

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningskrift nr. 119121

Int. Cl. A 01 n 9/20 Kl. 45 1-19/02

Patentsøknad nr. 161.719 Inngitt 15.II 1966

Løpedag 5.X 1965

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 23.III 1970

Prioritet begjært fra: 16.II-65 USA,
nr. 433.157

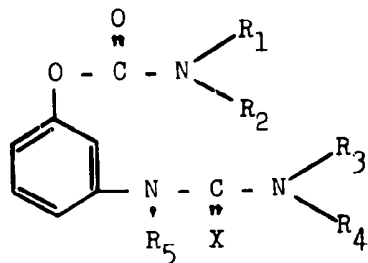
FMC CORPORATION, (a Corporation of Delaware),
633 Third Avenue, New York, N.Y., USA.

Oppfinnere: Kenneth Ralph Wilson, 200 Pilgrim Road,
Tonawanda og Kenneth Lee Hill, 13 Francis Street,
Middleport, N.Y., USA.

Fullmektig: Mag. scient. Per Aubert.

Herbicide preparat inneholdende et fenylkarbamat.

Foreliggende oppfinnelse vedrører et herbicide preparat inneholdende et fenylkarbamat og som som aktiv bestanddel inneholder en forbindelse med den generelle formel:



hvor X er oksygen eller svovel, R_1 er en alkyl-, alkenyl-, alkynyl- eller alkoksylalkylgruppe med 1 - 8 karbonatomer, eller en sykloalkylgruppe med 3 - 8 karbonatomer, R_2 er hydrogen eller alkyl med 1 - 8 karbonatomer, eller R_1 og R_2 danner sammen med det nitrogenatom de er festet til, en pyrrolidin-, piperidin- eller morfo-

linring, R_3 er en alkyl- eller alkenylgruppe med 1 - 6 karbonatomer, R_4 er hydrogen eller alkyl med 1 - 3 karbonatomer og R_5 er hydrogen eller en metylgruppe.

Fra US patentene nr. 2 776 196 og nr. 2 776 197 er det kjent fenyلكarbamater som har herbicid aktivitet, men denne aktivitet er betydelig forbedret hos forbindelsene som anvendes i foreliggende preparat.

Det er kjent å anvende en rekke stoffer for kontroll av plantevekst langs jernbaner, på veier, på anleggsområder og andre lignende områder hvor vegetasjon er uønsket. Blant kjente stoffer som er brukbare for oppnåelse av dette formål, er natriumklorat, kloratboratblandinger, natriumarsenitt, substituerte uracilforbindelser og fenoksyeddiksyrederivater. Bruken av preparatet ifølge foreliggende oppfinnelse tilveiebringer betydelige fordeler i forhold til disse tidligere kjente materialer. Bruken av forbindelsene ifølge eksempel 4 og 6 i foreliggende oppfinnelse i mengder på 0.68 - 3.4 kg/mål gir f.eks. fullstendig kontroll av vegetasjonen uten den brannrisiko som medføres under anvendelse av 170 - 180 kg/mål av natriumklorat eller klorat-boratblandinger, eller uten den toksisitet overfor pattedyr som medføres under anvendelse av 1520 - 1900 liter natriumarsenittoppløsning, som er nødvendig for oppnåelse av de samme resultater. Forbindelsene som anvendes i foreliggende preparat, forflytter seg ikke i særlig grad fra det området hvor de anvendes, hvilket er tilfelle for de substituerte uracilforbindelser, slik som bromacil. For kontroll av gress og ett-årige og fler-årige ugressplanter i skogbunnen er det videre bare nødvendig å foreta en eneste behandling med preparatet ifølge foreliggende oppfinnelse.

Forbindelsene som benyttes i preparatet ifølge oppfinnelsen, kan fremstilles ved hjelp av metoder som benyttes for syntesen av karbamater og ureaderivater. For eksempel kan N-mono-substituerte-karbaminsyreestere fremstilles ved å omsette en passende m-ureidofenol med et alkylisocyanat. Denne reaksjon kan katalyseres av materialer som f.eks. trietylamin, 1,4-diaza-bicyklo(2,2,2)oktan, dibutyltinndiacetat, dimetyltinn-diklorid og dibutylbis(decyltio)tinn. N,N-disubstituerte- og N-mono-substituerte-karbaminsyreestere kan lages ved å behandle natriumsaltet av en passende m-ureidofenol med et N-monosubstituert- eller N,N-disubstituert-karbamoyl-halogenid. Mellomproduktene som utgjøres av m-ureidofenoler, kan lages ved å behandle m-aminofenol eller N-monosubstituert-m-aminofenol med en ekvimolar mengde av et alkylisocyanat for således å danne en m-(3-monosubstituert-ureido)fenol eller en m-(1,3-disubstituert-ureido)-fenol, eller ved å behandle en m-aminofenol med et N-mono-substituert- eller N,N-disubstituert-karbamoylhalogenid i nærvær av en egnet syreakseptor.

