd 2 uur onder terugvloei-
 koeling verwarmd. Na afloop van de reactie werd de suspensie tot kamertempera-
 tuur afgekoeld. De onoplosbare stoffen werden afgefiltreerd, waarna het
 filtraat werd geconcentreerd en het residu werd gezuiverd door middel
 5 van kolomchromatografie waarna 9,22 g van de gewenste verbinding werd
 verkregen (opbrengst 79,3%).

Fysische eigenschappen: n_D^{24} 1,4891.

Voorbeeld III

1- $\{2,4$ -Dichloor-5-[1-(3-chloorpropoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-
 10 4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr.
 31)

Reactieschema volgens fig. 1.

In 40 ml watervrij dimethylsulfoxide werden 1,8 g (0,0051 mol)
 1-(2,4-dichloor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)-
 15 Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on opgelost en aan de oplossing werd 0,3 g
 (0,0053 mol) poedervormig kaliumhydroxide toegevoegd. Het mengsel werd
 30 minuten geroerd waarna 1,0 g (0,0053 mol) 3-chloorpropyl- α -chloor-
 propionaat werd toegevoegd en 4 uur op 80°C werd verwarmd. Na afloop
 van de reactie werd het reactiemengsel tot kamertemperatuur afgekoeld
 20 en in ijswater gegoten waarna het reactieproduct daaruit met diëthyl-
 ether werd geëxtraheerd. Het extract werd met water gewassen en ge-
 droogd. De diëthylether werd door destillatie verwijderd waarna 2,3 g
 van de gewenste verbinding werd verkregen (opbrengst 89%);
 n_D^{24} 1,5139.

25 Voorbeeld IV

1- $\{4$ -Chloor-5-[1-(3-chloorpropoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-me-
 thyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding
 nr. 32)

Reactieschema volgens fig. 1.

30 In 50 ml N,N-dimethylformamide werd 0,52 g (0,0037 mol) kaliumcar-
 bonaat gesuspenderd en aan de suspensie werd 1,17 g (0,0034 mol) 1-(4-
 chloor-2-fluor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -
 1,2,4-triazoline-5-on toegevoegd. Het mengsel werd 30 minuten bij ka-
 mertemperatuur geroerd waarna 0,85 g (0,0034 mol) 3-chloorpropyl- α -
 35 broompropionaat werd toegevoegd en 3 uur op 50°C werd verwarmd. Na af-
 loop van de reactie werd het reactiemengsel tot kamertemperatuur afge-
 koeld en in ijswater gegoten waarna het reactieproduct daaruit met di-
 ethylether werd geëxtraheerd. Het extract werd met water gewassen en
 gedroogd. Vervolgens werd de diëthylether door destillatie verwijderd
 40 waarbij een olieachtige stof werd verkregen. De olieachtige stof werd

gezuiverd door middel van chromatografie over een silicagelkolom met ether/hexaan (1:2), waaruit na verloop van tijd 1,36 g van het gewenste produkt uitkristalliseerde (opbrengst 82%): smp. 48,5°C.

Voorbeeld V

- 5 4-(2-Chloor-1,1,2-trifluorethyl)-1-{2,4-dichloor-5-[1-(2-ethylthio-ethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 66)

Reactieschema volgens fig. 1.

- In 30 ml tetrahydrofuran werd 0,15 g (0,0037 mol) 60% natriumhydride gesuspenderd en aan de suspensie werd 1,26 g (0,0034 mol) 4-(2-chloor-1,1,2-trifluorethyl)-1-(2,4-dichloor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on toegevoegd. Het mengsel werd 30 minuten ger
- 10 roerd waarna 0,89 g (0,0037 mol) 2-ethylthio-ethyl- α -broompropionaat werd toegevoegd en het mengsel werd 5 uur onder terugvloei
- 15 warmd. Na afloop van de reactie werd het reactiemengsel tot kamertemperatuur afgekoeld en in ijswater gegoten waarna het reactieprodukt daaruit met diethylether werd geëxtraheerd. Het extract werd met water gewassen en gedroogd. De diethylether werd verwijderd door destilla
- 20 tie en het residu werd gezuiverd door middel van droge kolomchromatografie waarbij 1,33 g van de gewenste verbinding werd verkregen (opbrengst 75%): n_D^{23} 1,5326.

Voorbeeld VI

- 1-{4-Chloor-5-[1-(4-chloorbenzyloxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 87)
- 25

Reactieschema volgens fig. 1.

- Aan 50 ml methylethylketon werden 1,75 g (0,0051 mol) 1-(4-chloor-2-fluor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on, 1,5 g kaliumcarbonaat en 1,27 g (0,0056 mol) 4-chloorbenzyl- α -broompropionaat toegevoegd waarna het mengsel 5 uur onder terugvloei
- 30 koeling werd verwarmd. Na afloop van de reactie werd het reactiemengsel tot kamertemperatuur afgekoeld. Vervolgens werden de onoplosbare stoffen afgefiltreerd en werd het filtraat geconcentreerd waarna het residu werd gezuiverd door middel van kolomchromatografie waar
- 35 bij 1,87 g van de gewenste verbinding werd verkregen (opbrengst 68%): n_D^{18} 1,5329.

Voorbeeld VII

Natrium-2-{2,4-dichloor-5-[3-methyl-5-oxo-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-1-yl]fenoxy}propanoaat (verbinding nr. 6)

- 40 Reactieschema volgens fig. 2.

8602601

In 30 ml methanol werd 4,32 g (0,01 mol) 1-[2,4-dichloor-5-(1-carboxyethoxy)fenyl]-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on opgelost en aan de oplossing werd 2 ml van een oplossing van 0,4 g (0,01 mol) natriumhydroxide in water toegevoegd. De verkregen oplossing werd 30 minuten bij kamertemperatuur geroerd waarna het oplosmiddel werd afgedestilleerd en de aldus verkregen kristallen werden gewassen met ether en vervolgens gedroogd waarna 4,53 g van de gewenste verbinding werd verkregen (opbrengst 100%): smp. 141,8°C.

Voorbeeld VIII

- 10 1-{2,4-Dichloor-5-[1-(2-methylsulfinylethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 71)

In 100 ml dichloormethaan werd 5,05 g (0,01 mol) 1-{2,4-dichloor-5-[1-(2-methylthio-ethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on (verbinding nr. 63) en 2,0 g (0,0106 mol) m-chloorperbenzoëzuur gebracht. Het mengsel werd 5 uur bij kamertemperatuur geroerd waarna het reactiemengsel werd uitgegoten in ijswater en de dichloormethaanlaag op gebruikelijke wijze werd opgewerkt zodat 4,80 g van de gewenste verbinding werd verkregen (opbrengst 92,1%): n_D^{25} 1,5195.

