



(12) **Øversettelse av
europeisk patentskrift**

(11) **NO/EP 2229814 B1**

NORGE

(19) NO
(51) Int Cl.
A01N 43/56 (2006.01)

Patentstyret

- (21) Oversettelse publisert 2012.09.24
- (80) Dato for Den Europeiske Patentmyndighets publisering av det meddelte patentet 2012.05.16
- (86) Europeisk søknadsnr 10157585.0
- (86) Europeisk innleveringsdag 2008.04.23
- (87) Den europeiske søknadens Publiseringsdato 2010.09.22
- (30) Prioritet 2007.04.25, EP 07008370
- (84) Utpekte stater AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT RO SE SI SK TR
- Utpekte samarbeidende stater AL BA MK RS
- (62) Avdelt fra EP2150113, med inndato 2008.04.23
- (73) Innehaver Syngenta Participations AG, Schwarzwaldallee 215, 4058 Basel, Sveits
- (72) Oppfinner Tobler, Hans, Birsigstrasse 129, 4054, Basel, Sveits
Walter, Harald, Syngenta Crop Protection Munchwilen AG, Schaffhau, 4332, Basel, Sveits
Haas, Ulrich Johannes, Syngenta Crop Protection Munchwilen AG, Schaffhau, 4332, Stein, Sveits
- (74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor AS, Postboks 1570 Vika, 0118 OSLO, Norge
-

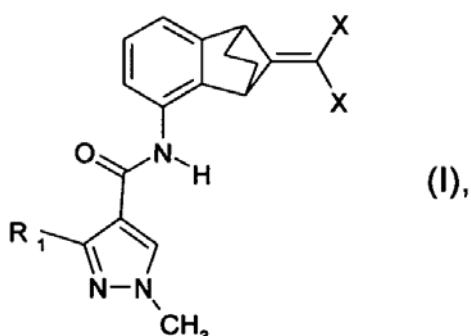
(54) Benevnelse **Fungicide sammensetninger**

(56) Anførte publikasjoner WO-A1-2007/048556

Den foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for bekjempelse av rustsykdommer på soyaplanter.

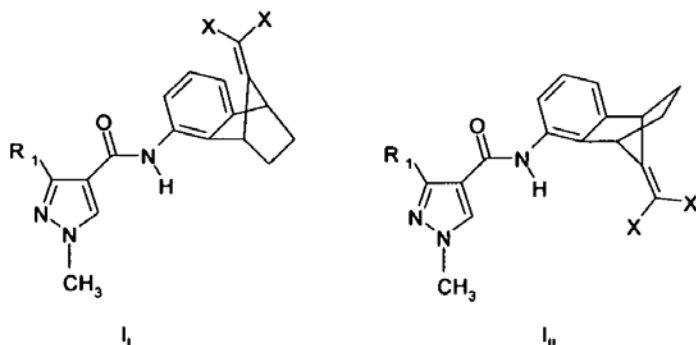
Det er kjent fra WO 04/35589 og WO 06/37632 at visse tricykliske aminderivater og blandinger omfattende nevnte aminderivater har biologisk aktivitet mot fytopatogene sopper. På den andre siden er forskjellige fungicide forbindelser fra forskjellig kjemiske klasse velkjente som plantefungicider for anvendelse i forskjellige avlinger av dyrkede planter. Imidlertid tilfredsstillende avlingstoleranse og aktivitet mot fytopatogene plantesopper ikke alltid behovene innen jordbruk i mange henseender og aspekter. For eksempel var det tidligere, i de viktigste områdene for dyrking av soyabønner ikke kjent noen økonomisk signifikante fytopatogener. I den senere tid har imidlertid en økning i av alvorlige rustsoppinfeksjoner i soyabønner avlinger i Sør-Amerika ved den skadelige soppen *Phakopsora pachyhizi* resultert i betydelige utbyttetap. De fleste vanlige fungicider er uegnede for å kontrollere rustsopp i soyabønner eller deres virkning mot *Phakopsora pachyhizi* er utilfredsstillende.

På grunn av de forannevnte behov innen jordbruket for økt avlingstoleranse og/eller økt aktivitet mot plantepatogene sopper, slik som *Phakopsora pachyrhizi*, foreslås det derfor ifølge den foreliggende oppfinnelse en ny sammensetning egnet for bekjempelse av sykdommer forårsaket av plantepatogener som omfatter en sammensetning egnet for bekjempelse av sykdommer forårsaket av plantepatogener som omfatter (A) en forbindelse med formel (I)



hvor R_1 er difluormetyl eller trifluormetyl og X er klor, fluor eller brom.

Forbindelser av formel I opptrer i to forskjellige stereoisomerer, som beskrives som de enkle enantiomerene av formler I_I og I_{II} :



Oppfinnelsen dekker alle slike stereoisomerer og blandinger derav i ethvert forhold. Ifølge oppfinnelsen betyr ”racemisk forbindelse av formel (I)” en racemisk blanding av forbindelser I_I og I_{II}.

En foretrukket utførelsesform av oppfinnelsen er representert av de sammensetningene som omfatter en forbindelse med formel (I), hvor R₁ er difluormetyl.

Ytterligere foretrukne forbindelser av formel (I) er:

3-difluormetyl-1-metyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-diklormetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.1); 3-difluormetyl-1-metyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-difluormetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.2); og 3-difluormetyl-1-metyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-dibrommetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.3).