Til herbicide anvendelser blandes de ovenfor definerte aktive m-ureidofenylkarbamater inn i herbicide preparater, i sammenblanding i herbicid effektive mengder med de hjelpemidler og bærere som normalt anvendes for å lette dispergeringen av aktive bestanddeler for landbruksmessige anvendelser, idet man erkjenner det faktum

at prepareringen og anvendelsesmåten av et giftstoff kan ha innvirkning på materialets aktivitet i et gitt tilfelle. Disse aktive herbicide forbindelser kan således prepareres som granulater med relativt stor partikkelstørrelse, som pulverformet støv, som fuktbare pulvere, som emulgerbare konsentrater, som oppløsninger eller som hvilke som helst av flere andre kjente typer preparater, avhengig av den ønskede anvendelsesmåte.

For pre-emergens-anvendelse påføres disse herbicide sammensetninger vanligvis enten som spray, forstøvninger, eller granulater i det område hvor det ønskes undertrykkelse av vegetasjonen. For postemergens-kontroll av godt tilvokste plant vekster er det mest vanlig å bruke spray eller forstøvninger. Disse preparater kan inneholde så lite som 0.5 til så mye som 95 vektprosent eller mer, aktiv bestanddel.

Støvformige partikler er frittflytende sammenblandinger av den aktive bestanddel med findelte faste stoffer, som f.eks. talk, naturleire, kiselgur, mel såsom valnøttskall eller bomullsfrømel, og andre organiske og anorganiske faste stoffer som virker som dispergeringsmidler og bærere for giftstoffet; idet disse findelte faste stoffer har en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på mindre enn 50 mikron. Et typisk støvformig preparat som er nyttig i forbindelse med foreliggende oppfinnelse, er et som inneholder 1 del av m-ureido-fenyl-karbamatet og 99.0 deler talk.

Fuktbare pulvere som også er egnede preparater både som pre- og post-emergens-herbicide, er i form av findelte partikler som lett dispergerer i vann eller andre dispergeringsmidler. Det fuktbare pulver anbringes sluttelig i jordsmonnet enten som et tørt støv eller som en emulsjon i vann eller annet væskemateriale. Typiske bærere for fuktbare pulver omfatter fullerjord, kaolinleire, silisiumoksyder og andre sterkt absorberende, lett fuktige uorganiske fortynningsmidler. Fuktbare pulvere fremstilles vanligvis slik at de inneholder 5 - 80% aktiv bestanddel, avhengig av bærerens absorberbarhet, og inneholder også vanligvis en liten mengde av et fuktmiddel, dispergeringsmiddel eller emulgeringsmiddel for å lette dispersjonen. Et egnet fuktbart pulverpreparat inneholder f.eks. 80.8 deler av m-ureidofenylkarbamatet, 17.9 deler "Palmetto"-leire og 1 del natriumlignosulfonat og 0.3 deler sulfonert alifatisk polyester som fuktemidler.

Andre egnede preparater for herbicide anvendelser er de emulgerbare konsentrater som er homogene væske- eller pasta-sammensetninger, og som er dispergerbare i vann eller annet dispergeringsmiddel, og kan bestå utelukkende av m-ureidofenylkarbamatet med et væskeformig eller fast emulgeringsmiddel, eller kan også inneholde en væskeformig bærer såsom xylen, tunge aromatiske naftaforbindelser, isoforon og andre ikke-flyktige organiske oppløsningsmidler. For herbicid anvendelse dispergeres disse konsentrater i vann eller annen væskeformig bærer, og anbringes normalt i form av en spray på området som skal behandles. Vektprosenten av den vesentlige aktive bestanddel kan variere ifølge måten på hvilken sammensetningen anbringes, men

omfatter hovedsakelig 0.5 til 95 vektprosent aktiv bestanddel av det herbicide preparat.

Typiske fuktemidler, dispergeringsmidler eller emulgeringsmidler som brukes i landbrukspreparater, omfatter f.eks. alkyl- og alkylarylsulfonatene og sulfatene og deres natriumsalter, polyhydriske alkoholder, og andre typer overflateaktive midler, og mange av disse er tilgjengelige i handelen. Når man benytter et overflateaktivt middel, består dette vesentlig av fra 1 til 15 vektprosent av den herbicide sammensetning.

Andre nyttige blandinger for herbicid anvendelse omfatter enkle oppløsninger av den aktive bestanddel i et dispergeringsmiddel, i hvilket den er fullstendig oppløselig ved den ønskede konsentrasjon, som f.eks. aceton, alkylerte naftalener, xylen eller andre organiske oppløsningsmidler. Granulære blandinger, hvori giftstoffet bæres på relativt grove partikler, er spesielt nyttige når det gjelder luftspredning eller når det gjelder å trenge gjennom vegetasjon som dekker avlingen. Sprayformig materiale under trykk, aerosoler, hvori den aktive bestanddel er dispergert i findelt form som et resultat av forstøvning av en lavtkokende dispergeringsmiddel-oppløsningsmiddelbærer, såsom "Freonene", kan også benyttes.

