



**NORGE**

**[NO]**

**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

**[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 149063**  
**[C] (45) PATENT MEDDELT -**  
**8. FEB. 1984**

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 07 C 127/19, A 01 N 47/32

(21) Patentsøknad nr. 772679

(22) Inngitt 28.07.77

(24) Løpedag 28.07.77

(41) Alment tilgjengelig fra 31.01.78

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 31.10.83

(30) Prioritet begjært 29.07.76, Forbundsrepublikken Tyskland, nr.  
P 26 34 455

(54) Oppfinnelsens benevnelse Carbaminsyreestere med herbicid virkning.

(71)(73) Søker/Patenthaver SCHERING AKTIENGESELLSCHAFT BERLIN UND BERGKAMEN,  
Müllerstrasse 170-178, D-1 Berlin 65,  
Waldstrasse 14, D-4619 Bergkamen,  
Forbundsrepublikken Tyskland.

(72) Oppfinner FRIEDRICH ARNDT,  
Berlin,  
LUDWIG NUSSLEIN,  
Berlin,  
Forbundsrepublikken Tyskland.

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo.

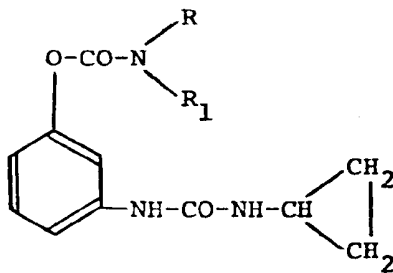
(56) Anførte publikasjoner BRD (DE) off.skrift nr. 2558078  
BRD (DE) utl.skrift nr. 1518815  
USA (US) patent nr. 3434822

Foreliggende oppfinnelse angår nye carbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-estere med herbicid virkning.

Den herbicide virkning av visse carbaminsyre-[3-(3-alkylureido)-fenyl]-estere er kjent fra DE 1518815 (tilsvarer U.S. 3.434.822). Den herbicide virkning av disse kjente forbindelser er imidlertid ikke alltid tilstrekkelig (se forsøks-tabellen s. 18).

Oppgaven ved foreliggende oppfinnelse er derfor å utvikle et herbicid middel som oppviser en sterkere herbicid virkning enn de tidligere kjente midler.

Denne oppgave løses ifølge oppfinnelsen ved et herbicid middel som er karakterisert ved at det inneholder minst én forbindelse med den generelle formel:



hvor R og R<sub>1</sub>, som er like eller forskjellige, er hydrogen, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alkyl, allyl eller C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>-cycloalkyl.

Forbindelsene ifølge oppfinnelsen har sterke herbicide egenskaper og overtreffer i dette henseende overraskende kjente konstitusjonsanaloge forbindelser med samme virknings-type. De oppviser dessuten interessante selektive herbicide egenskaper.

Forbindelsene ifølge oppfinnelsen utmerker seg ved en bred jord- og bladherbicid virkning. De kan derfor anvendes med hell til bekjempelse av en- og tofrøbladede ugress hvorved de på grunn av de selektive egenskaper uten videre kan anvendes i nytteplantekulturer, som f.eks. jordnøtt, poteter, ris, erter og korn uten å skade disse.

Anvendelsen kan skje såvel preemergens som postemergens, hvorved åkerugress som f.eks. Sinapis, Stellaria, Senecio, Matricaria, Ipomoea, Chrysanthemum, Lamium, Centaurea, Amaranthus, Alopecurus, Echinochloa, Setaria, Sorghum, Lolium og andre ugress kan bekjempes.

Ved bekjempelse av frøugress kreves i alminnelighet påføringsmengder fra ca. 0,5 kg virkestoff pr. ha til ca. 5 kg virkestoff pr. ha.

I høyere påføringsmengder er forbindelsene ifølge oppfinnelsen også med fordel egnet som totalherbicider for tilintetgjørelse eller undertrykkelse av en brakkmarkflora i løpet av en vegetasjonsperiode.

Forbindelsene ifølge oppfinnelsen kan anvendes enten alene, i blanding med hverandre eller med andre virkestoffer.