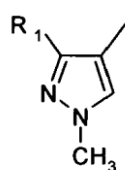
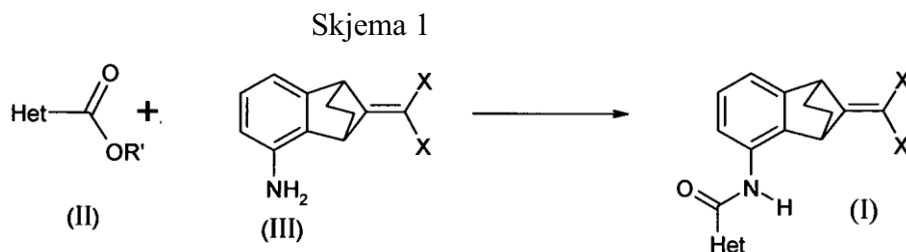
Angivelsen av substituent X som klor, fluor eller brom betyr at begge substituenten X har samme betydning.

En foretrukket utførelsesform av oppfinnelsen er representert ved de forbindelsene som omfatter som komponent A) en forbindelse av formel (I), hvori R₁ er trifluormetyl.

Ytterligere foretrukne forbindelser av formel (I) er:

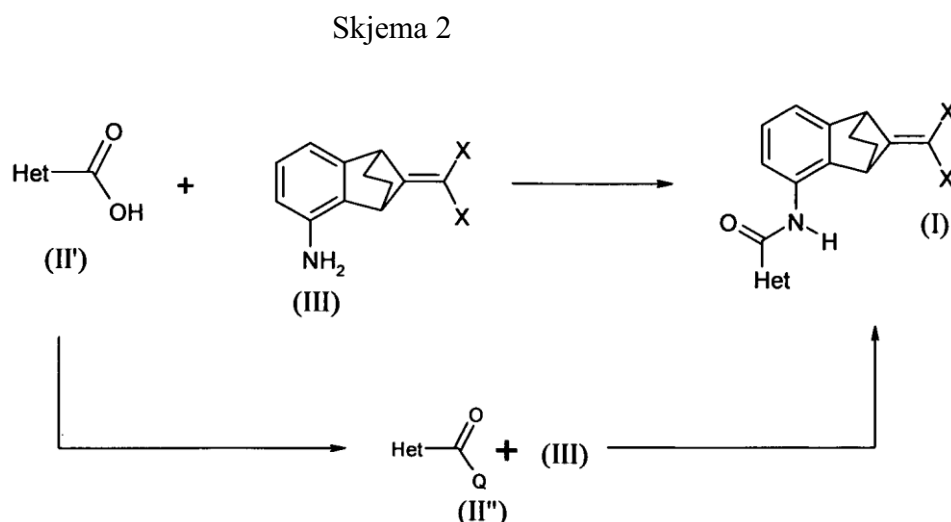
1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-diklormetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.4);
 1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-difluormetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.5); og
 1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-4- karboksylsyre(9-dibrommetyliden-benzonorboren-5-yl)amid (forbindelse A-1.6).

Forbindelsene av formel (I) kan fremstilles som beskrevet nedenfor med henvisning til reaksjonsskjemaer 1 til 3.



Het er:

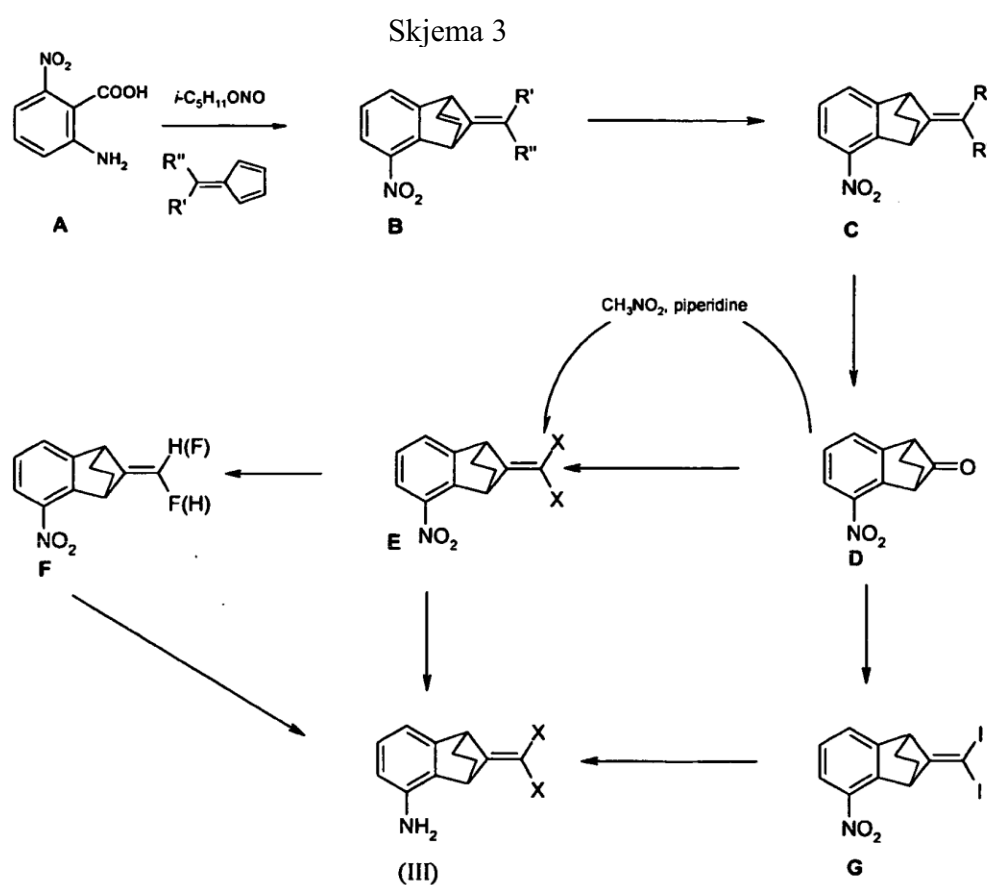
Som vist i skjema 1, kan en forbindelse med formel (I), hvor R₁ og X er som definert ovenfor, syntetiseres ved å omsette en forbindelse med formel (II), hvor R₁ er som definert ovenfor og R' er C₁₋₅ alkyl, med et anilin av formel (III), hvor X er som definert ovenfor, i nærvær av NaN(TMS)₂ ved -10°C til omgivelsestemperatur, fortrinnsvis i tørr THF, som beskrevet av *J. Wang et al. Synlett, 2001, 1485*.