De triazolinonderivaten met de algemene formule 1 volgens de uitvinding kunnen dienen ter bestrijding van eenjarige en overblijvende onkruiden op rijstvelden, bijvoorbeeld hanepoot (Echinochloa crus-galli Beauv., een eenjarige plant van de familie der Gramineae, die zeer schadelijk is in rijstvelden), monochoria (Monochoria vaginalis Presl, een zeer schadelijke eenjarige plant van de familie der Pontederiaceae die groeit op rijstvelden), kleinbloemige parapluplant (cypergras) (Cyperus difformis L., een schadelijke eenjarige plant van de familie der Cyperaceae, groeiend op rijstvelden), watercypergras (Cyperus serotinus Rottb., een typische schadelijke overblijvende plant van de familie der Cyperaceae, die groeit op rijstvelden en ook in moerassen en water), pijlkruid (Sagittaria pygmaea Mig., een schadelijke overblijvende plant van de familie der Alismataceae die groeit op rijstvelden, in moerassen en sloten), bies (Scirpus juncooidus Roxb. var. Hotarui Ohwi, een overblijvende plant van de familie der Cyperaceae, groeiend op rijstvelden, in moerassen en sloten); en eenjarige en overblijvende onkruiden op akkers en in boomgaarden, bijvoorbeeld wilde haver (Avena fatua L., een eenjarige plant van de familie der Gramineae, groeiend op akkers, braakliggende velden en hoge terreinen), alsem (Artemisia princeps Pamp., een overblijvende plant van de familie der Compositae, die

groeit op gecultiveerde en niet gecultiveerde terreinen), lang vingergras (Digitaria adscendens Henr., een eenjarige plant van de familie der Gramineae, kenmerkend een zeer schadelijk onkruid dat groeit op akkers en in boomgaarden), krulzuring (Rumex japonicus Houttuyn, een
 5 overblijvende plant van de familie der Polygonaceae, groeiend op velden en in bermen), umbrella sedge (Cyperus iria L., een eenjarige plant van de familie der Cyperaceae, die groeit op velden en in bermen), papagaaiekruid (Amaranthus varidis L., een eenjarige plant van de familie der Amaranthaceae, groeiend op akkers, onbebouwd terrein en in bermen)
 10 en stekelnoot (Xanthium strumarium L., een eenjarige plant van de Compositae, zeer schadelijk voor soja).

Doordat de triazolinon-derivaten van de algemene formule 1 een uitstekende onkruid verdelgende werking hebben zowel voor als na opkomst, zijn ze bijvoorbeeld nuttig als herbiciden voor bodembehandeling
 15 voor en na het zaaien (planten), voor bodembehandeling in de groeiperiode, voor bladbehandeling voor het zaaien (planten), voor bladbehandeling in de groeiperiode van nuttige akkergewassen zoals soja, katoen, mais en dergelijke.

Verder zijn de verbindingen volgens de uitvinding bruikbaar als
 20 herbiciden waarbij ze voor de opkomst en na de opkomst op onkruid in rijstvelden kunnen worden aangebracht en ook zijn ze bruikbaar als herbiciden voor de algemene bestrijding van onkruid bijvoorbeeld op gemaaide velden, rijstvelden en akkers in braakland, randen tussen rijstvelden, landbouwpaden, wateren, weiden, kerkhoven, parken, wegen,
 25 speelterreinen, onbebouwde terreinen rondom gebouwen, landaanwinningen, spoorbanen en bossen. Onkruidbestrijding van dergelijke terreinen geschiedt het meest doeltreffend en economisch wanneer het onkruid nog niet opkomt maar behoeft niet noodzakelijk voor het opkomen van het onkruid te geschieden.

30 Voor het toepassen van de verbindingen volgens de uitvinding als herbiciden worden zij in het algemeen volgens gebruikelijke werkwijzen voor het bereiden van landbouwpreparaten in een voor het gebruik geschikte preparaatvorm gebracht.

De verbindingen worden daartoe gemengd met geschikte inerte dragers en zonodig ook met hulpstoffen in een geschikte verhouding door
 35 middel van oplossen, dispergeren, suspenderen, mechanisch mengen, impregneren, adsorberen of hechten, zodat het mengsel een geschikte samenstellingsvorm heeft zoals een suspensie, emulgeerbaar concentraat, oplossing, bevochtigbaar poeder, fijn poeder, korrels of tabletten.

40 De bij de uitvinding bruikbare inerte dragers kunnen vast of

vloeibaar zijn. Voorbeelden van als vaste drager bruikbare materialen zijn plantaardige poeders zoals sojameel, graanmeel, houtmeel, schorsmeel, zaagsel, gemalen tabakstengels, gemalen walnootschillen, zemelen, poedervormige cellulose en extractieresiduen van plantedelen; vezelmateriaal zoals papier, golfkarton, textielafval; synthetische polymeren zoals poedervormige kunstharsen; anorganische of minerale stoffen zoals klei (b.v. kaolien, bentoniet en zure klei), talkprodukten (b.v. talk en pyrofylliet), kiezelprodukten (b.v. diatomeeënaarde, silicazand, mica, fijngedispergeerd synthetisch siliciumzuur, ook wel aangeduid als poedervormige gehydrateerde siliciumoxide en enige in de handel verkrijgbare produkten die calciumsilicaat als hoofdcomponent bevatten), actieve kool, zwavelpoeder, puimsteen, gecalcineerde diatomeeënaarde, gemalen baksteen, vliegassand, calciumcarbonaat en calciumfosfaten; kunstmeststoffen zoals ammoniumsulfaat, ammoniumfosfaat, ammoniumnitraat, ureum en ammoniumchloride, en mest. Deze vaste dragers kunnen afzonderlijk of als mengsel worden gebruikt. Als vloeibare drager bruikbare materialen kunnen stoffen zijn die dienen als oplosmiddel voor de werkzame bestanddelen en die welke geen oplosmiddel zijn maar waarin de werkzame bestanddelen met behulp van toevoegsels kunnen worden gedispergeerd. Hiertoe behoren de volgende materialen die afzonderlijk of als mengsel kunnen worden gebruikt: water, alcoholen (b.v. methanol, ethanol, isopropanol, butanol en glycol), ketonen (b.v. aceton, methylethylketon, methylisobutylketon, diisobutylketon en cyclohexanon), ethers (b.v. diëthylether, dioxaan, cellosolven, dipropylether en tetrahydrofuran), alifatische koolwaterstoffen (b.v. benzine en minerale olie), aromatische koolwaterstoffen (b.v. benzeen, toluen, xyleen, oplosmiddelnaftha en alkylnaftaleen), halogeenkoolwaterstoffen (b.v. dichloorethaan, chloorbenzenen, chloroform en koolstoftetrachloride), esters (b.v. ethylacetaat, dibutylftalaat, diisopropylftalaat en dioctylftalaat), amiden (b.v. dimethylformamide, diëthylformamide en dimethylacetamide), nitrillen (b.v. acetonitril) en dimethylsulfoxide.