Fremstillingen, egenskapene og herbicid aktivitet av representative herbicide forbindelser som anvendes i foreliggende preparat, er videre illustrert i følgende eksempler. Alle prosent- og delangivelser er gitt som vektprosent og vektdele hvis ikke annet er angitt, og alle temperaturer er gitt i °C.

Eksempel 1 Fremstilling av herbicide egenskaper for m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbammat.

Mellomproduktet 3-(m-hydroksyfenyl)-1,1-dimetylurea ble laget som følger: En oppløsning av 22.9 deler m-aminofenol og 11.8 deler dimetylkarbamoylklorid i 200 deler 1,2-dimetoksyetan fikk anledning til å stå natten over ved romtemperatur. Den halvfast masse ble fortynnet med 100 deler vann, filtrert og det faste stoffet vasket med vann. Etter tørking i vakuum, ble det oppnådd 12.0 deler urensset 3-(m-hydroksyfenyl)1,1-dimetylurea som smeltet ved 198.5° - 200°. Omkrystallisering fra acetonitril ga rene hvite kubeformede krystaller med smeltepunkt på 200° - 201°C.

Analyse: Beregnet for $C_9H_{12}N_2O_2$:	C 60.0	H 6.7	N 15.5
Funnet:	C 60.1	H 6.6	N 15.4

Dette produkt ble omsatt med metylisocyanat som følger: Til en oppløsning av 18.0 deler 3-(m-hydroksyfenyl)-1,1-dimetylurea i 190 deler N,N-dimetylformamid ble det satt 2 - 3 dråper trietylamin. Metylisocyanat (8.0 deler) ble tilsatt dråpevis under omrøring, blandingen ble omrørt i 2 timer og gitt anledning til å stå ved romtemperatur natten over. Oppløsningsmidlet og overskudd av metylisocyanat ble fjernet under forminskett trykk, resten ble vasket med vann, filtrert og tørket slik at det ble dannet 20.1 deler urensset m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbammat, med smeltepunkt på 154° - 57°. Omkrystallisering fra etanol ga et produkt som smeltet ved 157.5 - 158.5°.

Analyse: Beregnet for $C_{11}H_{15}N_3O_3$: C 55.68 H 6.37 N 17.71
 Funnet: C 55.33 H 6.36 N 17.49

Pre-emergens-herbicide-aktiviteten til m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbammat ble demonstrert som følger: I store flate skåler ble det plassert, til en dybde på 7.5 cm, en 1:1 blanding av slamleire og sandholdig leirjord. I dette ble det deretter plantet frø av duskamarant (*Amaranthus retroflexus*), sareptasennep (*Brassica juncea*), blodhirse (*Digitaria sanguinalis*), stor busthirse (*Setaria italica*), vanlig lin (*Linum usitatissimum*), arve (*Cerastium vulgatum*), og vanlig salat (*Lactuca sativa*), i en dybde på 6 - 12 mm. Disse planter er representative for et bredt spektrum av plantesorter. Så snart som frøene var plantet og de store skålene vannet, ble giftstoffet sprøytet på jorden som en aceton-vann-oppløsning, i forhold som er ekvivalent med forskjellige doser giftstoff per mål, som vist i tabell 1 nedenfor. Både de behandlede planter og de ubehandlede kontrollene ble holdt i et drivhus i 2 - 3 uker, hvorefter giftstoffets virkning ble bestemt uttrykt som % ødeleggelse i forhold til den ubehandlede kontroll. Resultatene er gitt i følgende tabell:

Tabell 1. Pre-emergens-herbicide aktivitet for m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbammat

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse	
	170 g/mål	680 g/mål
Blodhirse	100	100
Vanlig lin	100	100
Stor busthirse	100	100
Sareptasennep	100	100
Arve	100	100
Duskamargant	100	100
Vanlig salat	100	100

Den slående effektivitet som observeres ved den vesentlige reduserte dose på 170 g/mål indikerer en uvanlig pre-emergens-effektivitet for det angjeldende herbicide.

Post-emergens-herbicide-aktiviteten for m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbammat ble demonstrert som følger: I steril leirjord ble det utplantet frø av mais (*Zea mays*), bomull (*Gossypium hirsutum*), peanøtter (*Arachis hypogaea*), soyabønner (*Glycine max*) og havre (*Avena sativa*), i en dybde på ca. 2.5 cm, og frø av vanlig lin (*Linum usitatissimum*), gulrot (*Daucus carota*), salat (*Lactuca sativa*), sareptasennep (*Brassica juncea*), blodhirse (*Digitaria sanguinalis*), duskamarant (*Amaranthus retroflexus*), og hønsehirse (*Echinochloa crusgalli*) i en dybde på 6 - 12 mm. Det utplantede materialet ble vannet, og frøene fikk anledning til å gro i et drivhus i 2 uker. Ved å holde de ubehandlede kontrollene adskilt, ble plantematerialet deretter sprøytet med en oppløsning i vandig aceton av m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-metylkarbammat i et

volum av aceton-vann ekvivalent med 38 liter/mål i forhold ekvivalente med forskjellige doser giftstoff per mål. Etter en periode på 16 dager ble antall overlevende planter telt og prosent ødeleggelse med hensyn til de ubehandlede kontroller ble bestemt. Resultatene er vist i tabell 2, for doser på 170 og 680 g/mål.