Alternativt, som vist i skjema 2, kan en forbindelse av formel (I), hvor Het er som definert i skjema 1, R₁ og X er som definert ovenfor, fremstilles ved å omsette en forbindelse av formel (II'), hvor Het er som definert ovenfor, med anilin av formel (III), hvor X er som definert ovenfor i nærvær av et aktiverende middel, så som BOC-Cl (bis-(2-okso-3-oksazolidinyl)forfinsyre), og to ekvivalenter av base, så som trietylamin, i et

oppløsningsmiddel, så som diklormetan (som beskrevet for eksempel av J. Cabre et al, *Synthesis* **1984**, 413) eller ved å omsette en forbindelse av formel (II'), hvor Het er som definert ovenfor og Q er klor, fluor eller brom, med et anilin av formel (III), hvor X er som definert ovenfor, i nærvær av en ekvivalent av en base, så som trietylamin eller natrium – eller kaliumkarbonat eller –bikarbonat, i et oppløsningmiddel, så som diklormetan, etylacetat eller N,N-dimetylformamid, fortrinnsvis ved -10 til 30°C. Forbindelsen av formel (II'') oppnås fra en forbindelse av formel (II') ved behandling med et halogenerende middel, så som tionylklorid, tionylbromid, oksalyklorid, fosgen, SF₄/HF, DAST ((dietylamino)svoveltrifluorid) i et oppløsningsmiddel, så som toluen, diklormetan eller acetonitril.

Forbindelsene (II) og (II') er generelt kjente forbindelser og kan fremstilles som beskrevet i den kjemiske litteraturen eller oppnås fra kommersielle kilder. Forbindelsen (III) er en ny forbindelse og kan fremstilles som beskrevet under henvisning til skjema 3.



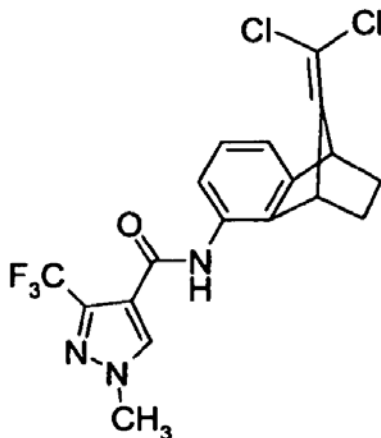
Som vist i skjema 3 kan forbindelsen med formel (III) fremstilles ved en *Bechamp* reduksjon eller ved andre etablerte fremgangsmåter, for eksempel ved selektiv katalytisk hydrogenering av nitroforbindelsene (E), (F) og (G).

9-dihalogenmetyliden-5-nitro-benzonorbornene (E) hvor X er klor, brom eller fluor kan oppnås ved *Wittig* olefinering av ketonene (D) med in situ generert dihalogenmetyliden fosforaner $R'''_3P=C(R^4)R^5$, hvor R''' er trifenyl, tri C_{1-4} alkyl eller tridimetylamin og X er halogen, i henhold til, eller analogt, fremgangsmåten beskrevet av H.D.Martin et al, *Chem. Ber.* 118, 2514 (1985), S. Hayashi et al, *Chem. Lett.* 1979, 983 eller M. Suda, *Tetrahedron Letters*, 22, 1421 (1981).

Forbindelser av formel (I) kan oppnås som beskrevet i eksempler H1 til H7.

EKSEMPEL 1

Dette eksempelet illustrerer fremstillingen av 1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-4-karboksylsyre(9-diklormetyliden-benzonorbornen-5-yl)amid (forbindelse A-1.4):

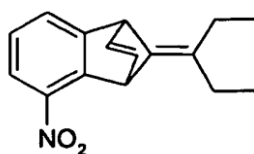


9-diklormetylen-5-amino-benzonorbornen (175 mg, 0.729mmol, fremstilt som beskrevet i eksempel 6) i diklormetan (10ml) ble omsatt med 1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-karboksylsyre (170mg, 0,874mmol, 1,2 ekv.) i nærvær av bis-(2-okso-3-oksazolidinyl)-fosfinsyreklorid (278mg, 1,09 mmol, 1,5 ekv.) og trietylamin (184mg, 1,821mmol, 2,5 ekv.) ved omgivelsestemperatur under omrøring i 23 timer. Reaksjonsblandingen ble ekstrahert med mettet natriumbikarbonatopløsning og mettet saltvannsopløsning, tørket over Na_2SO_4 og renset på silikagel i etylacetat-hexan (1:1). Det ble oppnådd 210 mg (69% av teoretisk) av 1-metyl-3-trifluormetyl-1H-pyrazol-4-

karboksylsyre(9-diklormetyliden-benzonorbornen-5-yl)amid (forbindelse A-1.4, smp. 179-181°C).