Eventuele hulpstoffen worden gekozen afhankelijk van het doel. In sommige gevallen worden twee of meer hulpstoffen tegelijk gebruikt. Voor het emulgeren, dispergeren, oplossen en/of bevochtigen van de werkzame bestanddelen kunnen oppervlakte-actieve stoffen worden gebruikt zoals polyoxyethyleenalkylarylethers, polyoxyethyleenalkyl-ethers, vetzure esters van polyoxyethyleen, polyoxyethyleenresinaten, polyoxyethyleensorbitanmonolauraat, polyoxyethyleensorbitanmono-oleaat, alkylarylsulfonaten, condensatieprodukten van naftaleensulfonzuur, lig-

ninesulfonaten en sulfaten van hogere alcoholen. Voor het dispergeren, kleverig maken en/of agglomereren van de werkzame bestanddelen kunnen de volgende materialen bijvoorbeeld worden gebruikt: caseïne, gelatine, zetmeel, alginezuur, methylcellulose, carboxymethylcellulose, arabische gom, polyvinylalcohol, pijnwortelolie, rijstzemelolie, bentoniet en ligninesulfonaten.

Voor het verbeteren van de strooibaarheid van de vaste preparaten kan het gebruik van was, stearaten, alkylfosfaten e.d. worden aanbevolen.

- 10 Voor het peptiseren van dispergeerbare preparaten wordt ook het gebruik van condensatieprodukten van naftaleensulfonzuur, gecondenseerde fosfaten e.d. aanbevolen.

Ook kunnen schuimwerende middelen zoals een siliconenolie worden toegevoegd.

- 15 Het gehalte aan werkzame bestanddelen in het herbicide preparaat kan afhankelijk van de toepassing worden aangepast. In het algemeen is een gehalte van 0,5 tot 20 gew.% zinvol voor een poedervormig of korrelvormig produkt en 0,1 tot 50 gew.% voor een emulgeerbaar concentraat of een bevochtigbaar poederprodukt.

- 20 Voor het verdelen van verschillende soorten onkruid, het remmen van de groei daarvan of het beschermen van nuttige planten tegen door deze soorten onkruid aangerichte schade, worden de herbicide preparaten volgens de uitvinding in een onkruid verdelgende dosering of een onkruidgroei remmende dosering als zodanig of na geschikte verdunning met
25 of suspendering in water of in een ander geschikt medium op de bodem of op het gebladerte van het onkruid aangebracht in het gebied waar het opkomen of de groei van dergelijk onkruid ongewenst is.

- De hoeveelheid herbicide preparaat volgens de uitvinding die wordt gebruikt, wordt bepaald door uiteenlopende factoren, bijvoorbeeld het
30 doel van de toepassing, de beoogde onkruidsoorten, het opkomen of het groeistadium van het onkruid en de gewassen, de opkomsttendens van onkruid, het weer, de milieu-omstandigheden, het soort herbicide preparaat, de wijze van opbrengen, het soort te behandelen veld, het tijdstip van toediening en dergelijke.

- 35 Wanneer het herbicide preparaat volgens de uitvinding afzonderlijk als een selectief herbicide wordt gebruikt ligt een geschikte dosering van een verbinding volgens de uitvinding bijvoorbeeld in het gebied van 0,1 tot 500 g per 10 are. Wanneer het herbicide preparaat volgens de uitvinding samen met andere herbiciden wordt gebruikt kan de dosering
40 lager worden gekozen omdat de verbindingen dan vaak werkzamer zijn dan

wanneer ze afzonderlijk worden gebruikt.

Herbicide samenstellingen volgens de uitvinding zijn vooral waardevol voor de behandeling voor opkomst en de behandeling tijdens opkomst van hooggelegen akkers en voor de bestrijding van onkruid in de stadia voor en na opkomst op rijstvelden. Teneinde zowel het spectrum van bestrijdbare onkruidsoorten te verbreden als de tijd waarbinnen doeltreffende toepassing mogelijk is te verruimen of de dosering te verlagen kunnen de herbicide samenstellingen volgens de uitvinding in combinatie met andere herbiciden worden gebruikt en deze toepassing ligt binnen de strekking van de uitvinding. Een herbicide samenstelling volgens de uitvinding kan bijvoorbeeld in combinatie met een of meer van de volgende herbiciden worden gebruikt: herbiciden van het fenoxvetzuurtype zoals 2,4-PA (b.v. ethyl(2,4-dichloorfenoxy)acetaat), MCP (b.v. ethyl(2-methyl-4-chloorfenoxy)acetaat, natrium(2-methyl-4-chloorfenoxy)acetaat en allyl(2-methyl-4-chloorfenoxy)acetaat), MCPB (ethyl(2-methyl-4-chloorfenoxy)butyraat) en Diclofop-methyl (methyl-2-[4-(2,4-dichloorfenoxy)fenoxy]propanoaat); herbiciden van het difenylethertype zoals NIP (2,4-dichloorfenyl-4-nitrofenylether), CNP (2,4,6-trichloorfenyl-4-nitrofenylether), Chlomethoxynil (2,4-dichloorfenyl-3-methoxy-4-nitrofenylether), Acifluorgen (5-(2-chloor-4-trifluormethylfenoxy)-2-nitrobenzoëzuur en zouten daarvan) en Fluazifop-butyl (butyl(±)-2-[4-(5-trifluormethyl-2-pyridyloxy)fenoxy]propanoaat); herbiciden van het triazinetype zoals CAT (2-chloor-4,6-bis(ethylamino)-s-triazine), Prometryne (2-methylthio-4,6-bis(isopropylamino)-s-triazine), Simetryne (2-methylthio-4,6-bis(ethylamino)-s-triazine) en Metribuzin (4-amino-6-tert-butyl-3-methylthio-1,2,4-triazine-5(4H)-on); herbiciden van het carbamaattype zoals Molinate (S-ethylhexahydro-1-azepinecarbathioaat), MCC (methyl-N-(3,4-dichloorfenyl)carbamaat), IPC (isopropyl-N-(3-chloorfenyl)carbamaat) en Benthicarb (S-(4-chloorbenzyl)dimethylthiocarbamaat); herbiciden van het toluëdinetype zoals Triefluraline (2,6-dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylaniline) en Pendimethaline (N-(1-ethylpropyl)-2,6-dinitro-3,4-xylidine); herbiciden van het amide-type zoals DCPA (3,4-dichloorpropionanilide), Butachlor (2-chloor-2',6'-diëthyl-N-(butoxymethyl)aceetanilide), Alachlor (2-chloor-2',6'-diëthyl-N-(methoxymethyl)aceetanilide), Metolachlor (2-chloor-N-(2-ethyl-6-methylfenyl)-N-(2-methoxy-1-methylethyl)aceetamide) en Pretilachlor (2-chloor-2',6'-diëthyl-N-(2-propoxyethyl)aceetanilide) en andere typen herbiciden zoals DCMU (3-(3,4-dichloorfenyl)-1,1-dimethylureum), Bentazon (3-isopropyl(1H)-2,1,3-benzothiadiazine-4(3H)-on-2,2-dioxide), Pyrazolate (4-(2,4-dichloorbenzoyl)-1,3-dimethyl-5-pyra-

