



(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 148024 B

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENEN

(21) Patentansøgning nr.: 2873/79

(22) Indleveringsdag: 09 jul 1979

(41) Alm. tilgængelig: 11 jan 1980

(44) Fremlagt: 04 feb 1985

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 10 jul 1978 US 922900

(51) Int.Cl.⁴: C 07 F 9/40
A 01 N 57/18

(71) Ansøger: *MONSANTO COMPANY; Missouri 63166, US.

(72) Opfinder: John Edward *Franz; US, Robert John *Kaufman; US.

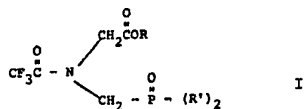
(74) Fuldmægtig: Patentbureauet Hofman-Bang & Boutard

(54) N-trifluoracetyl-N-phosphonomethyl-glycinderivater, herbicid blanding og fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst

(57) Sammendrag:

2873-79

Thioderivater af N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycin med formlen:



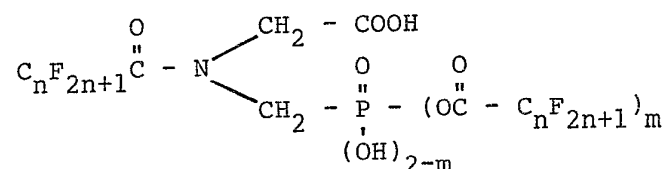
hvor R er alkyl med 1 til 10 carbonatomer, chloralkyl med 1 til 4 carbonatomer og 1 til 3 chloratomer, alkoxyalkyl med 3 til 6 carbonatomer eller alkoxyalkoxyalkyl med 5 til 9 carbonatomer, og R' er alkylthio, alkenylthio, benzylthio, eller eventuelt med halogen, alkyl eller alkoxy substitueret phenylthio, fremstilles ved omsætning af et esterdichlorid af N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycin med en thiol med formlen R'H.

Thioderivaterne I har udmærket herbicid aktivitet.

LN 140024 B

Opfindelsen angår hidtil ukendte N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivater, en herbicid blanding indeholdende disse og en fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst.

- 5 I henhold til USA patent nr. 3 970 695 fremstilles N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglyciner med formelen:



- 10 hvor n er et helt tal fra 1 til 4, og m er 1 eller 0, ved at omsætte et perfluoralkansyreanhydrid med N-phosphonomethylglycin i nærværelse af en perfluoralkansyre til dannelsen af forbindelser med den angivne formel, hvor m er 1, og ved derpå at hydrolysere til dannelsen af de forbindelser, hvor m er 0. Det er vist, at forbindelserne er herbicider med aktivitet efter spiringen.

- 15 N-phosphonomethylglycin, dets salte, amider, estere og andre derivater er beskrevet i USA patent nr. 3 799 758, og det er vist, at de er herbicider med aktivitet efter spiringen. Andre derivater, herunder N-acetylderivater, af N-phosphonomethylglycin og den plantevækstregulerende anvendelse deraf er beskrevet i USA patent nr. 3 853 530.

- 20 Det er opfindelsens formål at tilvejebringe N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivater, der udviser en bedre herbicid aktivitet end de hidtil kendte N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivater.

N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivaterne ifølge opfindelsen er ejendommelige ved det i den kendetegnende del af krav 1 angivne.

5 Forbindelsen i eksempel 1 i USA patent nr. 3 970 695 repræsenterer den kendte teknik, der er mest beslægtet med opfindelsen.

10 I nedenstående tabel vises en sammenligning mellem den herbicide aktivitet af denne kendte forbindelse og fem forbindelser ifølge opfindelsen, hvorved påføringsintensiteten i alle tilfælde var 1,12 kg/ha, hvorved iagttagelserne i alle tilfælde blev udført fire uger efter behandlingen, og hvorved betydningen af plantearts-
15 symbolerne A-P og talangivelserne for den herbicide virkning eller beskadigelsen er som anført under eksempel 25 senere i denne beskrivelse.

Forbindelse	Planteart - Herbicid virkning															
USA patent 3 970 695 eksempel 1, tabel 1	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	L	M	N	O	P	
	-	1	1	1	2	-	-	-	-	2	0	2	1	0	1	
<u>Opfindelsen</u>																
Eksempel 2	2	2	2	1	2	2	1	2	2	2	1	2	2	2	3	
Eksempel 3	1	0	1	0	3	2	1	2	1	2	2	1	3	2	3	
Eksempel 8	1	1	2	1	2	2	1	1	1	3	2	2	3	2	3	
Eksempel 15	0	1	2	1	1	2	1	2	2	2	1	0	4	2	4	
Eksempel 16	1	1	2	1	1	2	1	2	1	3	2	2	3	3	3	

20 For at skabe et bedre overblik over forholdet mellem den herbicide aktivitet af den kendte forbindelse og forbindelserne ifølge opfindelsen skal der henvises til nedenstående tabel, hvori "Bedre", "Dårligere" og "Det samme" refererer til den i eksempel 1 i USA patent nr. 3 970 695 beskrevne forbindelse, således forstået, at f.eks. søjlen mærket

"Bedre" repræsenterer det antal plantearter, for hvilke den herbicide virkning af forbindelsen ifølge opfindelsen er bedre end den herbicide virkning af den kendte forbindelse.

	<u>Bedre</u>	<u>Dårligere</u>	<u>Det samme</u>
Eksempel 2	6	0	4
Eksempel 3	5	2	3
Eksempel 8	6	0	4
Eksempel 15	5	2	3
Eksempel 16	6	1	3

- 5 En særlig foretrukken udførelsesform for N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivaterne ifølge opfindelsen er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 2 angivne. De pågældende forbindelser har en generelt bedre herbicid aktivitet end de kendte forbindelser, jvf. de
- 10 senere eksempler 2, 3, 8, 15 og 16 samt den umiddelbart i det foregående anførte sammenligning med den fra USA patentskrift nr. 3 970 695 kendte teknik,

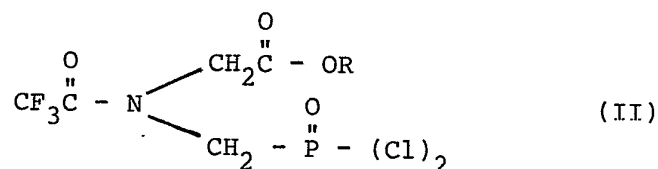
- Opfindelsen omfatter tillige en herbicid blanding, og den-
- 15 ne er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 3 angivne.