EKSEMPEL 2

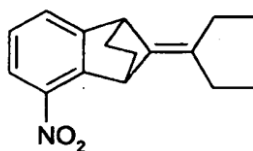
Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-(3-pentyliden)-5-nitro-benzonorbornadien:



Til en godt omrørt oppløsning av isopentylnitritt (2,31 ml, 1,3 ekv.) i dimetoksyetan (50 ml) ved 58°C ble en blanding av 6-nitroantranilsyre (2,76 g, 1 ekv.) og 6,6-dietylfulven (6,45 g av 79% renhet, 2,5 ekv.) oppløst i 25 ml dimetoksyetan tilsatt dråpevis i løpet av 8 minutter mens temperaturen steg til 67°C. Etter 30 minutter ble den mørke reaksjonsblandingen inndampet og renses på silikagel i heksan-etylacetat-(20:1) for å gi 3,02 g (78%) av det ønskede produktet som en olje som størknet ved romtemperatur (smp. 60 - 61°C).

EKSEMPEL 3

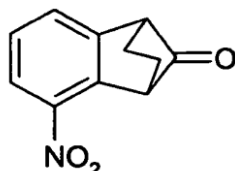
Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-(3-pentyliden)-5-nitro-benzonorbornen:



9-(3-pentyliden)-5-nitro-benzonorbornadien (7,97 g fremstilt som beskrevet i Eksempel 2) i THF (70 ml) ble hydrogenert ved 20°C i nærvær av Rh(PPh₃)₃Cl (Wilkinson's katalysator: 0,8 g). Reaksjonen opphørte etter opptak av en ekvivalent hydrogen. Inndampning og filtrering av råproduktet på silikagel i etylacetat-heksan-(100:2) ga det ønskede produktet som en olje (7,90 g) som størknet ved henstand ved romtemperatur (smp. 69 - 56°C).

EKSEMPEL 4

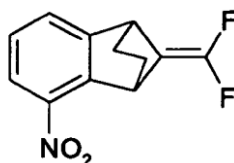
Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-okso-5-nitro-benzonorbornen



9-(3-pentyliden)-5-nitro-benzonorbornen (7,0 g, 27,2 mmol fremstilt som beskrevet i Eksempel 3) oppløst i diklormetan (300 ml) og metanol (5 ml) ble ozonbehandlet (2,8 l O₂/min., 100 Watt, tilsvarende 9,7 g O₃/h) ved -70°C inntil en vedvarende blåfarge ble observert (etter ca. 15 minutter). Reaksjonsblandingen ble spylt med nitrogengass. Trifenylfosfin (8,4 g, 32,03 mmol, 1,18 ekv.) ble tilsatt og temperaturen ble tillatt å oppvarmes til 20 – 25°C. Etter avdampning av oppløsningsmidlet ble resten rensset på silikagel i heksan-EtOAc 3:1 for å gi 5,2 g av forbindelse 36.01 (smp. 112 - 114°C).

EKSEMPEL 5

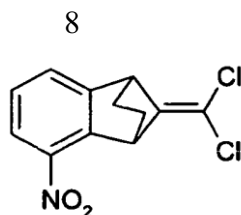
Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-difluormetyliden-5-nitro-benzonorbornen



Til en oppløsning av dibromdifluormetan (6,30 g, 30 mmol) ved 0°C i THF (50 ml) ble det tilsatt tris-(dimetyl-amino)-fosfan (10,1 g ved 97%, ekvivalent med 11,2 ml, 60 mmol) i THF (30 ml) i løpet av 20 minutter. Til den resulterende suspensjonen ble det, etter omrøring i 1 time ved romtemperatur, dråpevis tilsatt en oppløsning av 9-okso-5-nitro-benzonorbornen (6,10 g, 30 mmol; fremstilt som beskrevet i Eksempel 4) i THF (20 ml) i løpet av 25 minutter, etterfulgt av omrøring i 21 timer. Suspensjonen ble hellt på is-vann og ekstrahert med etylacetat. Rensing på silikagel i etylacetat-heksan (1:4) ga 4,675 g 9-difluormetyliden-5-nitro-benzonorbornen (smp. 99 - 101°C).

EKSEMPEL 6

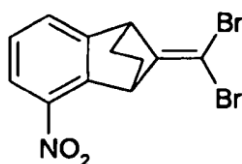
Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-diklormetyliden-5-nitro-benzonorbornen



Tørr karbontetraklorid (5,9 g, 33 mmol) ble omsatt med trifenylfosfin (14,46, 55.1 mmol) i diklormetan (30 ml) ved romtemperatur i 1 time. 9-okso-5-nitrobenzonorboren (5,60 g, 27,56 mmol; fremstilt som beskrevet i Eksempel 4) i diklormetan (10 ml) ble tilsatt dråpevis og omrørt i 20 timer ved romtemperatur. Etter vandig opparbeidelse (is-vann) og ekstraksjon med diklormetan ble råproduktet renset på silikagel i etylacetat-heksan-(1:4) for å oppnå det ønskede 9-diklormetylidene-5-nitrobenzonorboren (1,83 g; smp. 136 - 137°C). Noe utgangsmateriale (4,06 g) ble gjenvunnet.

EKSEMPEL 7

Dette eksemplet illustrerer fremstillingen av 9-dibrommetylidene-5-nitrobenzonorboren



Karbontetrabromid (4,66 g ved 98%, 13,8 mmol) ble omsatt under omrøring med trifenylfosfin (7,23 g, 27,6 mmol) i diklormetan (50 ml) i 50 minutter ved romtemperatur. 9-okso-5-nitro-benzonorbornen (2,8 g, 13,8 mmol; fremstilt som beskrevet i Eksempel 4) i diklormetan (10 ml) ble tilsatt dråpevis og omrørt over natten ved romtemperatur. Vandig opparbeidelse (is-vann) og ekstraksjon med diklormetan etterfulgt av kolonnekromatografi (etylacetat-heksan-(1:9) av råproduktet ga det ønskede produktet 9-dibrommetylidene-5-nitro-benzonorbornen (2,1 g, smp. 153-155°C).