zoyl-p-tolueensulfonaat), Pyrazoxyfen (1,3-dimethyl-4-(2,4-dichloor-benzoyl)-5-fenacyloxy-pyrazool) en MY-71 (4-(2,4-dichloor-3-methylbenzoyl)-1,3-dimethyl-5-pyrazolyl-p-tolueensulfonaat).

Hieronder volgen enige proefvoorbeelden en preparaatvoorbeelden, die niet ter beperking maar ter illustratie dienen.

Proefvoorbeeld I

Effect op onkruid van rijstvelden in het voor-opkomststadium

Potten van 1 dm² werden gevuld met grond ter simulering van een rijstveld en er werden respectievelijk zaden van hanepoot, monochoria, cypergras en bies en knollen van pijlkruid, welke planten allemaal schadelijk zijn in rijstvelden, geplant en de zaden en knollen werden overeenkomstig het voor-uitkomststadium geconditioneerd.

De bodem in de potten werd door sproeien met elk van de werkzame bestanddelen (de verbindingen van tabel A) die in een gegeven concentratie vloeistof waren aangemaakt behandeld. Na 21 dagen werd het percentage bestrijding van onkruidgroei vergeleken met dat van een niet behandelde pot en werd de herbicide werking bepaald aan de hand van het volgende criterium:

Criterium voor het bepalen van de herbicide werking

	Mate van herbicide werking	Percentage bestrijding van de onkruidgroei (%)
	5	100
25	4	90 - 99
	3	80 - 89
	2	70 - 79
	1	minder dan 70

De verkregen resultaten zijn vermeld in tabel B.

Tabel B

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies Pijlkruid
1	30	5	5	5	5
2	30	4	5	5	5
3	30	5	5	5	5
4	30	4	5	5	5
5	30	5	5	5	5
6	30	5	5	5	5
7	30	5	5	5	5
8	30	5	5	5	5
9	30	5	5	5	5
10	30	5	5	5	5
	3	4	5	5	4

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies
11	30	5	5	5	5
12	30	5	5	5	5
13	30	5	5	5	5
14	30	5	5	5	5
15	30	5	5	5	5
16	30	5	5	5	5
17	30	5	5	5	5
18	30	5	5	5	5
19	30	5	5	5	5
20	30	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies
21	30	5	5	5	5
22	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
23	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
24	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
25	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
26	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
27	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
28	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
29	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
30	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies Pijlkruid
31	30	5	5	5	5
	3	4	5	5	5
32	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
33	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
34	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
35	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
36	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
37	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
38	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
39	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
40	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies
41	30	5	5	5	5
42	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
43	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
44	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
45	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
46	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
47	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
48	3	5	5	5	4
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
49	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	4
	30	5	5	5	5
50	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies Pijlkruid
51	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
52	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
53	30	5	5	5	5
	3	4	5	5	5
54	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
55	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
56	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
57	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
58	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
59	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
60	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Pijlkruid
61	30	5	5	5	5
62	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
63	30	5	5	5	5
	3	4	5	4	5
	30	5	5	5	5
64	3	5	5	5	5
	30	4	5	4	5
	3	5	5	5	5
65	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
66	3	4	5	4	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
67	30	5	5	5	5
	3	4	4	4	5
	30	5	5	5	5
68	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
69	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
70	3	5	5	5	5
	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

8602001

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Pijlkruid
71	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
72	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
73	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
74	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
75	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
76	30	5	5	5	5
	3	4	5	5	5
77	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
78	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
79	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5
80	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst			
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Pijlkruid
81	30	5	5	5	5
82	3	5	5	5	5
83	30	5	5	5	5
83	3	5	5	5	5
83	30	5	5	5	5
84	3	5	5	5	5
84	30	5	5	5	5
85	3	5	5	5	5
85	30	5	5	5	5
86	3	5	5	5	5
86	30	5	5	5	5
87	3	5	5	5	5
87	30	5	5	5	5
88	3	5	5	5	5
88	30	5	5	5	5
89	3	5	5	5	5
89	30	5	5	5	5
90	3	5	5	5	5
90	30	5	5	5	5
	3	5	5	5	5

Tabel B (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst				
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid
91	30	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5
Verbinding A*	30	5	5	5	5	5
Verbinding B*	3	3	4	4	3	3
	30	4	5	5	4	5
Verbinding C*	3	1	4	5	1	3
	3	3	4	4	3	3

35

* Geteste referentieverbindingen:

Verbinding A: 1-[2,4-dichloor-5-(1-ethoxycarbonylethoxy)fenyl]-4-difluormethyl-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on,
als verbinding 7 in het Japanse Patent Kokai 57-181069 (1982) geopenbaard.

Verbinding B: 1-[2,4-dichloor-5-(1-ethoxycarbonylethoxy)fenyl]-4-ethyl-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on,
als verbinding 62 in het Amerikaanse octrooischrift 4.318.731 geopenbaard.