Opfindelsen omfatter tillige en fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst, og denne fremgangsmåde er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 4 angivne.

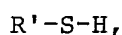
- 20 Illustrerende eksempler på alkoxyalkylgrupper, som R repræsenterer, er methoxyethyl, methoxypropyl, methoxybutyl, ethoxyethyl, ethoxypropyl, propoxyethyl og propoxypropyl. Illustrerende eksempler på de alkoxy-alkoxyalkylgrupper, der er repræsenteret af R, er f.eks. methoxyethoxyethyl,
- 25 methoxyethoxypropyl, methoxypropoxypropyl, methoxypropoxybutyl, ethoxyethoxyethyl og propoxypropoxypropyl.

De substituerede phenylthiogrupeer, der er repræsenteret ved SR', indeholder 1 eller 2 substituent, som er halogen, f.eks. fluor, chlor eller brom; C₁-C₄ alkyl, såsom methyl, ethyl, propyl eller butyl; og C₁-C₄ alkoxy, såsom methoxy, ethoxy, propoxy eller butoxy.

De nye forbindelser ifølge opfindelsen kan fremstilles ved at omsætte et esterdichlorid af N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycin med formlen

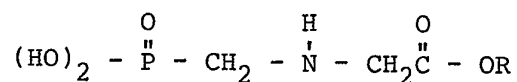


hvor R er som defineret i krav 1, med en thioforbindelse med formlen



hvor R' er defineret i krav 1, i et organisk opløsningsmiddel og i nærværelse af en som hydrogenchloridacceptor tjenende tertiær amin under i det væsentlige vandfrie betingelser ved en temperatur af fra ca. 10 til ca. 50 °C, fortrinsvis ved omgivelsernes temperatur.

- Ved fremstilling af forbindelserne ifølge opfindelsen ved den ovenfor angivne reaktion anvender man fortrinsvis den som hydrogenchloridacceptor tjenende, tertiære amin i et støkiometrisk overskud for at sikre, at reaktionen er fuld-
- 5 stændig. Ved betegnelsen "som hydrogenchloridacceptor tjenende tertiær amin" forstås i denne sammenhæng tertiære alkylaminer, såsom trimethylamin, triethylamin, tributylamin eller trihexylamin, samt heteroaromatiske tertiære aminer, såsom pyridin og quinolin.
- 10 Forholdet mellem reaktanterne kan variere over brede intervaller. Det forstås naturligvis af sagkyndige, at hvert chloratom i N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinyldichloridet vil reagere med et thiolmolekyle ($R'-S-H$), og at man derfor vil anvende reaktanterne i ækvivalente mængder.
- 15 Når man anvender thiol, der er flygtige, er det undertiden ønskeligt at anvende et overskud af thiolen. I andre tilfælde, såsom med phenylthiol, foretrækkes det undertiden at anvende et lille overskud af glycindichloridet for lettere at kunne udvinde produktet.
- 20 De esterdichlorider med formel II, der anvendes som reaktant ved fremstilling af forbindelserne ifølge opfindelsen, kan fremstilles ved at omsætte en ester af N-phosphonomethylglycin med formlen



hvor R har den i krav 1 definerede betydning, med tri-
fluoreddikesyreanhydrid ved temperaturer fra ca. 10 °C
til ca. 35 °C, fjerne eventuelt overskud af anhydrid og
derpå behandle reaktionsproduktet med overskud af thio-
5 nylchlorid under tilbagesvaling. Overskuddet af thio-
nylchlorid fjernes under vacuum for at frembringe dichlo-
riderne med formel II.

De følgende eksempler skal tjene til at påvise, hvorledes
specifikke forbindelser inden for opfindelsens omfang kan
10 fremstilles, samt deres anvendelse som herbicider.

EKSEMPEL 1

Til en opløsning af α -toluenthiol (1,24 g, 0,01 mol) og
triethylamin (1,01 g, 0,01 mol) i 30 ml tør ether tilsættes
dråbevis og under god omrøring ethyl-N-trifluoracetyl-N-
(dichlorphosphonomethyl)glycinat (1,65 g, 0,005 mol) i 40
15 ml ether. Efter omrøring ved stuetemperatur i 2 timer blev
reaktionsblandingen filtreret, og filtratet blev koncentre-
ret i vakuum til dannelse af 2,45 g af en let gul olie.
Denne olie blev ekstraheret adskillige gange med varm petro-
leumether, således at der ved koncentrering fremkom ethyl-
20 N-trifluoracetyl-N-(dibenzylthiophosphonomethyl)glycinat
(2,05 g), $n_D^{25} = 1,5609$.

Analyse beregnet: C 49,90 - H 4,59 - N 2,77 - S 12,69
fundet: C 49,78 - H 4,71 - N 2,90 - S 12,95.

EKSEMPEL 2

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphos-
phonomethyl)glycinat (16,5 g, 0,05 mol) i 250 ml ether

tilsattes en opløsning af thiophenol (11 g, 0,1 mol) og triethylamin (10,6 g, 0,105 mol) i 150 ml ether. Efter 1,5 timer blev reaktionsblandingen filtreret, og filtratet blev vasket med vand, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum. Den resulterende olie krystalliserede ved henstand til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(diphenyl-thiophosphonomethyl)glycinat (22,1 g) som et hvidt, fast stof med smp. 50 - 52°C.

Analyse beregnet: C 47,79 - H 4,02 - N 2,93 - S 13,43
fundet: C 47,52 - H 4,24 - N 3,05 - S 13,38.

EKSEMPEL 3

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,010 mol) i 50 ml tør ether tilsattes methanthiol (0,96 g, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i ether (50 ml). Reaktionsblandingen blev holdt under omrøring natten over ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med 3% vandigt ammoniumhydroxid og derpå tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dimethylthiophosphonomethyl)glycinat som et hvidt, fast stof. Smeltepunktet efter rekrySTALLISATION af hexan var 50-52°C.

Analyse beregnet: C 30,59 - H 4,28 - N 3,96 - P 8,77
fundet: C 30,79 - H 4,50 - N 3,96 - P 8,72.

EKSEMPEL 4

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 50 ml ether tilsattes en opløsning af triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) og butanthiol (1,8 g, 0,02 mol) i 50 ml ether. Efter to timer ved 20°C blev opløsningen filtreret, og filtratet blev vasket med 3% vandigt ammoniumhydroxid. Etheropløsningen blev koncentreret i vakuum til dannelse af en olie, der

blev ekstraheret i petroleumether. Ved koncentration af petroleumether-ekstrakterne fremkom ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dibutylthiophosphonomethyl)glycinatet som en klar olie, $n_D = 1,4830$.