Alt etter det ønskede formål kan f.eks. til dette formål anvendes de følgende herbicide virkestoffer, som eventuelt også først umiddelbart før anvendelsen kan tilsettes forbindelsene ifølge oppfinnelsen:

substituerte aniliner,  
substituerte aryloxycarboxylsyrer såvel som deres salter,  
estere og amider,  
substituerte ethere,  
substituerte arsonsyrer såvel som deres salter, estere og amider,  
substituerte benzimidazoler,  
substituerte benzisothiazoler,

substituerte benzthiadiazinondioxyder,  
substituerte benzoxaziner,  
substituerte benzoxazinoner,  
substituerte benzthiazoler,  
substituerte benzthiadiaziner,  
substituerte biureter,  
substituerte kinoliner,  
substituerte carbamater,  
substituerte alifatiske carboxylsyreer såvel som deres salter,  
    estere og amider,  
substituerte aromatiske carboxylsyreer såvel som deres salter,  
    estere og amider,  
substituerte carbamoylalkyl-thio- eller -dithiofosfater,  
substituerte kinazoliner,  
substituerte cycloalkylamidocarbothiolsyreer såvel som deres salter,  
    ter, estere og amider,  
substituerte cycloalkylcarboxylamido-thiazoler,  
substituerte dicarboxylsyreer såvel som deres salter, estere og  
    amider,  
substituerte dihydrobenzofuranylsulfonater,  
substituerte disulfider,  
substituerte dipyridyliumsalter,  
substituerte dithiocarbamater,  
substituerte dithiofosforsyreer såvel som deres salter, estere og  
    amider,  
substituerte ureaer,  
substituerte hexahydro-1H-carbothioater,  
substituerte hydantoiner,  
substituerte hydrazider,  
substituerte hydrazoniumsalter,  
substituerte isoxazolpyrimidoner,  
substituerte imidazoler,  
substituerte isothiazolpyrimidoner,  
substituerte ketoner,  
substituerte naphthokinoner,  
substituerte alifatiske nitriler,  
substituerte aromatiske nitriler,  
substituerte oxadiazoler,

substituerte oxadiazinoner,  
substituerte oxadiazolidindioner,  
substituerte oxadiazindioner,  
substituerte fenoler såvel som deres salter og estere,  
substituerte fosfonsyrer såvel som deres salter, estere og amider,  
substituerte fosfoniumklorider,  
substituerte fosfonalkylglyciner,  
substituerte fosfiter,  
substituerte fosforsyrer såvel som deres salter, estere og amider,  
substituerte piperidiner,  
substituerte pyrazoler,  
substituerte pyrazolalkylcarboxylsyrer såvel som deres salter,  
estere og amider,  
substituerte pyrazoliumsalter,  
substituerte pyrazoliumalkylsulfater,  
substituerte pyridaziner,  
substituerte pyridazoner,  
substituerte pyridincarboxylsyrer såvel som deres salter, estere  
og amider,  
substituerte pyridiner,  
substituerte pyridincarboxylater,  
substituerte pyridinoner,  
substituerte pyrimidoner,  
substituerte pyrrolidincarboxylsyrer såvel som deres salter,  
estere og amider,  
substituerte pyrrolidiner,  
substituerte arylsulfonsyrer såvel som deres salter, estere og  
amider,  
substituerte styrener,  
substituerte tetrahydro-oxadiazindioner,  
substituerte tetrahydromethanoindener,  
substituerte tetrahydro-diazol-thioner,  
substituerte tetrahydrothiadiazin-thioner,  
substituerte tetrahydro-thiadiazindioner,  
substituerte thiadiazoler,  
substituerte aromatiske thiocarboxylsyreamider,  
substituerte thiocarboxylsyrer såvel som deres salter, estere  
og amider,

substituerte thiolcarbamater,  
substituerte thiofosforsyrer såvel som deres salter, estere og  
amider,  
substituerte triaziner,  
substituerte triazoler,  
substituerte uraciler og  
substituerte uretidindioner.

Dessuten kan også andre tilsetninger anvendes, f.eks. ikke-fytotoksiske tilsetninger som kan gi en synergisk virknings-  
økning med herbicider, som fuktemidler, emulgatorer, oppløsnings-  
midler og oljeaktige tilsetninger.