Verbinding C: 1-(2,4-dichloor-5-isopropoxyfenyl)-4-difluormethyl-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on,
als verbinding 5 in het Amerikaanse octrooischrift 4.398.943 geopenbaard.

Proefvoorbeeld II

Effect op onkruid op rijstvelden in het na-opkomststadium

Potten (1 dm²) werden met grond gevuld ter simulering van een rijstveld en daarin werden elk van de onderstaande schadelijke onkruiden met het daarbij aangegeven aantal bladeren gekweekt. Daarbij werden op de dag voor de behandeling met herbiciden jonge zaailingen van de rijstplant (cultivar: "Nihonbare") met 2,5 blad in de grond overgeplant en met de herbiciden behandeld. Na 21 dagen werd het herbicide effect en de mate van schade aan het rijstgewas bepaald door vergelijking van de resultaten met die van de onbehandelde potten.

	<u>Soort onderzocht onkruid</u>	<u>Bladeren van het onkruid</u>
	hanepoot	1
	monochoria	2 - 3
15	cypergras	1 - 2
	bies	2 - 3
	pijlkruid	3
	water-cypergras	1 - 2

20 Het criterium voor de beoordeling van de mate van schade aan het gewas was als volgt:

H: hoog (inclusief verdorren)

M: matig

L: laag

25 N: nul

Het criterium voor het beoordelen van de herbicide werking was hetzelfde als in proefvoorbeeld I. De verkregen resultaten zijn vermeld in tabel C.

Tabel C

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
1	30	5	5	5	5	5	5	L
2	3	3	5	5	4	4	4	N
3	30	5	5	5	5	5	5	L
4	3	4	5	5	4	4	5	N
5	30	5	5	5	5	5	5	L
6	3	5	5	5	5	5	5	L
7	30	5	5	5	5	5	5	L
8	3	4	5	5	4	5	5	N
9	30	5	5	5	5	5	5	L
10	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	N

8602001

Tabel C (vervolg)		
Verbinding	Hoeveelheid werkzaam	Effect van behandeling na opkomst
		Schade gewas

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
11	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	N
12	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	4	4	N
13	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
14	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
15	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
16	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
17	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
18	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
19	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
20	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
21	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
22	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
23	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
24	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
25	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
26	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
27	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	L
28	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	5	5	5	5	5	5	L
29	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	4	5	L
30	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	4	N
		5	5	5	5	5	5	L
		5	5	5	5	5	5	L

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst				Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Rijst
						Water- cypergras	
31	30	5	5	5	5	5	L
	3	3	5	5	4	5	L
32	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	L
33	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	L
34	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	L
35	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	L
36	30	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	L
37	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	L
38	30	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	L
39	30	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	N
40	30	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	L

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
41	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
42	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
43	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
44	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	N
45	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
46	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
47	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	N
48	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	L
49	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
50	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	N

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
51	30	5	5	5	5	5	5	L
52	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
53	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
54	3	4	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
55	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
56	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
57	3	4	5	5	4	5	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
58	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
59	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
60	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
		5	5	5	5	5	5	L

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
61	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
62	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	N
63	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	3	5	L
64	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
65	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	L
66	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
67	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	N
68	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	L
69	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
70	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
71	30	5	5	5	5	5	5	L
72	3	4	5	5	4	5	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
73	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
74	3	4	5	5	4	5	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
75	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
76	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
77	3	3	5	5	4	4	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
78	3	5	5	5	5	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
79	3	4	5	5	4	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
80	3	4	4	5	4	5	5	N
	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	5	5	N

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
81	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
82	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	L
83	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
84	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
85	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	4	4	5	N
86	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
87	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	L
88	30	5	5	5	5	5	4	L
	3	5	5	5	5	5	5	L
89	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	4	5	5	L
90	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	4	5	4	5	5	L

00002001

Tabel C (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling na opkomst					Schade gewas	
		Hanepoot	Monochoria	Cypergras	Bies	Pijlkruid	Water- cypergras	Rijst
91	30	5	5	5	5	5	5	L
Verbinding A	3	5	5	5	4	5	5	L
	30	5	5	5	5	5	5	L
Verbinding B	3	2	4	4	2	3	2	L
	30	3	3	3	2	3	2	N
Verbinding C	3	1	1	1	1	1	1	N
	3	2	4	4	2	3	2	L

Proefvoorbeeld III

Effect op onkruidsoorten op hooggelegen akkers in het voor-opkomststadium

Polyethyleenbakjes met lengte 20, breedte 10 en diepte 5 cm, werden met grond gevuld en gezaaid met haver, hanepoot, lang vingergras, papagaaiekruid, alsem, krulzuring, cypergras (umbrella sedge) en stekelnoot, alle akkeronkruid en de zaden werden bedekt met grond.

De grond werd door sproeien behandeld met elk in een bepaalde concentratie in vloeistof toegediend werkzaam bestanddeel. Na 21 dagen werd het herbicide effect bepaald door vergelijking van de resultaten met die van de onbehandelde bakjes.

Het criterium voor de beoordeling van de herbicide werking was hetzelfde als in proefvoorbeeld I. De verkregen resultaten zijn vermeld in tabel D.

Tabel D

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst						
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaaie- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg noot
1	30	5	5	5	5	5	5	5
2	3	5	4	4	5	5	4	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
3	3	3	4	5	5	5	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5
4	3	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
5	3	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
6	3	3	4	5	5	5	4	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
7	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
8	3	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
9	3	4	4	4	5	4	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
10	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Kruis- zuring	Umbrella sedgje	Stekel- noot
11	30	5	5	5	5	5	5	5	5
12	3	4	4	5	5	5	4	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
13	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
14	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
15	3	4	4	5	5	5	4	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
16	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
17	3	4	4	5	5	5	5	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
18	3	3	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
19	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
20	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedgje	Stekel- noot
21	30	5	5	5	5	5	5	5	5
22	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
23	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
24	3	3	4	5	5	5	4	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
25	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
26	3	4	4	5	5	5	5	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
27	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
28	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
29	3	3	4	5	5	5	4	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
30	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot
31	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	4	5	5
32	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
33	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
34	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5
35	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	4	5	5
36	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5
37	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
38	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	3	4	5	5	5	4	5	5
39	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
40	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot
51	30	5	5	5	5	5	5	5	5
52	3	3	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
53	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
54	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
55	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
56	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
57	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
58	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	4	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
59	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
60	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedgje	Stekel- noot
61	30	5	5	5	5	5	5	5	5
62	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
63	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	4	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
64	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
65	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
66	3	4	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5
67	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5	4
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
68	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
69	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5	5
70	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot
71	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5	5
72	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
73	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5
74	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
75	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
76	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	4
77	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
78	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5	5
79	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	4	5	5
80	30	5	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst						
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg noot
81	30	5	5	5	5	5	5	5
82	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5
83	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
84	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5
85	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	4	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
86	3	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5
87	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
88	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	4	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5
89	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
90	3	4	4	5	5	5	4	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5	5