Analyse beregnet: C, 41,18 - H 6,22 - N 3,20 - P 7,08
fundet: C 40,98 - H 6,29 - N 3,30 - P 6,83.

EKSEMPEL 5

- 5 Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (6,6 g, 0,02 mol) i 175 ml ether tilsættes en opløsning af p-methoxy-thiophenol (5,6 g, 0,04 mol) og triethylamin (4,04 g, 0,04 mol) i 75 ml ether. Reaktionsblandingen blev holdt under omrøring ved 20 °C i 12 timer og filtreret, og filtratet blev vasket med 3% vandigt ammoniumhydroxid. Filtratet blev tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum. Den residuale olie blev pumpet ved 0,005 mm i 16 timer for at fjerne spor af p-thioanisol. Ethyl-N-trifluoracetyl-N-(di(p-methoxyphenylthio)phosphonomethyl)-glycinat
- 15 udvandt som en olie (8,8 g), $n_D^{22} = 1,5773$.

Analyse beregnet: C 46,92 - H 4,31 - N 2,61 - P 5,76
fundet: C 46,79 - H 4,48 - N 2,49 - P 5,60.

EKSEMPEL 6

- Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml tør ether tilsættes en opløsning af ethanthiol (1,24 g, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 40 ml tør ether. Reaktionsblandingen blev omrørt i 16 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med 3% vandigt ammoniumhydroxid, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(diethylthiophosphonomethyl)glycinat (2,9 g) som en klar olie, $n_D^{22} = 1,4857$.
- 20

Analyse beregnet: C 34,64 - H 5,02 - N 3,67 - P 8,12
fundet: C 34,50 - H 4,90 - N 3,74 - P 8,08.

EKSEMPEL 7

5 Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphos-
phonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml tør ether
tilsattes en opløsning af isopropanthiol (1,52 g, 0,02 mol)
og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 60 ml ether. Opløs-
ningen blev filtreret, vasket med 3% vandigt ammoniumhy-
droxid, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i
10 vakuum til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(di(isopro-
pylthio)-phosphonomethyl)glycinat (2,85 g) som en gul olie,
 $n_D^{22} = 1,4842$.

Analyse beregnet: C 38,14 - H 5,66 - N 3,42 - P 7,57
fundet: C 38,06 - H 5,73 - N 3,47 - P 7,52.

15 EKSEMPEL 8

Ethyl-N-trifluoracetyl-N-(di(n-propylthio)phosphonomethyl)-
glycinat fremstilledes i henhold til eksempel 7 med undta-
gelse af, at n-propanthiol anvendtes i stedet for iso-
propanthiol. Ethyl-N-trifluoracetyl-N-(di(n-propylthio)-
20 phosphonomethyl)glycinat var en gul olie, $n_D^{22} = 1,4862$.

Analyse beregnet: C 38,14 - H 5,66 - N 3,42 - P 7,57
fundet: C 38,24 - H 5,83 - N 3,61 - P 7,51.

EKSEMPEL 9

25 Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphos-
phonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml ether
tilsattes en opløsning af o-thiocresol (2,48 g, 0,02 mol)
og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 50 ml ether ved 20°C.
Opløsningen blev omrørt i 16 timer og derpå filtreret.

Filtratet blev koncentreret i vacuum, og remanensen blev ekstraheret i varm petroleumether. Ved koncentreret af petroleumether-ekstrakterne fremkom ethyl-N-trifluoracetyl-N-(diorthotolylthiophosphonomethyl)glycinat som et hvidt, fast stof (4,58 g), der blev rekrySTALLiseret af methylcyclohexan, smp.: 79,5 - 82 °C.

Analyse beregnet: C 49,90 - H 4,59 - N 2,77 - P 6,13
fundet: C 49,72 - H 4,61 - N 2,76 - P 6,25.

EKSEMPEL 10

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml tør ether tilsattes p-bromthiophenol (3,8 g, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 50 ml tør ether. Opløsningen blev omrørt i 16 timer ved 20°C og filtreret, og filtratet blev koncentreret i vakuum. Den residuale olie blev ekstraheret i varm petroleumether, og ekstrakterne blev koncentreret i vakuum. Remanensen blev opløst i ether, og etheropløsningen blev vasket med vand, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret til dannelsen af 4,6 g ethyl-N-trifluoracetyl-N-di(p-bromphenylthio)phosphonomethyl)glycinat som en opak gummi, $n_D^{22} = 1,6050$.

Analyse beregnet: C 35,92 - H 2,70 - N 2,20 - P 4,88
fundet: C 36,09 - H 2,77 - N 2,40 - P 4,79.

EKSEMPEL 11

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (2,5 g, 0,0076 mol) i 100 ml tør ether tilsattes sek.-butyl-mercaptan (1,37 g, 0,0152 mol) og triethylamin (1,54 g, 0,0152 mol) i 50 ml tør ether. Reaktionsblandingen blev omrørt i 16 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med vand, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum til dannelsen af ethyl-N-trifluorace-

tyl-N-(bis(sek.-butylthio)phosphonomethyl)glycinat (1,9 g),
 $n_D^{22} = 1,4839$.

Analyse beregnet: C 41,18 - H 6,22 - N 3,20 - P 7,08
 fundet: C 41,02 - H 6,25 - N 3,34 - P 7,01.

5

EKSEMPEL 12

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (2,5 g, 0,0076 mol) i 100 ml tør ether tilsattes isobutanthiol (1,37 g, 0,0152 mol) og triethylamin (1,54 g, 0,0152 mol) i 50 ml tør ether. Reaktionsblanding
 10 Blandingen blev omrørt ved 20°C i 4 timer og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med vand, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum til dannelsen af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(isobutylthio)phosphonomethyl)glycinat (2,2 g) som en olie, $n_D^{22} = 1,4821$.

EKSEMPEL 13

15

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml tør ether tilsattes p-fluorthiophenol (2,56 g, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 60 ml ether. Reaktionsblanding
 20 blev omrørt i 16 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med 3% vandigt ammoniumhydroxid, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum. Petroleumetheren blev koncentreret i vakuum ved 50°C til dannelsen af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis-p-fluorphenylthio)phosphonomethylglycinat (3,9 g) som en olie, $n_D^{22} = 1,5458$.

25

Analyse beregnet: C 44,45 - H 3,34 - N 2,73 - P 6,03
 fundet: C 44,65 - H 3,26 - N 2,82 - P 5,94.