Tabell 1

Tabell 1 viser smeltepunkt og NMR-data, alle med CDCl_3 som oppløsningsmiddel, med mindre annet er angitt, for forbindelser av formel (I). I tabellen er temperaturer gitt i grader Celsius, "NMR" betyr kjernemagnetisk resonansspektrum og følgende forkortelser anvendes:

Smp = smeltepunkt

s = singlett

d = dublett

t = triplett

m = multipllett

THF = tetrahydrofuran

b.p. = kokepunkt

br = bred

dd = dobbeldubletter

k = kvartett

ppm = deler pr. million

Forbindelse	Smp. (°C)	$^1\text{H-NMR}$ protonskift δ (ppm) (CDCl_3)
A-1.1	179 – 181	8,06 (s,1H), 7,69 (d overlappet ved brd signal, utbyttbart med D_2O), 7,18 (5, 1H), 7,06 (d, 1H), 4,00 (s, 3H), 3,96 (m, 2H), 2,12 (m, 2H), 1,51 (m, 1H), 1,39 (m, 1H)
A-1.2	137 – 143	8,06 (s, 1H), 7,68 (brd, utbyttbart med D_2O , 1H), 7,67 (d, 1H), 7,14 (d, 1H), 4,00 (s, 3H), 3,94 (m, 2H), 2,06 (m, 2H), 1,48 (m, 1H), 1,36 (m, 1H)
A-1.3	198 – 200	8,06 (s, 1H), 7,71 (d, 1H), 7,68 (brd, utbyttbart med D_2O , 1H), 7,18 (t, 1H), 7,05 (d, 1H), 4,00 (s, 3H), 3,95 (m, 1H), 3,93 (m, 1H), 2,12 (m, 2H), 1,50 (m, 1H), 1,38 (m, 1H)
A-1.4	183 – 188	7,78 (d, 1H), 7,70 (brd, utbyttbart med D_2O , 1H), 7,39 (brd s, 1H), 7,16 (t, 1H), 7,01 (d overlappet fra brd s, 2H), 4,00 (m, 1H), 3,94 (m, 1H), 3,72 (s, 3H), 2,10 (m, 2H), 1,51 (m, 1H), 1,38 (m, 1H)
A-1.5	133 – 135	7,76 (d, 1H), 7,70 (brd, utbyttbart med D_2O , 1H), 7,39 (brd s, 1H), 7,13 (t, 1H), 7,01 (brd s 1H), 7,00 (d, 1H), 3,98 (m, 1H), 3,93 (m, 1H), 3,72 (s, 3H), 2,04 (m, 2H), 1,49 (m, 1H), 1,36 (m, 1H)
A-1.6	155 – 158	7,79 (d, 1H), 7,70 (brd, utbyttbart med D_2O , 1H), 7,39 (brd s, 1H), 7,17 (t, 1H), 7,02 (d,

		1H), 7,01 (brd s, 1H), 3,98 (m, 1H), 3,91 (m, 1H), 3,72 (s, 3H), 2,11 (m, 2H), 1,50 (m, 1H), 1,39 (m, 1H).
--	--	--

Betegnelsen ”lokasjon” for en nytteplante som er anvendt heri, er ment å omfatte steder hvor nytteplantene gror, hvor planteformeringsmateriale sås og hvor planteformeringsmaterialene av nytteplantene vil bli plassert i jorden. Et eksempel på en slik lokasjon er et felt hvor avlingsplanter gror.

Betegnelsen ”planteformeringsmateriale” er underforstått å angi generative deler av planten, så som frø, som siden kan anvendes for formering, og vegetativt materiale, så som avkutt eller knoller, for eksempel poteter. Det kan nevnes for eksempel frø (i streng forstand), røtter, frukter, rotknoller, jordstengler og deler av planter. Spirende planter og unge planter som skal forflyttes etter spiring eller etter gjennombrudd fra jorden, kan også nevnes. Disse unge plantene kan beskyttes før forflytning ved en total eller delvis behandling ved neddykking. Fortrinnsvis skal ”planteformeringsmaterialet” forstås å betegne frø.

Sammensetningene ifølge oppfinnelsen kan påføres de plantepatogene mikroorganismer, nytteplantene, voksestedet til disse, eller formeringsmateriale til disse. Sammensetningene ifølge oppfinnelsen kan påføres før eller etter infeksjon på nytteplantene, formeringsmateriale av disse av mikroorganismene.

Når sammensetningene ifølge oppfinnelsen brukes til å behandle frø, er rater på 0,001 til 50 g for en forbindelse med formel (I) per kg frø, fortrinnsvis fra 0,01 til 10 g per kg frø, generelt tilstrekkelig.

Generelt sett inkluderer formuleringene fra 0,01 til 90 vekt-% av aktivt stoff, fra 0 til 20% jordbruksmessige akseptabelt overflateaktivt stoff og 10 til 99,99% av fast eller flytende inerte formuleringstoffer og adjuvant(er), hvor det aktive stoffet består av minst en forbindelse med formel (I), og eventuelt andre aktive stoffer, særlig mikrobiocider eller konserveringsmidler eller lignende. Konsentrerte former av sammensetninger inneholder generelt mellom ca. 2 og 80%, fortrinnsvis mellom ca. 5 og 70 vekt-% av aktivt stoff.