Tabel D (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Effect van behandeling voor opkomst							
		Wilde haver	Hane- poot	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot
91	30	5	5	5	5	5	5	5	5
Verbinding A	3	5	5	5	5	5	5	5	5
	30	2	4	4	5	5	5	5	4
Verbinding B	3	1	2	3	5	4	3	4	2
	30	2	2	4	5	5	4	5	3
Verbinding C	3	1	1	2	4	3	2	5	1
	3	2	3	3	5	4	3	4	1

Proefvoorbeeld IV

Effect op onkruid op hooggelegen akkers in het na-opkomststadium

Polyethyleenbakken met lengte 20 cm, breedte 10 cm en diepte 5 cm, werden met grond gevuld en respectievelijk met de onderstaande schade-
 5 lijke onkruidsoorten en met soja ingezaaid en de zaden werden met grond bedekt. De gewassen werden tot de hier beneden vermelde bladstadia opgekweekt en vervolgens in een gegeven dosering met elke werkzame stof behandeld.

Na 21 dagen werden het herbicide effect op het onkruid en de mate
 10 van gewasbeschadiging van de soja bepaald door vergelijking van de resultaten met die van de onbehandelde bakken.

	<u>Soort testgewas</u>	<u>Bladstadium</u>
	haver	2
15	lang vingergras	2
	papagaaiekruid	1
	alsem	1
	krulzuring	2
	umbrella sedge	1
20	stekelnoot	1
	soja	eerste 3-bladige stadium

De criteria voor het beoordelen van de herbicide werking en de gewasbeschadiging waren dezelfde als respectievelijk in de proefvoorbeelden I en II. De verkregen resultaten zijn vermeld in tabel E.
 25

Tabel E

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst						Gewas- beschadiging
		Haver	Lang vingergras	Papagaaië- kruid	Alsem Kruul- zuring	Umbrella sedgje	Stekel- noot	
1	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	3	3	5	5	5	4	N
2	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	3	4	5	5	5	5	N
3	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	5	5	5	5	5	N
4	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	3	4	4	5	5	5	N
5	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	3	4	5	5	5	4	N
6	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	5	N
7	30	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	4	N
8	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	4	N
9	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	5	N
10	30	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	4	N

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst					Gewas- beschadiging	
		Haver	Lang vingergras	Papagaaie- kruid	Alsem	Krui- zing	Umbrella sedg	Stekel- noot
11	30	5	5	5	5	5	5	5
								L
	3	4	5	5	5	5	5	5
								N
12	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	4	5	5	5	5	4
								N
13	30	5	5	5	5	5	5	5
								L
	3	4	5	5	5	5	5	5
								N
14	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	4	5	5	5	5	5
								N
15	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	4	5	5	5	5	5
								N
16	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	5	5	5	5	5	5
								N
17	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	4	5	5	5	5	5
								N
18	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	5	5	5	5	5	5
								L
19	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	4	4	5	5	5	5	5
								N
20	30	5	5	5	5	5	5	5
								N
	3	5	5	5	5	5	5	5
								L
								N

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst						Gewas- beschadiging	
		Haver	Lang vingergras	Papagaaië- kruid	Alsem	Kruul- zuring	Umbrella sedje		Stekel- noot
21	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
22	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
23	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
24	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
25	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	5	5	N
26	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	5	5	N
27	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
28	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	3	4	5	5	4	5	5	N
29	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
30	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	5	5	5	5	5	5	5	N

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst				Gewas- beschadiging
		Haver	Lang	Papagaaie- vingergras kruid	Alsem Krul- zuring sedge	Umbrella Stekel- noot
31	30	5	5	5	5	5
32	3	4	4	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
33	3	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
34	3	4	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
35	3	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
36	3	4	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
37	3	4	4	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
38	3	4	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
39	3	4	4	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
40	3	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5
	3	3	4	5	5	5
	30	5	5	5	5	5

Gewas-
beschadiging

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst							Gewas- beschadiging
		Haver	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot	
41	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
42	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
43	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
44	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	5	5	5	N
45	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
46	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	5	5	5	5	5	5	N
47	30	5	5	5	5	5	5	5	N
	3	4	4	5	5	4	5	5	N
48	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	4	5	5	5	5	5	N
49	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	5	5	5	5	5	5	5	N
50	30	5	5	5	5	5	5	5	L
	3	4	4	5	5	5	5	5	N

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst				Gewas- beschadiging	
		Haver	Lang vingergras	Papagaaie- kruid	Alsem Krul- zuring	Umbrella sedgje	Stekel- noot
51	30	5	5	5	5	5	5
52	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
53	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
54	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
55	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
56	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
	3	3	4	5	5	5	5
57	30	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
58	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
59	30	5	5	5	5	5	5
	3	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
60	3	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst					Gewas- beschadiging	
		Haver	Lang vingergras	Papagaai- kruid	Alsem	Kruul- zuring	Umbrella sedg	Stekel- noot
61	30	5	5	5	5	5	5	5
62	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
63	3	4	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
64	3	4	4	5	5	4	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
65	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
66	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
67	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
68	3	4	4	5	5	4	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
69	3	4	4	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
70	3	5	5	5	5	5	5	5
	30	5	5	5	5	5	5	5
	3	4	4	5	5	5	5	5

Tabel E (vervolg)

Verbinding nr.	Hoeveelheid werkzaam bestanddeel, g/are	Herbicide effect van behandeling na opkomst						Gewas- beschadiging
		Haver	Lang vingergras	Papagaaie- kruid	Alsem	Krul- zuring	Umbrella sedg noot	
Verbinding A	91	30	5	5	5	5	5	N
		3	4	5	5	5	5	N
		30	3	5	5	5	5	L
Verbinding B		3	2	3	4	3	3	L
		30	4	2	5	4	5	N
		3	1	1	3	1	1	N
Verbinding C		3	2	3	4	3	2	L