EKSEMPEL 14

30

En opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (4,95 g, 0,015 mol) i 150 ml tør ether blev tilsat til en opløsning af 4-brom-3-methylthiophenol

(6,1 g, 0,03 mol) og triethylamin (3,03 g, 0,03 mol) i 75 ml ether. Den resulterende opløsning blev holdt under omrøring ved 20 °C i 16 timer og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vacuum til dannelse af 5,0 g af en olie, der blev kromatograferet på silicagel, idet man først eluerede med hexan for at fjerne thiophenol, og derpå med methylenchlorid til dannelse af 1,5 g rent ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(4-brom-3-methylphenylthio)phosphonomethyl)glycinat som en olie, $n_D^{22} = 1,5918$.

10 EKSEMPEL 15

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 150 ml tør ether tilsattes triethylamin (1,92 g, 0,019 mol) i 20 ml ether efterfulgt af 2,5-dichlorthiophenol (3,4 g, 0,019 mol) i 30 ml ether. Den resulterende opløsning blev holdt under omrøring i 4 timer og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum, og remanensen ekstraheredes med 200 ml varm petroleumether. Ved koncentrering af petroleumetheropløsningen fremkom der et fast stof, der blev rekrySTALLiseret af methylcyclohexan til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(2,5-dichlorphenylthio)phosphonomethyl)glycinat (2,6 g), smp.: 77 - 80°C.

Analyse beregnet: C 37,09 - H 2,46 - N 2,28 - P 5,03
fundet: C 37,10 - H 2,56 - N 2,24 - P 5,11.

25 EKSEMPEL 16

Til en opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,3 g, 0,01 mol) i 100 ml tør ether tilsattes allylmercaptan (2,1 g, 70%, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 60 ml tør ether. Den resulterende opløsning blev omrørt ved 20°C i 48 timer. Blandingen blev filtreret, og filtratet blev koncentreret i vakuum. Remanensen blev kromatograferet på silicagel, idet der elueredes med methylenchlorid til dannelse af 4,1 g ren ethyl-N-

trifluoracetyl-N-(bis(allylthio)phosphonomethyl)glycinat
som en olie, $n_D^{22} = 1,5101$.

Analyse beregnet: C 38,52 - H 4,72 - N 3,46 - P 7,64
fundet: C 38,66 - H 4,70 - N 3,84 - P 7,33.

5

EKSEMPEL 17

Til en opløsning af butyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (4,85 g, 0,0135 mol) i 200 ml tør ether tilsættes m-methoxy-thiophenol (3,8 g, 0,027 mol) og triethylamin (2,74 g, 0,027 mol) i 50 ml ether. Den resulterende blanding blev omrørt ved 20°C i 4 timer og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum til dannelse af butyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(m-methoxyphenylthio)phosphonomethyl)glycinat (7,25 g) som en viskøs olie, $n_D^{22} = 1,5470$.

Analyse beregnet: C 48,84 - H 4,81 - N 2,84 - P 5,48
fundet: C 48,87 - H 4,90 - N 2,61 - P 5,29.

15

EKSEMPEL 18

Til en opløsning af n-butyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (7,2 g, 0,02 mol) i 100 ml ether tilsættes en opløsning af methanthiol (1,92 g, 0,04 mol) og triethylamin (4,04 g, 0,04 mol) i 50 ml ether. Efter omrøring i 16 timer ved 20°C blev reaktionsblandingen filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum til dannelse af en olie, der blev ekstraheret med petroleumether. Petroleumether-ekstrakterne blev koncentreret i vakuum til dannelse af n-butyl-N-trifluoracetyl-N-(dimethylthiophosphonomethyl)glycinat (7,25 g) som en olie, $n_D^{22} = 1,4898$.

20

25

Analyse beregnet: C 34,64 - H 5,02 - N 3,67 - P 8,12.
fundet: C 34,57 - H 5,11 - N 3,74 - P 8,33.

EKSEMPEL 19

Til en opløsning af β -chlorethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (7,3 g, 0,02 mol) i 200 ml ether tilsattes en opløsning af isopropanthiol (3,05 g, 0,04 mol) og triethylamin (4,04 g, 0,04 mol) i 100 ml ether. Den resulterende blanding blev omrørt ved 20°C i 96 timer og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum, og den resulterende olie blev ekstraheret med varm petroleum-ether. Ved koncentrerings frembragte ekstrakterne β -chlorethyl-N-trifluoracetyl-N-(diisopropylthiophosphonomethyl)glycinat (7,25 g) som en gylden olie, $n_D^{22} = 1,4959$.

Analyse beregnet: C 35,18 - H 5,00 - N 3,16 - P 6,98
fundet: C 35,31 - H 5,11 - N 3,06 - P 7,17.

EKSEMPEL 20

Til en opløsning af 2-methoxyethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (6,3 g, 0,0175 mol) i 150 ml tør ether tilsattes en opløsning af o-thiocresol (4,35 g, 0,035 mol) og triethylamin (3,5 g, 0,035 mol) i 50 ml tør ether. Den resulterende blanding blev omrørt i 96 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum, og remanensen blev ekstraheret i 500 ml varm petroleumether. Ved koncentrerings frembragte ekstrakterne en olie, der langsomt størknede. Ved rekrystallisation af heptan fremkom 2-methoxyethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(o-tolylthio)phosphonomethyl)glycinat som et hvidt, fast stof med smp. 64 - 66,5°C.

Analyse beregnet: C 49,34 - H 4,71 - N 2,62 - P 5,78
fundet: C 49,46 - H 4,70 - N 2,72 - P 5,93.

EKSEMPEL 21

Til en opløsning af n-decyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (6,0 g, 0,0136 mol) i 150 ml tør ether tilsattes en opløsning af methanthiol (1,3 g, 0,027

mol) og triethylamin (2,7 g, 0,027 mol) i 50 ml ether. Den resulterende blanding blev omrørt i 16 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum til dannelse af n-decyl-N-trifluoracetyl-N-(dimethylthiophosphonomethyl)glycinat (6,0 g) som en lysegul olie, $n_D^{22} = 1,4811$.

Analyse beregnet: C 43,86 - H 6,71 - N 3,01 - P 6,65
fundet: C 43,81 - H 6,77 - N 3,08 - P 6,77.