Mengden av sammensetningen ifølge oppfinnelsen som skal påføres vil avhenge av forskjellige faktorer, så som de anvendte forbindelsene; gjenstanden for behandlingen,

så som for eksempel planter, jord eller frø; typen behandling, så som for eksempel spraying, støving eller frøbelegging; formålet med behandlingen, så som for eksempel profylaktisk eller terapeutisk; type sopp som skal kontrolleres og påføringstidspunktet.

Sammensetningen ifølge oppfinnelsen kan anvendes i en hvilken som helst konvensjonell form, for eksempel i form av en dobbeltpakke, et pulver for tørr frøbehandling (DS), en emulsjon for frøbehandling (ES), et flytbart konsentrat for frøbehandling (FS), en oppløsning for frøbehandling (LS), et vandig dispergerbart pulver for frøbehandling (WS), en kapselsuspensjon for frøbehandling (CF), en gel for frøbehandling (GF), et emulsjonskonsentrat (EC), et suspensjonskonsentrat (SC), en suspo-emulsjon (SE), en kapselsuspensjon (CS), et vanndispergerbart korn (WG), et emulgerbart korn (EG), en emulsjon, vann-i-olje (EO), en emulsjon, olje-i-vann (EW), en mikroemulsjon (ME), en oljedispersjon (OD), et oljeblandbart flytbart (OF), et oljeblandbart flytende (OL), et oppløselig konsentrat (SL), en ultralav volumsuspensjon (SU), en ultralav volumvæske (UL), et teknisk konsentrat (TK), et dispergerbart konsentrat (DC), et fuktbart pulver (WP) eller en hvilken som helst teknisk tenkelig formulering i kombinasjon med adjuvanter som er akseptable innen jordbruk.

Slike sammensetninger kan fremstilles på konvensjonell måte, for eksempel ved å blande de aktive bestanddelene med minst en egnet inert formuleringsadjuvant (for eksempel fortynningsmidler, oppløsningsmidler, fyllstoffer og eventuelt andre formuleringsbestanddeler så som surfaktanter, biocider, anti-frysetilsetninger, klebriggjørende midler, fortykningsmidler og forbindelser som tilveiebringer adjuvanseffekter). Også konvensjonelle formuleringer med langsom frigivelse kan anvendes der hvor langvarig virkningseffekt er ønsket. Spesielt kan formuleringer som skal påføres i sprayformer, så som vandig dispergerbare konsentrater (for eksempel EC, SC, DC, OD, SE, EW, EO og lignende), fuktbare pulvere og granuler, inneholde surfaktanter så som fuktende og dispergerende midler og andre forbindelser som tilveiebringer adjuvanseffekter, for eksempel kondensasjonsproduktet av formaldehyd med naftalensulfonat, et alkylarylsulfonat, et ligninsulfonat, et fettalkylsulfat og etoksyliert alkylfenol og et oksyliert fettalkohol.

Sammensetningene ifølge oppfinnelsen kan også omfatte ytterligere pesticider, så som for eksempel fungicider, insekticider eller herbicider.

En frøbeisingsformulering påføres på kjent måte på frøene ved anvendelse av sammensetningene ifølge oppfinnelsen og et fortynningsmiddel i egnet

frøbeisingsformuleringsform, for eksempel som en vandig suspensjon eller i en tørr pulverform som har godt vedheng til frøene. Slike frøbeisingsformuleringer er kjente innen teknikken. Frøbeisingsformuleringer kan inneholde enkle aktive bestanddeler eller kombinasjonene av aktive bestanddeler i innkapslet form, for eksempel som kapsler eller mikrokapsler med langsom frigivelse.

Generelt sett inkluderer formuleringene fra 0,01 til 90 vekt-% av aktivt stoff, fra 0 til 20% jordbruksmessige akseptabelt overflateaktivt stoff og 10 til 99,99% av fast eller flytende inerte formuleringsstoffer og adjuvant(er), hvor det aktive stoffet består av minst en forbindelse med formel (I), og eventuelt andre aktive stoffer, særlig mikrobiocider eller konserveringsmidler eller lignende. Konsentrerte former av sammensetninger inneholder generelt mellom ca. 2 og 80%, fortrinnsvis mellom ca. 5 og 70 vekt-% av aktivt stoff. Påføringsformer av formulering kan for eksempel inneholde fra 0,01 til 20 vekt-%, fortrinnsvis fra 0,01 til 5 vekt-% aktivt middel. Mens kommersielle produkter fortrinnsvis vil bli formulert som konsentrater, vil sluttbruker normalt anvende fortynnede formuleringer.

Det er overraskende blitt funnet at forbindelser med formel (I)

hvor R_1 er difluormetyl eller trifluormetyl og X er klor, fluor eller brom; har god aktivitet mot rustsykdommer på soyaplante, slik som sykdommer forårsaket av *Phakopsora pachyrhizi* og/eller *Phakopsora meibomiaae*.

Følgelig er et aspekt av den foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for å kontrollere rust sykdommer på soyaplantar som omfatter å påføre soyaplantene, deres voksested eller deres formeringsmateriale, en sammensetning som omfatter en forbindelse med formel (I).

Foretrukket er en fremgangsmåte som omfatter å påføre soyaplantene eller deres voksested en sammensetning som omfatter en forbindelse med formel (I), fortrinnsvis på soyaplantene.

Ytterligere foretrukket er en fremgangsmåte som omfatter å påføre soyaplantenes formeringsmateriale en sammensetning som omfatter en forbindelser med formel (I)

Fremgangsmåter ifølge oppfinnelsen tillater også god kontroll over andre skadelige sopper som ofte er funnet på soyaplantar. De mest viktige soppsykdommene i

soyabønner er *Phakopsora pachyrhizi*, *Microsphaera diffusa*, *Cercospora kikuchi*, *Cercospora soja*, *Septoria glycines* og *Colletotrichum truncatum*, hvorav visse omfatter det såkalte ”sensesong sykdomskomplekset” og videre *Rhizoctoria solani*, *Corynespora cassilicola*, *Sclerotinia sclerotiorum* og *Sclerosium rolfsii*.