Bereidingsvoorbeeld I

Een bevochtigbare poedersamenstelling werd bereid door mengen en malen van de volgende bestanddelen:

5	Verbinding nr. 1	50 delen
	Mengsel van klei en kiezeloxide (waarin klei de belangrijkste component is)	45 delen
	Polyoxyethyleen-nonylfenylether	5 delen

10 Bereidingsvoorbeeld II

Een korrelvormig preparaat werd bereid door mengen en malen van de volgende bestanddelen, kneden van het mengsel met een geschikte hoeveelheid water en granuleren van het geknede mengsel:

15	Verbinding nr. 7	5 delen
	Mengsel van bentoniet en klei	90 delen
	Calcium-ligninesulfonaat	5 delen

Bereidingsvoorbeeld III

20 Een emulgeerbaar concentraat werd bereid door mengen van de volgende bestanddelen:

	Verbinding nr. 31	50 delen
	Xyleen	40 delen
25	Mengsel van polyoxyethyleen-nonylfenylether en calciumalkylbenzeensulfonaat	10 delen

Conclusies

1. Derivaat van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on dat voldoet aan de algemene formule 1, waarin R een waterstofatoom, een alkalimetaalatoom, een ongesubstitueerd ammonium-ion, een gesubstitueerd quaternair ammonium-ion met tenminste een (C₁-C₄)-alkylgroep als substituent, een ongesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep, een gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep met tenminste een halogeenatoom als substituent, een (C₃-C₆)-cycloalkylgroep, een gesubstitueerde (C₁-C₃)-alkylgroep met een cyaangroep als substituent, een (C₂-C₆)-alkenylgroep, een (C₂-C₆)-alkynylgroep, een (C₂-C₆)-alkoxyalkylgroep, een (C₂-C₈)-alkylthioalkylgroep, een (C₂-C₆)-sulfinylalkylgroep, een (C₂-C₆)-alkylsulfonylalkylgroep, een (C₃-C₈)-alkoxyalkoxyalkylgroep, een (C₂-C₃)-carboxyalkylgroep, een (C₃-C₆)-alkoxycarbonylalkylgroep, een ongesubstitueerde benzylgroep, een gesubstitueerde benzylgroep met tenminste een halogeenatoom en/of (C₁-C₃)-alkylgroep als substituent of een fenethylgroep is; R¹ een met halogeenaatomen gesubstitueerde (C₂-C₅)-alkylgroep is en X een halogeenatoom is.

2. Verbinding volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat R een niet-gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep, een gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep met tenminste een halogeenatoom als substituent, een (C₃-C₆)-cycloalkylgroep, een (C₂-C₆)-alkoxyalkylgroep, een (C₂-C₈)-alkylthioalkylgroep, een benzylgroep of een tenminste met een halogeenatoom en/of (C₁-C₃)-alkylgroep gesubstitueerde benzylgroep is.

3. Verbinding volgens conclusie 2, met het kenmerk, dat R een tenminste met een halogeenatoom gesubstitueerde (C₁-C₆)-alkylgroep is.

4. Verbinding volgens een der conclusies 1-3, met het kenmerk, dat R¹ een met halogeenaatomen gesubstitueerde ethylgroep is.

5. Verbinding volgens een der conclusies 1-4, met het kenmerk, dat X een fluoratoom is.

6. 1-[4-Chloor-2-fluor-5-(1-methoxycarbonylethoxy)fenyl]-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.

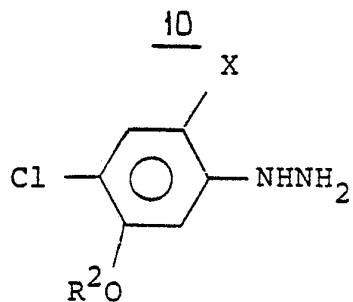
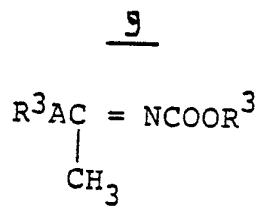
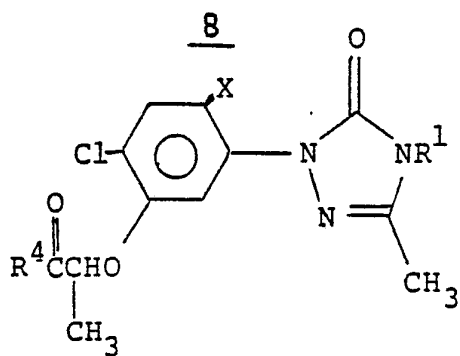
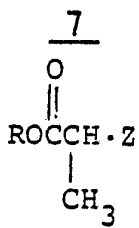
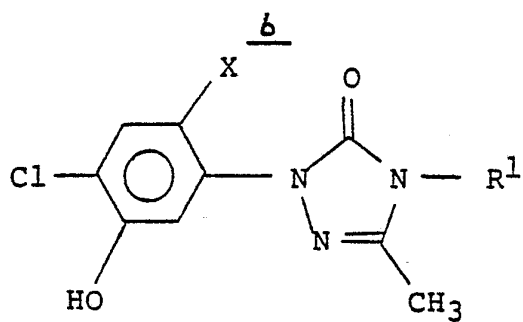
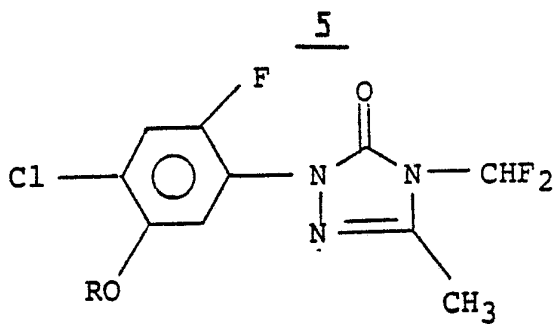
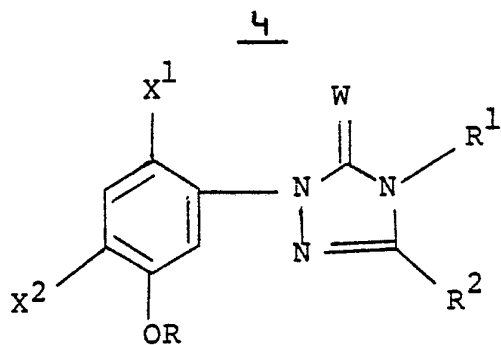
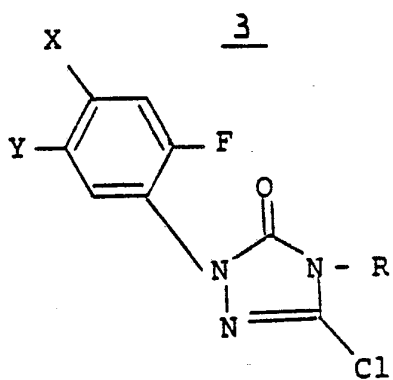
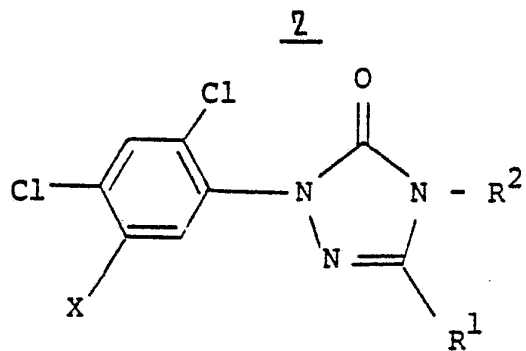
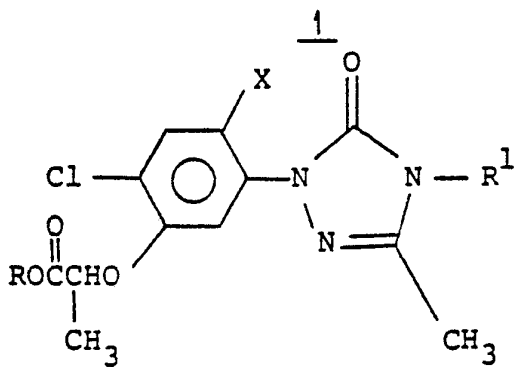
7. 1-{2,4-Dichloor-5-[1-(2-chloorethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.