EKSEMPEL 22

Til en opløsning af n-hexyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (7,7 g, 0,02 mol) i tør ether (200 ml) tilsættes en opløsning af methanthiol (1,9 g, 0,04 mol) og triethylamin (4,0 g, 0,04 mol) i 50 ml vandfrit ether. Den resulterende opløsning blev omrørt ved 20°C i tre timer og derpå filtreret. Filtratet blev vasket med vand og derpå koncentreret i vakuum til dannelse af n-hexyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(methylthio)phosphonomethyl)glycinat som en flydende, gul olie, $n_D^{25} = 1,4844$.

Analyse beregnet: C 38,14 - H 5,66 - N 3,42
fundet: C 37,89 - H 5,69 - N 3,42.

EKSEMPEL 23

En opløsning af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorphosphonomethyl)glycinat (3,95 g, 0,012 mol) i 150 ml ether ved 0°C blev behandlet med en opløsning af p-chlorthiophenol (3,46 g, 0,024 mol) og triethylamin (2,4 g, 0,024 mol) i 50 ml ether. Efter omrøring i 16 timer ved 25°C blev opløsningen filtreret. Filtratet blev vasket med 10% vandigt natriumcarbonat, tørret over magnesiumsulfat og koncentreret i vakuum til dannelse af ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(p-chlorphenylthio)phosphonomethyl)glycinat (4,5 g) som en viskos olie, $n_D^{22} = 1,5695$.

Analyse beregnet: C 41,77 - H 3,14 - N 2,56
fundet: C 41,92 - H 3,33 - N 2,64.

EKSEMPEL 24

Til en opløsning af n-decyl-N-trifluoracetyl-N-(dichlorophosphonomethyl)glycinat (4,42 g, 0,01 mol) i 200 ml ether tilsættes en opløsning af m-methylthiophenol (2,48 g, 0,02 mol) og triethylamin (2,02 g, 0,02 mol) i 50 ml ether. Den resulterende blanding blev omrørt i 16 timer ved 20°C og derpå filtreret. Filtratet blev koncentreret i vakuum til dannelsen af en olie, der blev kromatograferet på silicagel (elueret med methylenchlorid) til dannelsen af n-decyl-N-trifluoracetyl-N-(bis(m-methylphenylthio)phosphonomethyl)glycinat som en olie, $n_D^{22} = 1,5267$.

Analyse beregnet: C 55,58 - H 6,43 - N 2,23

fundet: C 55,18 - H 6,47 - N 2,37

EKSEMPEL 25

Den efter spiringen bestemte, herbicide aktivitet af de forskellige forbindelser ifølge opfindelsen demonstreres ved drivhusforsøg på følgende måde: En god kvalitet af overfladejord indføres i aluminiumskåle med huller i bunden og sammenpresses til en dybde af 0,95 til 1,27 cm fra toppen af skålen. Et forudbestemt antal frø af hver af en række etkimbladede og tokimbladede, etårige plantearter og/eller vegetative formeringsorganer for de flerårige plantearter indføres i jorden og presses ind i jordoverfladen. Frøene og/eller de vegetative formeringsorganer dækkes med jord og nivelleres. Skålene anbringes derpå på en sandbænk i drivhuset og vandes nedefra efter behov. Efter at planterne har nået den ønskede alder (to til tre uger), overfører man individuelt hver skål med undtagelse af kontrolskålene til et sprøjtekammer, hvor der sprøjtes ved hjælp af en forstøver, der arbejder under et positivt lufttryk på ca. $1,46 \text{ kg/cm}^2$ absolut. Forstøveren indeholder 6 ml af en opløsning eller suspension af det aktive stof og en mængde af som emulgeringsmiddel tjenende cyclohexanon, således at sprøjteopløsningen eller -suspensionen indeholder ca. 0,4 vægt-% af emulgeringsmidlet. Sprøjteopløs-

ningen eller -suspensionen indeholder en tilstrækkelig mængde af det stof, der skal undersøges, til, at der fremkommer påføringsintensiteter svarende til dem, der er vist i tabellerne. Sprøjteopløsningen fremstilles ved at udtage en aliquot

5 af en 1,0 vægt-% stamopløsning eller -suspension af det stof, der skal undersøges, i et organisk opløsningsmiddel, såsom acetone eller tetrahydrofuran, eller i vand. Det anvendte emulgeringsmiddel er en blanding omfattende 35 vægt-% butylaminodecyl-benzensulfonat og 65 vægt-% af et tallolie-ethylenoxid-kondensat med ca. 11 mol ethylenoxid pr. mol tallolie.

10 Skålene bringes tilbage til drivhuset og vandes som før, og beskadigelsen af planterne i sammenligning med kontrolplanterne iagttages ca. to til fire uger efter, som angivet i tabellerne under WAT (hvorved WAT er en forkortelse for "Weeks

15 After Treatment", altså uger efter behandling), og resultaterne bliver registreret. I visse tilfælde udelades observationerne efter fire ugers forløb.

Det indeks for den herbicide aktivitet efter spiring, som anvendes i tabel I og II, og hvor beskadigelsen er beregnet i forhold til de ubehandlede planter, er som følger:

20

<u>Planterespons</u>	<u>Indeks</u>
0 - 24% beskadigelse	0
25 - 49% beskadigelse	1
50 - 74% beskadigelse	2
75 - 99% beskadigelse	3
100% beskadigelse	4

De plantearter, der anvendes ved disse forsøg, identificeres ved bogstaver i henhold til følgende oversigt:

A - Agertidsel ^x	K - Hanespore
B - Brodfrø	L - Sojabønne
C - Fløjlsblad	M - Sukkerroe
D - Ipomea	N - Hvede

E - Hvidmelet gåsefod	O - Ris
F - Smartweed	P - Sorghum
G - Gul Nutsedge [*]	Q - Vild boghvede
H - Kvikgræs [*]	R - Hamp Sesbania
I - Durra [*]	S - Panicum spp
J - Taghejre	T - Fingeraks

^{*} -- Etableret på basis af vegetative formeringsorganer.