Tabell 2. Post-emergens herbicid aktivitet for m-(3,3-dimetyl-ureido)fenyl-N-metylkarbamat.

<u>Forsøksplantearter</u>	<u>Prosent ødeleggelse</u>	
	<u>170 g/mål</u>	<u>680 g/mål</u>
Blodhirse	95	100
Sareptasennep	100	100
Vanlig salat	100	100
Vanlig lin	100	100
Duskamarant	100	100
Mais	0 ^{xx)}	0 ^{x)}
Havre	100	100
Peanøtter	80 ^{x)}	100
Bomull	100	100
Soyabønner	100	100
Hønsehirse	90	100
Gulrot	100	100

xx) planter skadet, vil sannsynligvis komme seg igjen

x) planter skadet, vil sannsynligvis ikke komme seg igjen.

Den fremragende effektiviteten til dette herbicide middel i post-emergens anvendelser selv ved lave doser viser en uvanlig aktivitet i kontroll av plantevekst.

Mange andre forbindelser av den beskrevne klasse kan syntetiseres på lignende måte som angitt i eksempel 1. De eksempler som er angitt nedenunder, er representative for slike forbindelser. De tabeller som følger, illustrerer forbindelsenes herbicide egenskaper med hensyn til pre-emergens og post-emergens aktivitet.

Eksempel 2. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N,N-dimetylkarbamat.

Eksempel 3. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-etylkarbamat.

Eksempel 4. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-isopropylkarbamat.

Eksempel 5. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-isobutylkarbamat.

Eksempel 6. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-tert. -butylkarbamat.

Eksempel 7. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-allylkarbamat.

Eksempel 8. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)karbamat.

Eksempel 9. m-(3-metylureido)fenyl-N-metylkarbamat.

Eksempel 10. m-(3-metylureido)fenyl-N-sek. -butylkarbamat.

- Eksempel 11. m-(3-etylureido)fenyl-N-etylkarbamat.
Eksempel 12. m-(3-metylureido)fenyl-N,N-dimetylkarbamat.
Eksempel 13. m-(3-metyl-2-tioureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 14. m-(3-propylureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 15. m-(3-butylureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 16. m-(1,3-dimetylureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 17. m-(3-metylureido)fenyl-cykloheksylkarbamat.
Eksempel 18. m-(3-metylureido)fenyl-N-tert.-butylkarbamat.
Eksempel 19. m-(3-metylureido)fenyl-N-heksylkarbamat.
Eksempel 20. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-(2-metoksyetyl)-karbamat.
Eksempel 21. m-(3-metylureido)fenyl-N-allylkarbamat.
Eksempel 22. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-sek.-butylkarbamat.
Eksempel 23. m-(3-metylureido)fenyl-N-butylkarbamat.
Eksempel 24. m-(3-metylureido)fenyl-N-propylkarbamat.
Eksempel 25. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-heksylkarbamat.
Eksempel 26. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-neopentylkarbamat.
Eksempel 27. m-(3-isopropyl-1-metylureido)fenyl-N,N-diisopropylkarbamat.
Eksempel 28. m-(3-etylureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 29. m-(3-metylureido)fenyl-N-2-propynylkarbamat.
Eksempel 30. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-2-propynylkarbamat.
Eksempel 31. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-butylkarbamat.
Eksempel 32. m-(3-metylureido)fenyl-N-isopropylkarbamat.
Eksempel 33. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-oktylkarbamat.
Eksempel 34. m-(3-metylureido)fenyl-N-etylkarbamat.
Eksempel 35. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-propylkarbamat.
Eksempel 36. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-(2-metylallyl)-karbamat.
Eksempel 37. m-(1,3,3-trimetylureido)fenyl-N-tert.-butylkarbamat.
Eksempel 38. m-(3,3-dimetyl-2-tioureido)fenyl-N-2-propynylkarbamat.
Eksempel 39. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-4-morfolinkarboksylat.
Eksempel 40. m-[(piperidinokarbonyl)amino]fenyl-N-etylkarbamat.
Eksempel 41. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-1-piperidinkarboksylat.
Eksempel 42. m-(3-tert.-butylureido)fenyl-N-tert.-butylkarbamat.
Eksempel 43. m-(3,3-dietylureido)fenyl-N,N-dimetylkarbamat.
Eksempel 44. m-(3,3-dietyl-2-tioureido)fenyl-N-metylkarbamat.
Eksempel 45. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-cykloheksankarbamat.
Eksempel 46. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-N-N-dioktylkarbamat.
Eksempel 47. m-(3,3-dimetylureido)fenyl-cyklopropankarbamat.
Eksempel 48. m-(1,3-dimetylureido)fenyl-N-isopropylkarbamat.
Eksempel 49. m-(3-butyl-3-metylureido)fenyl-N-tert.-butylkarbamat.