8. 1-{4-Chloor-5-[1-(2-chloorethoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.

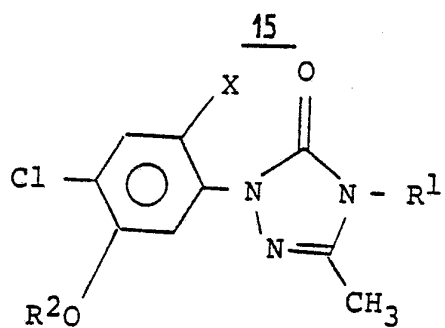
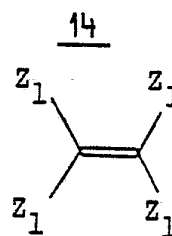
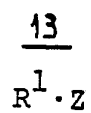
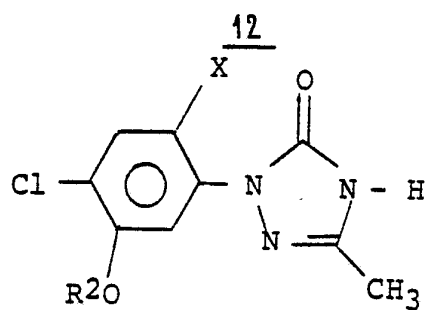
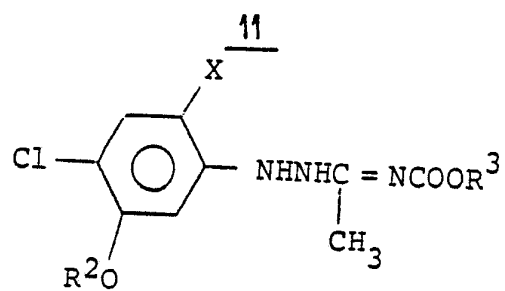
9. 1-{2,4-Dichloor-5-[1-(3-chloorpropoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.

10. 1-{4-Chloor-5-[1-(3-chloorpropoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
11. 1-{4-Chloor-5-[1-(3-chloorpropoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(2,2,2-trifluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
- 5 12. 1-{4-Chloor-5-[1-(4-chloorbutoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
13. 1-{4-Chloor-5-[1-(cyclopentylloxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
14. 1-{4-Chloor-5-[1-(cyclopentylloxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-4-(2-chloor-1,1,2-trifluorethyl)-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
- 10 on.
15. 1-{4-Chloor-2-fluor-5-[1-(2-methoxyethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
16. 1-{4-Chloor-5-[1-(2-ethoxyethoxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
- 15 17. 1-{4-Chloor-2-fluor-5-[1-(2-methylthio-ethoxycarbonyl)ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
18. 1-{4-Chloor-2-fluor-5-[1-(2-(2-methoxyethoxy)ethoxycarbonyl)-ethoxy]fenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
- 20 5-on.
19. 1-{4-Chloor-5-[1-(4-chloorbenzyloxycarbonyl)ethoxy]-2-fluorfenyl}-3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on.
20. Werkwijze voor de bereiding van de derivaten van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men een verbinding met de algemene formule 6, waarin R^1 en X de in conclusie 1 vermelde betekenissen kunnen hebben, laat reageren met een verbinding met de algemene formule 7, waarin R de in conclusie 1 vermelde betekenissen kan hebben en Z een halogeenatoom is.
- 25 ding met de algemene formule 6, waarin R^1 en X de in conclusie 1 vermelde betekenissen kunnen hebben, laat reageren met een verbinding met de algemene formule 7, waarin R de in conclusie 1 vermelde betekenissen kan hebben en Z een halogeenatoom is.
21. Herbicide samenstelling, met het kenmerk, dat deze als werkzaam bestanddeel een doeltreffende hoeveelheid van een der in de conclusies 1-19 vermelde derivaten van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on en een geschikte inerte drager omvat.
- 30 zaam bestanddeel een doeltreffende hoeveelheid van een der in de conclusies 1-19 vermelde derivaten van Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-on en een geschikte inerte drager omvat.
22. Werkwijze ter bestrijding van onkruid, met het kenmerk, dat men daartoe een verbinding volgens een der conclusies 1-19, of een samenstelling volgens conclusie 21 gebruikt.
- 35 menstelling volgens conclusie 21 gebruikt.
23. Werkwijze volgens conclusie 22, met het kenmerk, dat men onkruid in op hoog gelegen land verbouwde gewassen bestrijdt.
24. Werkwijze volgens conclusie 22, met het kenmerk, dat men onkruid in de droge rijstbouw bestrijdt.

+++++



8602601



8602601