Fortrinnsvis blir foreliggende virkestoffer eller deres  
blandinger anvendt i form av preparater, som pulvere, strømidler,  
granulater, oppløsninger, emulsjoner eller suspensjoner, under  
tilsetning av flytende og/eller faste bærere, hhv. fortynnings-  
midler og eventuelt fukte-, hefte-, emulgerings- og/eller disper-  
geringshjelpemidler.

Egnede flytende bærere er f.eks. vann, alifatiske og  
aromatiske hydrocarboner. som benzen, toluen, xylene, cyclohexa-  
non, isoforon, dimethylsulfoxyd, dimethylformamid og dessuten  
mineraloljefraksjoner.

Som faste bærere er mineraljord, f.eks. tonsil, silica-  
gel, talkum, kaolin, attaclay, kalksten, kieselsyre og plantepro-  
dukter som f.eks. mel, egnet.

Av overflateaktive stoffer kan nevnes:  
f.eks. calciumligninsulfonat, polyoxyethylenalkyl-fenyl-ether,  
nafthalensulfonsyrer og deres salter, fenolsulfonsyrer og deres  
salter, formaldehydkondensater, fettalkoholsulfater såvel som  
substituerte benzensulfonsyrer og deres salter.

Mengden av virkestoffet eller virkestoffene i de for-  
skjellige preparater kan variere innen vide grenser. Eksempel-  
vis inneholder midlet ca. 10 til 80 vekt% virkestoff, ca. 90 til  
20 vekt% flytende eller fast bærer såvel som eventuelt inntil  
20 vekt% overflateaktive midler.

Påføringen av midlet kan skje på vanlig vis, f.eks. med  
vann som bærer i sprøytevasker fra ca. 100 til 1000 l/ha. Anven-

149063

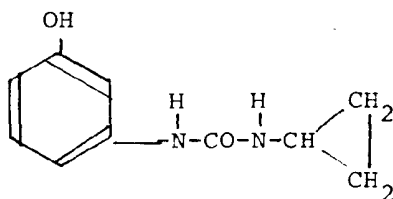
6

delsen av midlet i såkalte "Low-Volume"- og "Ultra-Low-Volume"- fremgangsmåter er likeledes mulig og også deres påføring i form av såkalte mikrogranulater.

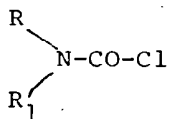
Av forbindelsene ifølge oppfinnelsen utmerker særlig slike seg ved en fremragende herbicid virkning, som har den ovenfor angitte formel hvor R og R<sub>1</sub>, som er like eller forskjellige, er hydrogen, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alkyl, allyl eller C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>-cycloalkyl.

De tidligere ikke kjente forbindelser kan f.eks. fremstilles ved at

1-cyclopropyl-3-(3-hydroxyfenyl)-urea med formelen:

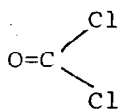


a) omsettes med carbamoylklorider med den generelle formel:

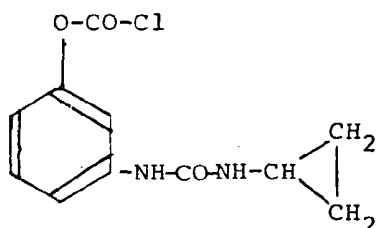


i nærvær av et syrebindende middel, eller

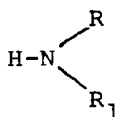
b) omsettes med fosgen med formelen:



til forbindelser med formelen:

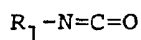


eventuelt i nærvær av et syrebindende middel, og derpå omsettes med et amin med den generelle formel:



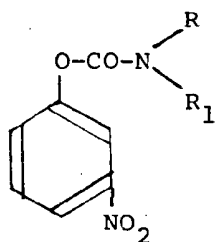
eller

- c) når R er hydrogen, omsettes med et isocyanat med den generelle formel:

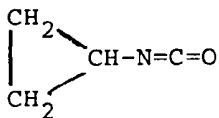


eller

carbaminsyre-(3-nitrofenyl)-estere med den generelle formel:



hydrogeneres katalytisk, fortrinnsvis under anvendelse av Raney-nikkel, til de tilsvarende aminer, som derpå omsettes med cyclopropylisocyanat med formelen:



til det ønskede sluttprodukt, og at denne forbindelse isoleres på i og for seg kjent vis, idet R og R<sub>1</sub> er som ovenfor angitt.