Ytterligere kjennetegn på sammensetninger som omfatter forbindelser med formel (I), deres påføringsmetoder til soyabønner og deres bruks rater er som beskrevet for sammensetninger omfattende forbindelser av formel (I) som beskrevet ovenfor. Påføring kan være både før og etter infeksjon av soyabønneplantene eller delene derav med soppen. Behandlingen utføres fortrinnsvis før infeksjonen. Når en forbindelse av formel (I) benyttes for seg selv, er påføringsratene i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen som beskrevet ovenfor, for eksempel er typiske rater på 5 til 2000 g a.i./ha, spesielt 10 til 1000 g a.i./ha, for eksempel 50, 75, 100 eller 200 g a.i./ha. Forbindelser av formel (I) kan påføres på soyabønneplantene en gang eller mer enn en gang under en vekstsesong. For anvendelse i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan forbindelsene av formel (I) omdannes til de vanlige formuleringene beskrevet ovenfor, for eksempel oppløsninger, emulsjoner, suspensjoner, støvblandinger, pulvere, pastaer og granuler. Anvendelsesformen vil avhenge av det spesielle ønskede formålet; i hvert tilfelle bør det sikres en fin og jevn fordeling av forbindelsen av formel (I).

Uttrykket ”soyaplante” inkluderer enhver soyaplante og enhver varietet, herunder transgene planter. Betegnelsen ”soyabønneplante” omfatter spesielt glyfosat tolererbare soyabønneplanter.

Med ”glyfosat tolererbare” menes at plantene for anvendelse i fremgangsmåten er resistente overfor glyfosatpåføring eller tolerante overfor glyfosat. Glyfosattolerante planter er gjort tolerante overfor glyfosat ved konvensjonell foredling eller har vært utsatt for en transgen hendelse som tilveiebringer glyfosat resistens. Noen eksempler på slike foretrukne transgene planter som har transgene hendelser som gir glyfosat resistens er beskrevet i US patent nr. 5.914.451; 5.866.775; 5.804.425; 5.776.760; 5.633.435; 5.627.061; 5.463.175; 5.312.910; 5.310.667; 5.188.642; 5.145.783; 4.971.908 og 4.940.835. Anvendelsen av ”oppnopede” transgene hendelser i plantene er også overveid. Oppnopede transgene hendelser innbefatter ytterligere herbicid-resistente trekk, så som resistens overfor HPPD-inhibitorer, sulfonylureaer, glufosinat og bromoksynil er meget anvendt og er beskrevet i lett tilgjengelige ressurser. De oppnopede transgene hendelsene kan også være rettet mot andre pesticid-resistente trekk, så som insekticid, nematicid, fungicid, også videre resistens, som kan oppnås ved

konvensjonell dyrking eller ved å innføre en transgen hendelse. Linjer av transgene glyfosattolererbare avlingsplanter som er overveiende for anvendelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, omfatter for eksempel Roundup Ready®Soybean 40-3-2.

En ”transgen plante” refererer til en plante som inneholder genetisk materiale som ikke finnes (dvs. ”eksogen”) i en villtype-plante av samme species, sort eller kultivar. Det genetiske materialet kan omfatte et transgen, en innskuddsmutagenese-hendelse (så som ved transposon eller T-DNA-innskuddsmutagenese), en aktiveringsmerkesekvens, en mutert sekvens, en homolog rekombinant hendelse eller en sekvens modifisert ved chimeroplasti. Typisk er det fremmede genetiske materialet innført i planten ved menneskelig manipulering, men en hvilken som helst fremgangsmåte kan anvendes som fagmannen vil kjenne til. En transgen plante kan inneholde en ekspresjonsvektor eller kasset. Ekspresjonskassetten omfatter typisk en polypeptidkodende sekvens som er operabelt forbundet (dvs. er under regulatorisk kontroll av) egnede induserbare eller konstitutive regulatoriske sekvenser som tillater ekspresjonen av polypeptidet. Ekspresjonskassetten kan innføres i en plante ved transformasjon eller ved foredling etter transformasjon av en morplante. Som beskrevet tidligere, refererer en plante til en hel plante, innbefattende kimplanter og modne planter, så vel som en plantedel, så som frø, frukt, blad eller rot, plantevev, plantecelle eller et hvilket som helst annet plantemateriale, for eksempel et planteeksplantat, så vel som avkommet derav, og in vitro systemer som etterligner de kjemiske eller cellulære komponenter eller prosesser i en celle.

Eksemplene som følger tjener til å illustrere oppfinnelsen, ”aktiv bestanddel” betegner en forbindelse av formel (I)

Formuleringseksempler

<u>Fuktbare pulvere</u>	a)	b)
Aktiv bestanddel	25%	75%
Natriumlignosulfonat	5%	-
Natriumlaurylsulfat	3%	5%
Natriumdiisobutylnaftalensulfonat (7-8 mol etylenoksid)	-	10%
Høydispergert kiselsyre	5%	10%
Kaolin	62%	-

Den aktive bestanddelen blandes grundig med de andre formuleringskomponentene og blandingen males omhyggelig i en egnet mølle, idet det oppnås fuktbare pulvere som kan fortynnes med vann for å gi suspensjoner av den ønskede konsentrasjonen.