- Eksempel 50. m-(3-isopropylureido)fenyl-N-tert. -butylkarbamat.
Eksempel 51. m-(3,3-diethylureido)fenyl-N-tert. -butylkarbamat.
Eksempel 52. m-(3-allylureido)fenyl-N-tert. -butylkarbamat.
Eksempel 53. m-(3,3-dimethylureido)fenyl-N,N-di-sek. -butylkarbamat.
Eksempel 54. m-(3-allyl-3-methylureido)fenyl-N-methylkarbamat.
Eksempel 55. m-(3-ethyl-3-methylureido)fenyl-N-isopentylkarbamat.
Eksempel 56. m-(3-cykloheksyl-3-methylureido)fenyl-N-isopropylkarbamat.
Eksempel 57. m-(3,3-diethylureido)fenyl-N-2-propynylkarbamat.

Tabell 3. Pre-emergens herbicid aktivitet for m-(3,3-dialkylureido)-fenyl-N-substituerte- og N,N-disubstituerte-karbamater

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse med 680 g/mål							
	<u>Eksempel 2</u>	<u>Eksempel 3</u>	<u>Eksempel 4</u>	<u>Eksempel 5</u>	<u>Eks. 6</u>	<u>Eks. 7</u>	<u>Eks. 8</u>	
blodhirse	100	100	100	100	100	100	90	
vanlig lin	100	100	-	-	-	100	100	
stor busthirse	100	100	100	100	100	100	25	
sareptasennep	100	100	100	100	100	100	-	
arve	100	100	100	100	100	-	100	
duskamarant	100	-	100	100	100	-	100	
vanlig salat	-	-	100	100	100	100	100	

Tabell 4. Post-emergens herbicid aktivitet for m-(3,3-dialkylureido)fenyl-N-substituerte- og N,N-disubstituerte-karbamater.

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse							
	Eksempel 2 170 g/mål	Eksempel 4 56,5 g/mål	Eksempel 5 56,5 g/mål	Eksempel 6 56,5 g/mål	Eksempel 7 170 g/mål	Eksempel 8 170 g/mål		
blodhirse	95	100	50	100	100	0		
sareptasennep	95	100	100	100	100	100		
stor busthirse	100	100	70	100	-	0		
vanlig salat	100	100	100	100	100	-		
vanlig lin	100	30	0	90	0	100		
duskamarant	-	100	100	100	100	100		
arve	-	100	100	100	-	100		
høsehirse	-	100	10	100	100	-		

Tabell 5. Pre-emergens herbicid aktivitet for m-(3-alkylureido og tioureido)fényl-N-substituerte og N,N-disubstituerte-karbamater.

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse med 680 g/mål									
	Eksempel 9	Eksempel 10	Eksempel 11	Eksempel 12	Eksempel 13	Eksempel 14	Eksempel 15			
blodhirse	100	-	90	50	80	25	100			
vanlig lin	100	100	100	100	100	95	30			
stor busthirse	100	100	100	95	20	20	100			
sareptasenep	100	100	100	100	100	100	100			
arve	100	100	100	100	100	100	100			
duskamarant	100	100	100	100	-	100	50			

Tabell 6. Post-emergens herbicid aktivitet for m-(3-alkylureido og tioureido)fenyl-N-substituerte- og N,N-disubstituerte-karbamater.

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse									
	Eksempel 9 453,5 g/mål	Eksempel 10 340 g/mål	Eksempel 11 453,5 g/mål	Eksempel 12 453,5 g/mål	Eksempel 13 453,5 g/mål	Eksempel 14 453,5 g/mål	Eksempel 15 453,5 g/mål			
blodhirse	95	100	20	75	25	0	0			
sareptasennep	100	100	100	100	100	100	100			
stor busthirse	100	100	10	95	-	0	20			
vanlig salat	-	-	-	-	100	-	-			
duskamarant	-	100	-	-	90	-	-			
arve	100	100	100	100	-	95	100			
gul reverumpe	100	-	90	100	-	0	50			

Tabell 7. Pre-emergens herbicid aktivitet for m-ureidofenylkarbamater

Forsøks- plantearter	Prosent ødeleggelse med 680 g/mål							
	Eksempel 16	Eksempel 17	Eksempel 18	Eksempel 19	Eksempel 20	Eksempel 21	Eksempel 22	
blodhirse	100	0	100	-	100	100	100	
vanlig lin	100	40	100	75	100	100	100	
stor bushhirse	80	25	100	60	100	100	100	
sareptasennep	100	100	100	100	-	100	100	
arve	100	-	100	100	100	-	100	
duskamarant	100	-	-	100	100	-	100	
kjempe	-	100	-	-	-	-	-	

Tabell 8. Post-emergens herbicid aktivitet for m-ureidofenyl-karbamater

Forsøks plantearter	Prosent ødeleggelse med 680 g/mål					
	Eksempel 16	Eksempel 17	Eksempel 18	Eksempel 20	Eksempel 21	Eksempel 22
blodhirse	70	-	100	0	100	100
sareptasennep	100	100	100	100	100	100
stor busthirse	100	60	-	10	100	-
vanlig salat	-	100	100	-	-	100
vanlig lin	100	-	100	60	40	100
duskamarant	100	100	100	100	100	-
arve	100	100	-	20	100	100
høsehirse	-	95	100	-	-	-