Som syrebindende middel kan anvendes alle vanlige midler av denne type. Til dette egner seg organiske baser som tertiære aminer, f.eks. triethylamin eller N,N-dimethylanilin eller pyridinbaser og egnede uorganiske baser som oxyder, hydroxyder og carbonater av alkali- og jordalkalimetaller. Flytende organiske baser kan samtidig tjene som oppløsningsmiddel. Et overskudd av aminer ifølge variant b kan eventuelt tjene som syrebinder.

1-cyclopropyl-3-(3-hydroxyfenyl)-urea med smeltepunkt  $154^{\circ}$  C kan lett fremstilles fra m-aminofenol og cyclopropylisocyanat.

Omsetningen av reaktantene skjer mellom  $0^{\circ}$  og  $120^{\circ}$  C, men i alminnelighet ved værelsetemperatur.

Til syntese av forbindelsene ifølge oppfinnelsen anvendes reaktantene i ekvimolare mengder.

Egnede reaksjonsmedier er oppløsningsmidler som er inerte overfor reaktantene. Som slike kan følgende nevnes: alifatiske og aromatiske hydrocarboner som petrolether, cyclohexan, benzen, toluen og xylen, halogenerte hydrocarboner som methylenklorid, kloroform, carbontetraklorid og halogenerte ethylen, etheraktige forbindelser som diethylether, tetrahydrofuran og dioxan, ketoner som aceton og methylisobutylketon og isoforon. Estere som eddiksyremethyl- og -ethylester, syreamider som dimethylformamid og hexamethylfosfortriamid, carboxylsyrenitriler som acetonitril og mange andre.

Isoleringen av de dannede forbindelser ifølge oppfinnelsen skjer ved tungtoppløselige stoffer ved filtrering, ved lettere oppløselige ved avdestillering av det anvendte oppløsningsmiddel ved normalt eller nedsatt trykk eller ved utfelning med mindre polare organiske oppløsningsmidler, f.eks. hydrocarboner eller ethere som petrolether og diisopropylether og andre.

De følgende eksempler belyser fremstillingen av forbindelsene ifølge oppfinnelsen.

#### Eksempel 1

Til en oppløsning av 11,5 g 1-cyclopropyl-3-(3-hydroxyfenyl)-urea tilsettes under omrøring 6,6 g butylisocyanat og 3 dråper triethylamin. Under henstand over natten faller en gela-

tinøs masse ut, som avsuges og vaskes med diisopropylether. Man får på denne måte 14,0 g (80,3 % av det teoretiske) butylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester med smeltepunkt 154° C.

Analyse: Beregnet C 61,84 %, H 7,27 %, N 14,42 %

Funnet C 61,78 %, H 7,68 %, N 14,61 %

#### Eksempel 2

19,2 g 1-cyclopropyl-3-(3-hydroxyfenyl)-urea suspenderes i 60 ml pyridin og under omrøring tilsettes en oppslemning av 76,5 g N-ethyl-N-fenyl-carbamoylchlorid i 70 ml pyridin. Der omrøres ved 70° C i 3 timer inntil man får en klar oppløsning. Etter avkjøling til værelsetemperatur tilsettes reaksjonsblandingen til isvann, blandingen surgjøres med saltsyre og det utskilte stoff ekstraheres med metylenklorid. Den organiske fase vaskes med fortynnet saltsyre og vann, tørres over magnesiumsulfat og oppløsningsmidlet avdestilleres i vakuum. Residuet omkrystalliseres fra diisopropylether.

Utbytte: 29,7 g (87,6 % av det teoretiske) N-ethyl-N-fenylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester med smeltepunkt 120° C.