TABEL I

	Forbindelse fra eks. nr.	WAT	kg ha	Plantearter										
				A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
5	1	4	11,2	1	2	1	2	3	3	1	2	2	2	4
	1	4	5,6	2	3	2	3	3	2	2	2	2	3	3
	2	4	11,2	3	4	4	4	4	4	2	3	3	3	4
	2	4	5,6	4	3	4	4	4	3	2	2	3	3	3
	3	4	11,2	4	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4
10	3	4	5,6	3	3	2	3	3	3	3	4	3	2	4
	4	4	11,2	1	2	2	1	4	4	2	4	3	3	3
	4	4	5,6	1	2	1	1	3	1	2	2	3	3	3
	5	4	11,2	1	2	2	1	2	1	2	2	2	2	2
	5	4	5,6	1	1	0	1	1	1	2	2	2	1	2
15	6	4	11,2	1	4	4	2	3	4	2	3	3	3	3
	6	4	5,6	2	4	3	2	4	3	2	3	3	4	3
	7	4	11,2	1	2	1	1	4	3	2	3	3	1	3
	7	4	5,6	1	2	1	1	4	2	2	3	3	2	3
	8	4	11,2	4	4	4	2	3	3	3	3	3	3	3
20	8	4	5,6	2	2	2	1	2	2	2	3	2	3	3
	9	4	11,2	4	2	3	2	4	3	3	3	3	4	4
	9	4	5,6	1	2	2	1	3	2	2	2	2	3	3
	10	4	11,2	1	2	3	2	4	3	2	3	2	2	3
	10	4	5,6	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	3
25	11	4	11,2	2	3	3	2	3	4	3	3	3	3	4
	11	4	5,6	1	2	3	1	3	1	2	1	2	2	3
	12	4	11,2	1	2	2	1	2	2	2	3	2	3	3
	12	4	5,6	1	1	2	1	2	2	1	2	2	2	3
	13	4	11,2	1	2	2	4	4	4	2	2	2	1	3
30	13	4	5,6	1	2	2	1	4	4	1	1	1	1	4
	14	4	11,2	1	2	2	2	4	4	2	1	2	1	3
	14	4	5,6	1	1	1	1	3	3	1	1	2	1	3
	15	4	11,2	1	3	1	1	4	4	2	1	1	1	3
	15	4	5,6	2	2	1	1	4	3	1	1	1	2	2
35	16	4	11,2	2	4	4	4	4	4	3	3	2	3	3
	16	4	5,6	2	3	4	4	4	4	3	2	2	3	3
	17	4	11,2	1	1	0	1	1	1	1	0	1	1	2

TABEL I (forts.)

	Forbindelse fra eks. nr.	WAT	kg ha	Plantearter										
				A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
5	18	4	11,2	2	2	2	2	3	1	2	2	3	4	3
	18	4	5,6	4	1	1	2	-	1	1	1	3	3	2
	19		11,2	3	3	2	2	4	1	2	1	3	2	3
	19	4	5,6	2	2	2	2	2	1	2	2	3	2	3
	20	4	11,2	1	2	1	1	0	0	1	1	0	1	1
10	21	4	11,2	1	2	1	1	0	0	1	0	2	1	2
	22	4	11,2	2	2	2	1	3	4	2	3	3	4	3
	22	4	5,6	0	2	1	2	3	4	1	4	3	3	3
	23	4	11,2	2	3	3	2	3	3	1	2	2	3	4
	23	4	5,6	1	-	2	3	3	3	1	2	3	1	4
	24	4	56,0	1	2	0	2	2	1	1	1	1	1	1

15

TABEL II

	Forb. fra eks. nr.	WAT	kg ha	Plantearter															
				L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
20	1	4	5,6	2	1	3	-	2	3	1	2	1	2	1	2	3	2	2	3
	1	4	1,12	1	1	1	0	1	2	0	2	1	1	1	1	2	1	2	2
	2	4	5,6	3	3	3	3	4	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	4
	2	4	1,12	2	2	2	1	2	2	1	2	2	2	1	1	2	2	2	3
	3	4	5,6	3	2	3	4	3	3	2	3	3	4	4	4	4	4	3	4
	3	4	1,12	1	0	1	0	3	2	1	2	1	2	2	2	1	3	2	3
25	4	4	5,6	2	4	3	2	3	3	4	2	2	4	4	3	3	3	3	4
	4	4	1,12	1	2	1	1	1	1	1	1	1	2	2	1	1	2	2	2
	6	4	5,6	3	3	4	4	4	3	2	2	3	4	4	4	4	4	4	4
	6	4	1,12	2	2	3	3	2	2	1	1	3	4	2	2	2	4	3	4
	6	4	0,28	1	1	1	1	1	1	0	1	1	2	1	0	0	1	2	2
	7	4	5,6	2	2	3	3	3	3	1	2	3	4	3	3	3	4	3	4
30	7	4	1,12	1	1	1	0	2	1	1	1	1	1	2	1	1	2	2	3
	8	4	5,6	2	3	3	3	3	3	1	2	2	3	2	3	3	4	4	4
	8	4	1,12	1	1	2	1	2	2	1	1	1	3	2	2	2	3	2	3
	9	4	5,6	2	4	3	3	3	3	1	2	2	4	3	2	3	4	4	4
	9	4	1,12	1	1	2	1	2	1	0	1	2	3	2	1	1	2	2	2
	10	4	5,6	2	2	3	4	3	3	2	2	4	4	4	3	4	4	3	4

TABEL II (forts.)

	Forb. fra eks. nr.	WAT	kg ha	Plantearter															
				L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
5	10	4	1,12	1	1	1	0	1	1	0	1	1	2	1	1	1	3	2	3
	11	4	5,6	1	3	3	4	3	3	4	2	4	4	4	3	4	4	3	4
	11	4	1,12	1	1	1	0	1	1	1	1	1	2	2	1	2	3	2	3
	11	4	0,28	1	1	0	0	1	1	1	1	1	1	0	1	2	2	1	2
	12	4	5,6	2	4	3	2	2	2	1	1	4	3	4	3	4	4	3	4
10	12	4	1,12	1	1	1	0	1	1	0	1	1	2	2	1	2	2	2	3
	13	4	5,6	3	3	3	3	4	3	2	3	4	4	4	3	4	4	4	4
	13	4	1,12	1	3	3	1	2	2	2	2	4	4	3	1	2	3	3	4
	13	4	0,28	1	1	1	0	0	1	0	1	2	3	1	1	0	1	2	2
	14	4	5,6	2	4	4	2	3	3	2	3	4	4	4	4	4	4	3	4
15	14	4	1,12	1	3	2	1	2	2	1	2	3	4	2	1	1	4	3	3
	14	4	0,28	0	1	0	0	0	0	0	1	1	1	0	0	0	1	1	1
	15	4	5,6	2	4	4	1	3	2	2	3	4	4	4	3	3	4	3	4
	15	4	1,12	0	1	2	1	1	2	1	2	2	2	2	1	0	4	2	4
	16	4	5,6	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
20	16	4	1,12	1	1	2	1	1	2	1	2	1	3	1	2	2	3	3	3
	16	4	0,28	1	1	1	0	0	1	0	2	1	1	0	0	0	0	2	2
	18	4	5,6	2	4	4	3	3	3	3	3	2	4	4	3	4	4	4	4
	18	4	1,12	1	0	3	2	3	2	1	2	0	4	3	1	3	4	3	3
	19	4	5,6	2	1	4	3	4	3	2	2	1	4	3	2	3	3	3	4
25	19	4	1,12	1	1	1	0	1	2	1	3	0	1	1	1	1	1	2	3
	22	3	1,12	1	1	1	0	1	2	1	3	0	1	1	1	1	1	2	3
	22	4	5,6	1	2	4	3	3	2	2	2	2	4	4	3	3	4	3	4
	23	4	1,12	1	1	1	-	2	1	0	2	1	0	0	0	1	2	2	3
	23	4	5,6	2	3	3	-	3	2	2	3	2	4	2	3	3	3	3	4