Tabell 9. Herbicid aktivitet for m-ureidofenyl-karbamater

Prosent ødeleggelse ved 680 g/mål							
Forsøks- plantearter	Pre-emergens			Post-emergens			
	Eksempel 30	Eksempel 39	Eksempel 43	Eksempel 51	Eksempel 26	Eksempel 36	Eksempel 46
blodhirse	100	100	100	100	-	-	95
vanlig lin	-	100	100	100	-	-	100
stor busthirse	100	100	100	100	100	100	100
sareptasenep	100	100	100	100	100	100	100
arve	100	100	-	-	100	100	-
duskamarant	100	100	-	-	100	100	-
vanlig salat	100	-	100	100	100	100	100
høsehirse	-	-	-	-	100	100	-

Tabellene 10 og 11, som er angitt i det følgende, viser data og resultater oppnådd ved sammenligning av den herbicide aktivitet til forbindelsene som benyttes i preparatet ifølge foreliggende oppfinnelse, med aktiviteten til kjente beslektede forbindelser. Det er således foretatt sammenligningsforsøk med forbindelser som er kjent fra US patentene nr. 2 776 196 og nr. 2 776 197 og med kommersielle forbindelser, hvilke forbindelser alle viser herbicid aktivitet. Forbindelsene som er undersøkt er i tabellene 10 og 11 angitt fra A til X og disse betegnelser står for kjemiske forbindelser hvis navn fremgår av følgende oversikt:

Forbindelse	Kjemisk betegnelse	Kommersiell betegnelse
I. Fra US patenter nr. 2 776 196 og nr. 2 776 197.		
A	fenyl N-cykloheksylkarbamat	
B	4-metylfenyl N-etylkarbamat	
C	fenyl N-butylkarbamat	
D	fenyl N-etylkarbamat	
E	2,4-diklorfenyl N-metylkarbamat	
F	2,4-diklorfenyl N-etylkarbamat	
II. Kommersielle herbicider.		
G	etyl N,N-dipropylkarbamat	EPTC
H	isopropyl N-fenylkarbamat	IPC
I	isopropyl N-(3-klorfenyl)-karbamat	C1 IPC
J	1,1-dimetyl-3-fenylurea	"Fenuron"
K	3-(4-klorfenyl)-1,1-dimetylurea	"Monuron"
L	3-(3,4-diklorfenyl)-1,1-dimetylurea	"Diuron"
III. Ifølge oppfinnelsen.		
M	m-(3-metyllureido)fenyl N-metylkarbamat	fra eksempel 9
N	m-(3,3-dimetyllureido)fenyl N-metylkarbamat	fra eksempel 1
O	m-(3,3-dimetyllureido)fenyl N,N-dimetylkarbamat	fra eksempel 2
P	m-(3-propyllureido)fenyl N-metylkarbamat	fra eksempel 14
Q	m-(3-etyllureido)fenyl N-etylkarbamat	fra eksempel 11
R	m-(3-metyllureido)fenyl N-tert-butylkarbamat	fra eksempel 18
S	m-(3,3-dimetyllureido)fenyl N-allylkarbamat	fra eksempel 7
T	m-(3,3-dimetyllureido)fenyl N-sek-butylkarbamat	fra eksempel 22
U	m-(3-metyllureido)fenyl N-sek-butylkarbamat	fra eksempel 10

Forbindelse	Kjemisk betegnelse	Kommersiell betegnelse
V	m-(3,3-dimetylureido)fenyl N-tert-butylkarbamät	fra eksempel 6
W	m-(3,3-dimetylureido)fenyl N-isopropylkarbamät	fra eksempel 4
X	m-(3,3-dimetylureido)fenyl N-isobutylkarbamät	fra eksempel 5

Tabellene 10 og 11 gir tilstanden for de overlevende planter samt antall drepte planter i prosent. Således betyr f. eks. angivelsen 5/0 at de overlevende planter hadde en tilstandsbedømmelse på 5 og at 0% av plantene ble drept. Angivelsen 100 betyr at alle plantene av arten ble drept ved den angitte mengde benyttet forbindelse.

Tilstandsbedømmelsene er gitt på grunnlag av følgende gradering:

- 5 = ingen forskjell fra ubehandlede planter
- 4 = svak skade som vil utbedres ved fortsatt vekst
- 3 = middels skade som muligens vil utbedres ved fortsatt vekst
- 2 = sterk skade som sannsynligvis tilslutt dreper planten
- 1 = meget sterk skade som vil drepe planten.

Tabell 10 (forts.)