Analyse: Beregnet C 67,24 %, H 6,24 %, N 12,38 %

Funnet C 67,55 %, H 6,33 %, N 11,99 %

På analogt vis kan de følgende forbindelser ifølge oppfinnelsen fremstilles.

#### Forbindelsens navn

#### Fysikalske konstanter

|                                                               |              |
|---------------------------------------------------------------|--------------|
| Methylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester      | Sm.p. 143° C |
| Ethylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | Sm.p. 170° C |
| Cyclopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester | Sm.p. 184° C |
| t-butylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester     | Sm.p. 137° C |

| <u>Forbindelsens navn</u>                                    | <u>Fysikalske konstanter</u> |
|--------------------------------------------------------------|------------------------------|
| Isopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropyl-ureido)-fenyl]-ester | Sm.p. 180°C (spaltning)      |
| Allylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropyl-ureido)-fenyl]-ester     | Sm.p. 153°C                  |
| Propylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropyl-ureido)-fenyl]-ester    | Sm.p. 160°C                  |
| Cyclohexylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester | Sm.p. 182°C                  |
| Dimethylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropyl-ureido)-fenyl]-ester  | Sm.p. 118°C                  |
| Diallylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropyl-ureido)-fenyl]-ester   | Sm.p. 66°C                   |

Forbindelsene ifølge oppfinnelsen er farve- og luktløse krystallinske stoffer som er uoppløselige i vann og upolare organiske oppløsningsmidler som hydrocarboner, måtelig oppløselige i ethere, ketoner, estere, carbonitriler og alkoholer, men derimot godt oppløselige i polare organiske oppløsningsmidler som dimethylsulfoxyd, dimethylformamid og lavere carboxylsyre.

De følgende utførelseseksempler tjener til å belyse anvendelsesmulighetene av forbindelsene ifølge oppfinnelsen.

#### Eksempel 3

I drivhus ble de i tabellen anførte forbindelser ifølge oppfinnelsen i påføringsmengder på 5 kg virkestoff pr. ha, suspendert i 500 l vann pr. ha, i preemergens- og postemergensmetodene sprøytet på Sinapis og Solanum som forsøksplanter. 3 uker etter behandlingen ble behandlingsresultatet bedømt, idet

0 = ingen virkning, og

4 = tilintetgjørelse av plantene.

Som det sees av tabellen, ble der som regel oppnådd tilintetgjørelse av forsøksplantene.

| Forbindelse ifølge<br>oppfinnelsen                            | Pre-emergens |         | Post-emergens |         |
|---------------------------------------------------------------|--------------|---------|---------------|---------|
|                                                               | Sinapis      | Solanum | Sinapis       | Solanum |
| Methylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester      | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Ethylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Cyclopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester | 4            | 4       | 4             | 4       |
| t-butylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester     | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Isopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester   | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Allylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Propylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester      | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Butylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Cyclohexylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester  | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Dimethylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester    | 4            | 4       | 4             | 4       |
| Diallylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester     | 4            | 4       | 4             | 4       |

0 = ingen virkning

4 = tilintetgjørelse av plantene

Eksempel 4

I et drivhus ble de i de etterfølgende tabeller angitte planter ved pre-emergens-metoden behandlet med de nedenfor angitte midler ifølge oppfinnelsen med en påføringsmengde på 3 kg virkestoff pr. ha. Som sammenligningsmiddel tjente N-propyl-[N'-(3-N"-methylcarbamoxyloxy)-fenyl]-urea.

Midlene befant seg i sitt begynnelsesstadium. Midlene ble påført som suspensjoner. De påførte vannmengder tilsvarte 500 l/ha. Etter 14 dager ble behandlingsresultatet bedømt. (0 = total tilintetgjørelse, 10 = ingen beskadigelse).

Verdiene i de etterfølgende tabeller viser klart den gode kulturforlikelighet av midlene ifølge oppfinnelsen, mens det kjente sammenligningsmiddel ikke oppviste tilstrekkelig herbicid virkning.