EKSEMPEL 26

- 30 Den herbicide aktivitet før spiringen af forskellige for-
bindelser ifølge opfindelsen påvises på følgende måde: En
god kvalitet af overfladejord anbringes i aluminiumskåle
og komprimeres til en dybde af 0,95 til 1,27 cm fra toppen
af hver skål. Et forudbestemt antal frø eller vegetative
35 formeringsorganer af hver af forskellige plantearter anbrin-
ges på toppen af jorden i hver skål, og derpå presses den

ned. Herbicide blandinger, der fremstilles som i det foregående eksempel, påføres ved blanding med eller inkorporering i det øvre jordlag.

5 Ved denne metode vejer man den jord, der kræves til at dække frøene og formeringsorganerne, og den blandes med en herbicid blanding, der indeholder en kendt mængde af den aktive bestanddel (forbindelsen ifølge opfindelsen). Skålene bliver derpå fyldt med blandingen og nivelleret. Man gennemfører vanding ved at lade jorden i skålene absorbere fugtighed
10 gennem åbninger i skålenes bunde.

Skålene, der indeholder frø og formeringsorganer, anbringes på en våd sandbænk og holdes der i ca. 2 uger under sædvanlige betingelser hvad angår sollys og vanding. Ved afslutningen af denne periode noterer man antallet af frem-
15 spirede planter af hver art, og der sammenlignes med en ubehandlet blindprøve. De pågældende data fremgår af den følgende tabel.

Det indeks for den herbicide aktivitet før spiringen, der anvendes i det følgende, er baseret på gennemsnitlig procent-
20 tisk beskadigelse af hver art på følgende måde:

	<u>Procentisk beskadigelse</u>	<u>Indeks</u>
	0 - 24% beskadigelse	0
	25 - 49% beskadigelse	1
	50 - 74% beskadigelse	2
25	75 - 100% beskadigelse	3

Plantearterne i tabellen er identificeret ved de samme kodebogstaver som anvendt i det foregående eksempel.

TABEL III

	Forb. fra eks. nr.	WAT	kg ha	<u>Plantearter</u>										
				A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
5	2	2	11,2	3	0	0	0	0	0	0	2	1	1	0
	3	4	11,2	3	0	0	1	2	0	1	2	1	0	0
	4	2	11,2	3	0	0	0	0	1	0	2	0	1	1
	5	2	11,2	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	6	2	11,2	3	0	0	0	1	0	1	3	0	0	0
10	7	2	11,2	3	0	0	0	1	0	3	3	2	0	0
	8	2	11,2	3	0	0	0	3	0	2	2	0	0	0
	9	2	11,2	3	0	0	0	0	0	1	1	1	0	0
	10	2	11,2	3	0	0	0	0	0	1	1	1	0	0
	11	4	11,2	2	0	1	0	0	0	0	0	0	2	0
15	12	4	11,2	3	0	0	0	3	0	0	2	0	1	0
	13	2	11,2	3	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0
	14	2	11,2	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	15	2	11,2	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
	16	2	11,2	3	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0
20	17	2	11,2	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	18	4	11,2	3	1	0	2	3	1	3	3	1	3	2
	19	4	11,2	3	0	1	0	3	0	2	0	0	1	0
	22	2	11,2	3	0	0	-	3	0	0	0	1	0	1

På basis af de forsøgsresultater, der er præsenteret i tabel I og II, kan det ses, at den herbicide aktivitet efter spiringen af forbindelserne for størstedelens vedkommende er af en generel natur. I visse specifikke tilfælde er der dog påvist en vis selektivitet. I denne henseende bør det tages i betragtning, at hver individuel art, der er udvalgt til de ovenfor angivne forsøg, er et repræsentativt medlem af en anerkendt familie af plantearter.

Af tabel III fremgår det, at den herbicide aktivitet før spiringen udviste en vis grad af selektivitet.

De herbicide blandinger ifølge opfindelsen, der omfatter

- koncentrater, der kræver fortynding før påføring på planterne, indeholder mellem 5 og 95 vægtdele af i det mindste en forbindelse ifølge opfindelsen og mellem 5 og 95 vægtdele af et adjuvans i flydende eller fast form, f.eks. fra ca. 0,25 til 25 vægtdele af et befugtningsmiddel, fra ca. 0,25 til 25 vægtdele af et dispergeringsmiddel og fra 4,5 til ca. 94,5 vægtdele af et indifferent, flydende strækkemiddel, f. eks. vand, acetone eller tetrahydrofuran, hvorved alle dele er på vægtbasis af den totale blanding. Fortrinsvis indeholder blandingerne ifølge opfindelsen mellem 5 og 75 vægtdele af i det mindste en forbindelse ifølge opfindelsen, sammen med adjuvanterne. Når det er nødvendigt, kan mellem ca. 0,1 og 2,0 vægtdele af det indifferente, flydende strækkemiddel erstattes af en korrosionsinhibitor eller et skumdæpende middel eller begge. Blandingerne fremstilles ved at blande den aktive bestanddel med et adjuvans, herunder fortyndingsmidler, strækkemidler, bærere og konditioneringsmidler, til tilvejebringelse af blandinger i form af findelte, partikelformede, faste stoffer, tabletter, opløsninger, dispersioner eller emulsioner. Den aktive bestanddel kan således anvendes med et adjuvans, såsom et findelt, fast stof, en væske af organisk oprindelse, vand, et befugtningsmiddel, et dispergeringsmiddel, et emulgeringsmiddel eller enhver passende kombination heraf.
- De herbicide blandinger ifølge opfindelsen, især væsker og opløselige pulvere, indeholder fortrinsvis som konditioneringsmiddel et eller flere overfladeaktive midler i mængder, der er tilstrækkelige til at gøre en given blanding let dispergerbar i vand eller i olie. Inkorporeringen af et overfladeaktivt middel i blandingerne forbedrer i høj grad effektiviteten deraf. Betegnelsen "overfladeaktivt middel" skal her omfatte befugtningsmidler, dispergeringsmidler, suspenderingsmidler og emulgeringsmidler. Man kan med lige stor lethed anvende anioniske, kationiske og ikke ioniske midler.