	Mengde g/mål	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
Sennepsplanten	900	---	---	---	100	---	---	---	---	---
	680	---	---	---	100	100	100	---	100	100
	450	---	---	---	---	---	---	100	100	---
	112.5	---	---	100	---	---	---	---	---	---
	56.25	---	---	---	---	---	---	---	---	100
Blodhirse	900	---	---	---	1/90	---	---	---	---	---
	680	---	---	---	100	100	100	---	---	100
	450	---	---	---	---	---	---	4/0	3/20	---
	112.5	---	---	4/20	---	---	---	---	---	---
	56.25	---	---	---	---	---	---	---	---	100
Stor busthirse	680	---	---	---	100	100	100	---	3/25	---
	450	---	---	---	---	---	---	4/0	3/10	---
Høsehirse	680	---	---	---	100	100	100	---	2/90	100
Duskamarant	680*	---	---	---	100	100	---	---	100	100

Tabell 10 (forts.)

	Mengde g/mål	S	T	U	V	W	X
Limabønner	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	---	---	100	100	---
	56.25	---	---	---	100	100	100
Mais	680	100	---	---	---	---	---
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	---	---	100	100	---
	56.25	---	---	---	100	2/80	1/60
Bomull	680	100	---	---	---	---	---
	170	---	---	---	100	---	---
	56.25	---	---	---	100	100	2/40
Lin	680	1/95	100	100	100	---	---
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	2/50	---	---	---	---
	56.25	---	---	---	1/90	2/30	4/0
Havre	680	100	---	---	---	---	---
	170	---	---	---	100	---	---
	56.25	---	---	---	100	100	100
Gulrøtter	680	100	---	---	100	---	---
	56.25	---	---	---	100	100	100
Salat	680	100	100	---	100	100	100
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	100	---	100	100	---
	56.25	---	---	---	100	100	100

Tabell 10 (forts.)

	Mengde g/mål	S	T	U	V	W	X
Sennepsplanten	680	100	100	100	100	100	100
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	100	---	100	100	---
	56.25	---	---	---	100	100	100
Blodhirse	680	100	100	100	100	---	---
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	2/95	---	100	---	---
	56.25	---	---	---	100	100	3/50
Stor busthirse	680	---	---	---	100	100	100
	112.5	---	100	---	---	---	---
Hønschirse	680	100	---	---	100	100	100
	170	---	---	---	100	---	---
	112.5	---	3/95	---	---	---	---
Duskamarant	680	100	---	---	100	100	100
	112.5	---	100	---	---	---	---

Sammenligning av post-emergens herbicid aktivitet for kommersielle herbicider med forbindelser benyttet i preparatet ifølge oppfinnelsen.

	Mengde g/mål	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Limabønner	900	5/0	4/0	3/25	4/0	4/0	4/0	2/0	4/0	2/30
Mais	900	5/0	5/0	4/0	4/0	5/0	5/0	4/0	4/0	4/50
Bomull	900	5/0	4/0	2/60	4/0	5/0	4/0	3/0	3/0	100
Lin	900	5/0	4/50	100	3/40	4/0	3/0	1/90	2/40	100
Havre	900	5/0	5/0	4/0	4/0	5/0	5/0	3/0	3/0	2/0
Gulrøtter	900	5/0	3/75	3/0	4/0	5/0	5/0	3/30	4/0	4/0
Salat	900	5/0	100	100	4/0	4/0	5/0	100	100	100
Sennepsplanten	900	5/0	100	100	4/20	5/0	4/0	100	100	100
Blodhirse	900	5/0	4/25	3/0	4/0	5/0	5/0	100	3/20	100

Tabell II (forts.)

	Mengde g/mål	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
Limabønner	900	100	1/0	---	2/50	---	---	---	---	---
	680	---	---	100	---	100	100	---	---	100
	340	---	---	100	---	100	100	---	---	---
Mais	900	---	2/0	---	---	---	100	---	---	---
	680	100	---	2/40	1/80	100	1/0	---	---	100
	450	---	---	5/0	---	---	---	---	---	100
	340	---	---	3/40	---	1/0	100	---	---	---
Bomull	900	4/75	3/0	---	---	---	100	---	---	---
	680	100	---	3/80	100	100	100	---	---	100
	450	---	---	5/0	---	---	---	---	---	---
	340	---	---	4/20	---	100	100	---	---	---
Lin	900	100	1/20	---	100	---	100	---	---	---
	680	---	---	100	100	100	100	3/95	100	100
	340	---	---	---	---	100	100	---	---	---
Havre	900	1/90	100	---	3/10	---	---	---	---	---
	450	---	---	3/20	---	---	---	---	---	---
	340	---	---	---	---	100	100	---	---	---
Gulrøtter	900	100	1/90	---	100	---	---	---	---	---
	680	---	---	---	100	100	100	---	---	---
	340	---	---	100	---	100	100	---	---	---
Salat	900	100	1/0	---	100	---	---	---	---	---
	680	100	---	---	---	100	100	---	---	---
	450	---	---	---	---	---	---	---	---	100
	340	---	---	100	---	100	100	---	---	---
Sennepsplanten	900	100	100	---	100	---	100	---	---	---
	680	100	---	100	100	100	100	100	100	100
	450	---	---	100	---	---	---	---	---	100
	340	---	---	100	---	100	100	---	---	---
Blodhirse	900	100	---	---	100	---	100	---	---	---
	680	100	---	100	100	100	100	2/25	100	100
	450	---	---	100	---	---	---	---	---	---
	340	---	---	100	---	100	100	---	---	---

Tabell II (forts.)