Pre-emergens-metoden

| Forbindelser ifølge<br>opfinnelsen                            | Jordnøtt | Potet | Erter | Ris | Stellaria | Senecio | Matricaria | Lamium | Centaura | Amaranthus | Chrysanthemum | Ipomea | Avena | Alopecurus | Echinochloa | Setaria | Digitaria | Sorghum | Poa |
|---------------------------------------------------------------|----------|-------|-------|-----|-----------|---------|------------|--------|----------|------------|---------------|--------|-------|------------|-------------|---------|-----------|---------|-----|
| Methylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester      | 10 8     | -     | 7     | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 2          | 3           | 0       | 0         | 2       | 4   |
| Ethylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | 10 9     | -     | 10    | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 2          | 2           | 0       | 0         | 1       | 1   |
| Cyclopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester | 10 10    | 10    | 10    | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 1          | 1           | 0       | 0         | 0       | 2   |
| t-butylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester     | 10 10    | -     | 8     | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 0          | 0           | 0       | 0         | 1       | 0   |
| Isopropylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester   | 10 10    | -     | -     | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 0          | 0           | 0       | 0         | 0       | 0   |
| Allylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester       | 10 10    | 10    | -     | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 1          | 1           | 0       | 0         | 3       | 1   |
| Propylcarbaminsyre-[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester      | 10 8     | -     | -     | 0   | 0         | 0       | 0          | 0      | 0        | 0          | 0             | 0      | 0     | 0          | 0           | 0       | 0         | 0       | 0   |

Forbindelse ifølge  
opfinnelsen

|    |               |
|----|---------------|
| 10 | Jordhøtt      |
| 8  | Potet         |
| 10 | Erter         |
| 8  | Ris           |
| 0  | Stellaria     |
| 0  | Senectio      |
| 0  | Matricaria    |
| 0  | Lamium        |
| 0  | Centaurea     |
| 0  | Amaranthus    |
| 0  | Chrysanthemum |
| 0  | Ipomea        |
| 0  | Avena         |
| 0  | Alopecurus    |
| 0  | Echinochloa   |
| 0  | Setaria       |
| 0  | Digitaria     |
| 2  | Sorghum       |
| 0  | Poa           |

(Ifølge DT-OS 1518815)

UBEHANDLEDE KONTROLLER

[illegible]

149063

Eksempel 5

I drivhus ble de i den etterfølgende tabell angitte planter i post-emergens-metoden behandlet med de nedenfor anførte forbindelser ifølge oppfinnelsen med påføringsmengder på 3 kg virkestoff pr. ha. Som sammenligningsmiddel tjente N-propyl-[N'-(3-N"-methylocarbamoyloxy)-fenyl]-urea.

Plantene befant seg i det unge stadium. Midlene ble påført som suspensjoner. Den anvendte vannmengde tilsvarte 500 l/ha. Etter 14 dager ble behandlingsresultatet bedømt. (0 = total tilintetgjørelse, 10 = ingen beskadigelse).

Verdiene i den etterfølgende tabell viser tydelig den gode kulturforlikelighet og herbicide virkning av midlene ifølge oppfinnelsen, mens det kjente sammenligningsmiddel ikke oppviste tilstrekkelig herbicid virkning.







Sammenligningsforsøk

Sammenligning av den herdicide virkning av foreliggende forbindelser med forbindelsene ifølge DE 1518815.

Foreliggende forbindelser ble prøvet med hensyn til deres ugressbekjempende virkning og deres herbicide virkning på kulturplanter av artene jordnøtt, potet og ris.

Forbindelsene ble under drivhusbetingelser påført som vandige suspensjoner i en påføringsmengde av 3 kg virkestoff pr. ha med 500 l vann.

Anvendelsen skjedde preemergens.

Som ugress ble en bestand av flere ugress anvendt som var avpasset i naturlige forhold og besto av ugressartene Senecio, Centaurea, Chrysanthemum, Ipomea, Polygonum og Alopecurus.