Foretrukne befugtningsmidler er alkylbenzen- og alkyl-naphthalen-sulfonater, sulfaterede fedtalkoholer, aminer eller syreamider, langkædede, sure estere af natriumisothionat, estere af natriumsulfosuccinat, sulfaterede eller sulfonerede
5 fedtsyreestere, jordoliesulfonater, sulfonerede, vegetabilske olier, polyoxyethylen-derivater af phenoler og alkylphenoler (især isooctylphenol og nonylphenol) og polyoxyethylen-derivater af de højere mono-fedtsyrer af hexitolanhydriden (f.eks. sorbitan). Foretrukne dispergeringsmidler
10 er methylcellulose, polyvinylalkohol, natriumligninsulfonater, polymere alkyl-naphthalen-sulfonater, natriumnaphthalensulfonat, polymethylen-bis-naphthalensulfonat og natrium-N-methyl-N-(langkædet syre)-taurater.

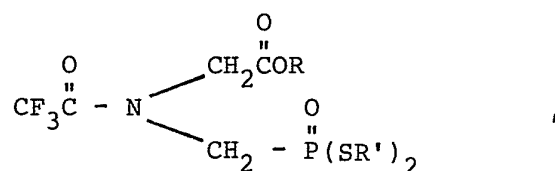
Når man arbejder i henhold til den foreliggende opfindelse,
15 påfører man effektive mængder af forbindelserne eller blandingerne ifølge opfindelsen på planterne, eller på den jord, hvori planterne foreligger, eller de inkorporeres i akvatiske medier på enhver hensigtsmæssig måde. Påføringen af flydende og partikelformede, faste blandinger på planter
20 eller jord kan gennemføres under anvendelse af konventionelle metoder, f.eks. pudringsapparater med energitilførsel, bomsprøjter og manuelle sprøjter og sprøjteforstøvere. Blandingerne kan også påføres fra fly som et pudder eller en sprøjtevaske på grund af deres effektivitet ved lave doser
25 ringer. Påføringen af herbicide blandinger på akvatiske planter gennemføres sædvanligvis ved tilsætning af blandingerne til de akvatiske medier på det område, hvor man ønsker kontrol af de akvatiske planter.

Påføringen af en effektiv mængde af forbindelserne eller
30 blandingerne ifølge opfindelsen på planten er væsentlig og kritisk for udøvelsen af opfindelsen. Den nøjagtige mængde af aktiv bestanddel, som skal anvendes, afhænger af den reaktion, som ønskes i planten, samt af sådanne andre faktorer som plantearten og dens udviklingsstadium samt af
35 mængden af nedbør i form af regn og af den specifikt anvendte

- glycin. Ved bladbehandling med henblik på bekæmpelse af vegetativ vækst påføres de aktive bestanddele fortrinsvis i mængder mellem ca. 0,112 kg/ha og ca. 22,4 kg/ha. Ved behandling før spiringen kan påføringsintensiteten ligge mellem 0,56 kg/ha og ca. 22,4 kg/ha. Ved påføringer til bekæmpelse af akvatiske planter påføres de aktive bestanddele i mængder mellem ca. 0,01 ppm og ca. 1,000 ppm, baseret på det akvatiske medium. En effektiv mængde til phytotoxisk eller herbicid påvirkning er den mængde, der er nødvendig til total eller selektiv bekæmpelse, nemlig en phytotoxisk eller herbicid mængde. Det antages, at en sagkyndig på området let på basis af den lære, der fremgår af beskrivelsen, herunder eksemplerne, kan bestemme den approximative påføringsintensitet.

P a t e n t k r a v:

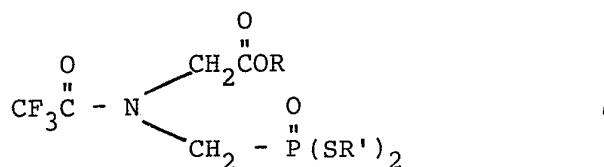
1. N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivater, kendetegnet ved, at de har formelen



- hvor R er en alkylgruppe med fra 1 til 10 carbonatomer, en chloralkylgruppe med fra 1 til 4 carbonatomer og 1 til 3 chlorgrupper, en alkoxyalkylgruppe med fra 3 til 6 carbonatomer eller en alkoxyalkoxyalkylgruppe med fra 5 til 9 carbonatomer, og R' er alkyl med fra 1 til 4 carbonatomer, alkenyl med fra 2 til 4 carbonatomer, benzyl, phenyl eller substitueret phenyl med 1 til 2 substituent, der er halogen, C₁-C₄ alkyl eller C₁-C₄ alkoxy.

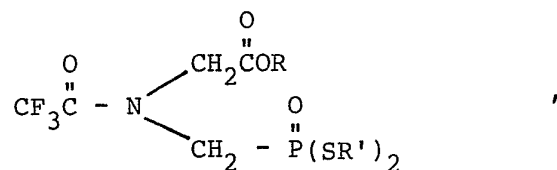
2. N-trifluoracetyl-N-phosphonomethylglycinderivater ifølge krav 1, kendet ved, at der er ethyl-N-trifluoracetyl-N-dimethylthiophosphonomethyl)glycinat, ethyl-N-trifluoracetyl-N-(di-n-propylthiophosphonomethyl)glycinat, ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis-(allylthio)phosphonomethyl)glycinat, ethyl-N-trifluoracetyl-N-(diphenylthio)phosphonomethyl)glycinat eller ethyl-N-trifluoracetyl-N-(bis-(2,5-dichlorphenylthio)phosphonomethyl)glycinat.

3. Herbicid blanding, kendet ved, at den indeholder et inert adjuvans og en forbindelse med formlen:



hvor R og R' har de i krav 1 angivne betydninger.

4. Fremgangsmåde til bekæmpelse af uønsket plantevækst, kendet ved, at man bringer plantevæksten eller plantevækstmediet i kontakt med en herbicid henseende aktiv mængde af en forbindelse med formlen:



hvor R og R' har de i krav 1 angivne betydninger.

Fremdragne publikationer:

US patenter nr. 3799758, 3970695.