	Mengde g/mål	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
Stor busthirse	900	---	---	---	100	---	---	---	---	---
	680	100	---	---	100	100	100	3/20	100	---
Hønsehirse	680	100	---	100	100	100	2/80	---	---	100
	450	---	---	2/80	---	---	---	---	---	---
Duskamarant	900	---	---	---	100	---	---	---	---	---
	680	---	---	100	100	100	100	100	100	100
	450	---	---	100	---	---	---	---	---	---

Tabell II (forts.)

	Mengde g/mål	S	T	U	V	W	X
Limabønner	680	---	---	---	100	---	---
	340	100	---	100	100	100	100
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	100	---	---	100	---	---
Mais	680	---	---	---	100	---	---
	340	100	100	---	100	100	100
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	3/40	---	---	100	---	---
Bomull	680	---	---	---	100	---	---
	340	100	1/80	100	100	---	100
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	3/80	---	---	100	---	---
Lin	680	100	100	100	100	---	---
	340	---	100	100	100	---	100
	84.5	4/0	---	---	100	---	---
		3/0	---	---	---	---	---
Havre	450	---	---	---	---	---	---
	340	---	---	---	100	---	---
	680	---	---	---	100	---	---
	340	100	---	---	100	100	100
Gulrøtter	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	3/95	---	---	100	---	---
	680	---	---	---	100	100	100
	340	100	100	100	100	100	100
Salat	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	100	---	---	100	---	---
	680	100	100	100	100	100	100
	450	100	---	---	---	---	---
Sennepsplanten	340	100	100	100	100	100	100
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	---	---	---	---	---	---
		100	---	---	---	---	---

Tabell II (forts.)

	Mengde g/mål	S	T	U	V	W	X
Blodhirse	680	100	100	---	100	100	100
	450	100	---	---	---	---	---
	340	100	100	100	100	---	100
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	---	---	---	100	---	---
Stor busthirse	680	---	100	---	100	100	100
	84.5	---	---	---	100	---	---
Høsehirse	680	---	---	---	100	---	---
	340	---	100	100	100	---	100
	450	2/35	---	---	---	---	---
	170	---	---	---	---	100	---
	84.5	---	---	---	100	---	---
Duskamarant	680	---	100	---	100	100	100
	450	100	---	---	---	---	---
	84.5	---	---	---	100	---	---

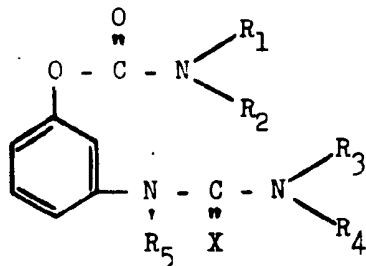
Av de ovenfor angitte tabeller fremgår det tydelig at forbindelsene som benyttes i preparatet ifølge foreliggende oppfinnelse har en mer fordelaktig herbicid aktivitet enn de tidligere kjente beslektede forbindelser.

Det er klart at den generiske klasse av m-ureido-fenyl-karbamater som er beskrevet og illustrert i det foregående, er karakterisert ved herbicid aktivitet, og at graden av denne aktivitet varierer blant spesielle forbindelser innen denne klasse, og i noen grad blant planteartene på hvilke disse forbindelser kan benyttes. Således kan valg av en spesiell herbicid forbindelse for kontroll av en spesiell plante lett foretas.

De aktive herbicide forbindelser som anvendes i foreliggende preparat, kan prepareres og/eller anvendes sammen med insekticider, fungicider, nematodicider, plantevekstregulerende midler, gjødningsstoffer og andre landbrukskjemikalier. Ved anvendelse av den aktive forbindelse benyttes selvfølgelig en effektiv mengde og konsentrasjon av m-ureido-fenylkarbamater.

Patentkrav

Herbicid preparat inneholdende et fenyلكarbamat, karakterisert ved at det som aktiv bestanddel inneholder en forbindelse med den generelle formel:



hvor X er oksygen eller svovel, R_1 er en alkyl-, alkenyl-, alkynyl- eller alkoksyalkylgruppe med 1 - 8 karbonatomer, eller en cykloalkylgruppe med 3 - 8 karbonatomer, R_2 er hydrogen eller alkyl med 1 - 8 karbonatomer, eller R_1 og R_2 danner sammen med det nitrogenatom de er festet til, en pyrrolidin-, piperidin- eller morfolinring, R_3 er en alkyl- eller alkenylgruppe med 1 - 6 karbonatomer, R_4 er hydrogen eller alkyl med 1 - 3 karbonatomer, og R_5 er hydrogen eller en metylgruppe.

Anførte publikasjoner:

Norsk utl. skrift nr. 118.324.

Britisk patent nr. 914.794

U.S. patent nr. 2.776.196 (71-111), 2.776.197 (71-70)

J. Agr. Food Chem., Vol. 2, p. 356-63 (1954)