<u>Pulvere for tørrfrøbehandling</u>	a)	b)
Aktiv bestanddel	25%	75%
Lett mineralolje	5%	5%
Høydispergert kiselsyre	5%	-
Kaolin	85%	-
Talk	-	20

Den aktive bestanddelen blandes grundig med de andre formuleringskomponentene og blandingen males omhyggelig i en egnet mølle, idet det oppnås pulvere som kan anvendes direkte for frøbehandling.

Emulgerbart konsentrat

Aktiv bestanddel	10%
Oktylfenolpolyetylen glykoleter (4 – 5 mol etylenoksid)	3%
Kalsiumdodecylbensensulfonat	3%
Ricinusolje polyglykoleter (35 mol etylenoksid)	4%
Cykloheksanan	30%
Xylenblanding	50%

Emulsjoner av den påkrevde fortynning, som kan anvendes ved plantebeskyttelse, kan oppnås fra dette konsentratet ved fortynningen av vann.

<u>Forstøvbare pulvere</u>	a)	b)
Aktiv bestanddel	5%	6%
Talkum	95%	-
Kaolin	-	94%

Støvblandinger ferdig for bruk oppnås ved å blande den aktive bestanddelen med bærerene og male blandingen i en egnet mølle. Slike pulvere kan også anvendes for tørr belegging for korn.

<u>Ekstruderte granuler</u>	<u>% vekt/vekt</u>
Aktiv bestanddel	15%

16

Natriumlignosulfonat	2%
Natriumalkylnaftalensulfonat	1%
Kaolin	82%

Den aktive bestanddelen blandes og males med de andre formuleringskomponentene, og blandingen fuktes med vann. Blandingene ekstruderes og tørkes deretter i en luftstrøm.

Suspensjonskonsentrat

Aktiv bestanddel	40%
Propylenglykol	10%
Nonylfenol polyetylen glykoleter (15 mol etylenoksid)	6%
Natriumlignosulfonat	10%
Karboksymetylcellulose	1%
Silikonolje (i form av en 75% emulsjon i vann)	1%
Vann	32%

Den finmalte aktive bestanddelen blandes omhyggelig med de andre formuleringskomponentene, idet det oppnås et suspensjonskonsentrat som kan fortynnes i vann ved en hvilken som helst ønsket rate. Ved anvendelse av slike fortynninger kan levende planter så vel som planteforneringsmateriale behandles og beskyttes mot angrep av mikroorganismer ved spraying, helling eller neddykking.

Flytbart konsentrat for frøbehandling

Aktiv bestanddel	40%
Propylenglykol	5%
Kopolymer butanol PO/EO	2%
Tristyrenfenoletoksylyat (med 10 – 20 mol EO)	2%
1,2-benzisotiazolin-3-on	0,5%
Monoazo-pigment kalsiumsalt	5%
Silikonolje (i form av en 75% emulsjon i vann)	0,2%
Vann	45,3%

Den finmalte aktive bestanddelen blandes omhyggelig med de andre formuleringskomponentene, idet det oppnås et suspensjonskonsentrat som kan fortynnes ytterligere i vann for påføring på frø. Ved anvendelse av slike fortynninger kan forneringsmaterialet behandles og beskyttes mot angrep av mikroorganismer ved spraying, helling eller neddykking.

Biologiske eksemplerEksempel B-1: Virkning mot asiatisk soyaplanterust (Phakopsora pachyrhizi) -

Bladskivetest

Hele soyaplanter (varietet merke Williams82) behandles med de omtalte aktive bestanddelene 4 uker etter planting. 1 dag etter sprøyting kuttes bladskiver fra det første 3-bladstadiet bladet. Fem paralleller på hver rate gjennomføres.

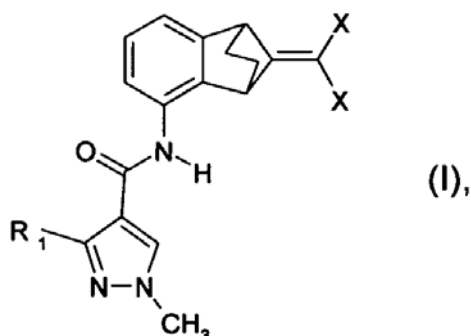
Bladskivene inokuleres med Phakopsora pachyrhizi (asiatisk soyaplanterust) en dag etter behandling. Evaluering av bladskiven gjennomføres fjorten dager etter inokulering og gjennomsnittlig prosent angrep av de fem parallellene beregnes. Standard EC100 formuleringer benyttes. Ratene for de aktive bestanddelene som brukes er gitt i tabell B1 som g aktive bestanddel (a.i.) / ha ..

Tabell B1: Virkning mot asiatisk soyaplanterust % Kontroll av Phakopsora pachyrhizi

P a t e n t k r a v

1.

En fremgangsmåte for bekjempelse av rustsykdommer på soyaplanter som omfatter å påføre nytteplantene, deres voksested eller deres formeringsmateriale en sammensetning som omfatter en forbindelse av formel (I)



hvor R_1 er difluormetyl eller trifluormetyl og X er klor, fluor eller brom

.

2.

En fremgangsmåte ifølge krav 1 hvor den plantepatogene rusten er *Phakopsora pachyrhizi*.

3.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, hvor komponent (A) er en forbindelse av formel (I), hvor R_1 er difluormetyl.

4.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, hvor komponent (A) er en forbindelse av formel (I), hvori R_1 er difluormetyl og X er klor.

5.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, hvor komponent (A) er en forbindelse av formel (I), hvori R_1 er difluormetyl og X er fluor.

6.

Sammensetning ifølge krav 1, hvor komponent (A) er en forbindelse av formel (I), hvori R_1 er difluormetyl og X er brom.