Bedømmelsen skjedde 3 uker etter behandling ved visuelle kontroller etter bedømmelsesskjemaet "0" til "10", hvor

- 0 = total tilintetgjørelse
- 1 = 90% beskadigelse
- 2 = 80% beskadigelse
- 3 = 70% beskadigelse
- 4 = 60% beskadigelse
- 5 = 50% beskadigelse
- 6 = 40% beskadigelse
- 7 = 30% beskadigelse
- 8 = 20% beskadigelse
- 9 = 10% beskadigelse
- 10 = ingen beskadigelse

# Forsøksresultater

Forbindelser ifølge fore-  
liggende oppfinnelse

|                                                               | Kulturplanter |       |     |  | Ugress  |          |               |        |           |
|---------------------------------------------------------------|---------------|-------|-----|--|---------|----------|---------------|--------|-----------|
|                                                               | Jordnøtt      | Potet | Ris |  | Senecio | Centaura | Chrysanthemum | Ipomea | Polygonum |
| Methylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester      | 10            | 8     | 7   |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Ethylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester       | 10            | 9     | 10  |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Cyclopropylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester | 10            | 10    | 10  |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| t-butylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester     | 10            | 10    | 8   |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Isopropylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester   | 10            | 10    | 10  |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Allylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester       | 10            | 10    | 10  |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Propylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester      | 10            | 8     | 10  |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| Butylcarbaminsyre-(3-(3-cyclopropylureido)-fenyl)-ester       | 10            | 8     | 8   |  | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |

149063

20

| Sammenligningsmiddel ifølge<br>DE 1518815              | Kulturplanter |       |     | Ugress  |           |          |        |           |                 |  |
|--------------------------------------------------------|---------------|-------|-----|---------|-----------|----------|--------|-----------|-----------------|--|
|                                                        | Jordnøtt      | Potet | Ris | Senecio | Centaura- | Chrysan- | Ipomea | Polygonum | Alope-<br>curus |  |
| m-(3-propylureido)-fenyl-N-<br>methylocarbamat         | 10            | 10    | 10  | 5       | 5         | 5        | 5      | 5         | 5               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-methylocarbamat     | 4             | 4     | 4   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N,N-dimethylocarbamat | 5             | 4     | 5   | 3       | 3         | 3        | 3      | 3         | 3               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-ethylocarbamat      | 2             | 1     | 3   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-isopropylocarbamat  | 3             | 1     | 4   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-isobutylocarbamat   | 1             | 1     | 1   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-t-butylocarbamat    | 0             | 0     | 0   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-<br>N-allylocarbamat      | 1             | 1     | 2   | 0       | 0         | 0        | 0      | 0         | 0               |  |
| m-(3-methylureido)-fenyl-N-<br>methylocarbamat         | 7             | 6     | 7   | 4       | 4         | 4        | 4      | 4         | 4               |  |

Sammenligningsmiddel ifølge  
DE 1518815

|                                                      | Kulturplanter |       |     |  | Ugress  |          |               |        |           |
|------------------------------------------------------|---------------|-------|-----|--|---------|----------|---------------|--------|-----------|
|                                                      | Jordnøtt      | Potet | Ris |  | Senecio | Centaura | Chrysanthemum | Ipomea | Polygonum |
| m-(3-methylureido)-fenyl-N-sek-butylcarbammat        | 3             | 3     | 4   |  | 2       | 2        | 2             | 2      | 2         |
| m-(3-ethylureido)-fenyl-N-ethylcarbammat             | 5             | 4     | 6   |  | 3       | 3        | 3             | 3      | 3         |
| m-(3-methylureido)-fenyl-N,N-dimethylcarbammat       | 6             | 6     | 6   |  | 4       | 4        | 4             | 4      | 4         |
| m-(3-methyl-2-thioureido)-fenyl-N-methylcarbammat    | 10            | 10    | 10  |  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3-butylureido)-fenyl-N-methylcarbammat            | 10            | 10    | 10  |  | 9       | 9        | 9             | 9      | 9         |
| m-(2,3-dimethylureido)-fenyl-N-methylcarbammat       | 10            | 10    | 10  |  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3-methylureido)-fenylcyclohexancarbammat          | 10            | 10    | 10  |  | 9       | 9        | 9             | 9      | 9         |
| m-(3-methylureido)-ureido-N-hexylcarbammat           | 10            | 10    | 10  |  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-[(piperidincarbonyl)-amino]-fenyl-N-ethylcarbammat | 10            | 10    | 10  |  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |

149063

22

| Sammenligningsmiddel ifølge<br>DE 1518815            | Kulturplanter |       |     | Ugress  |          |               |        |           |
|------------------------------------------------------|---------------|-------|-----|---------|----------|---------------|--------|-----------|
|                                                      | Jordnøtt      | Potet | Ris | Senecio | Centaura | Chrysanthemum | Ipomea | Polygonum |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-piperidincarboxylat     | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3-t-butylureido)-fenyl-N-t-butylcarbammat         | 10            | 10    | 10  | 8       | 8        | 8             | 8      | 8         |
| m-(3,3-diethylureido)-fenyl-N,N-dimethylcarbammat    | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3,3-diethyl-2-thioureido)-fenyl-N-methylcarbammat | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-cyclohexancarbammat     | 5             | 5     | 5   | 5       | 5        | 5             | 5      | 5         |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-N,N-dioctylcarbammat    | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-cyclopropancarbammat    | 0             | 0     | 0   | 0       | 0        | 0             | 0      | 0         |
| m-(1,3-dimethylureido)-fenyl-N-isopropylcarbammat    | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3-butyl-3-methylureido)-fenyl-N-t-butylcarbammat  | 9             | 9     | 9   | 9       | 9        | 9             | 9      | 9         |

Sammenligningsmiddel ifølge  
DE 1518815

|                                                         | Kulturplanter |       |     | Ugress  |          |               |        |           |
|---------------------------------------------------------|---------------|-------|-----|---------|----------|---------------|--------|-----------|
|                                                         | Jordnøtt      | Potet | Ris | Senecio | Centaura | Chrysanthemum | Ipomea | Polygonum |
| m-(3-isopropylureido)-fenyl-N-t-butylcarbam             | 1             | 1     | 1   | 2       | 2        | 2             | 2      | 2         |
| m-(3,3-diethylureido)-fenyl-N-t-butylcarbam             | 7             | 8     | 9   | 7       | 7        | 7             | 7      | 7         |
| m-(3-allylureido)-fenyl-N-t-butylcarbam                 | 1             | 1     | 1   | 1       | 1        | 1             | 1      | 1         |
| m-(3,3-dimethylureido)-fenyl-N,N-di-sek-butylcarbam     | 8             | 8     | 8   | 8       | 8        | 8             | 8      | 8         |
| m-(3-allyl-3-methylureido)-fenyl-N-methylcarbam         | 9             | 10    | 9   | 9       | 9        | 9             | 9      | 9         |
| m-(3-ethyl-3-methylureido)-fenyl-N-isopentylcarbam      | 6             | 6     | 6   | 5       | 5        | 5             | 5      | 5         |
| m-(3-cyclohexyl-3-methylureido)-fenyl-N-isopropylcarbam | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| m-(3,3-diethylureido)-fenyl-N-2-propynylcarbam          | 7             | 5     | 5   | 4       | 4        | 4             | 4      | 4         |
| Ubehandlede kontroller                                  | 10            | 10    | 10  | 10      | 10       | 10            | 10     | 10        |
| 0 = total tilintetgjørelse                              |               |       |     |         |          |               |        |           |
| 10 = ingen beskadigelse                                 |               |       |     |         |          |               |        |           |



Forsøksbedømmelse

Resultatene viser at forbindelsene ifølge oppfinnelsen forbausende nok tilintetgjør ugressene totalt, mens forbindelsene ifølge DE 1518815 overveiende oppviste svak eller sågar ingen virksomhet.

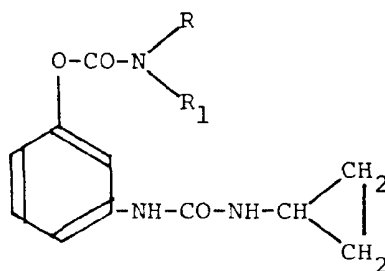
Resultatene viser dessuten at forbindelsene ifølge oppfinnelsen oppviser en fremragende selektiv virkning i kulturplantekulturer av jordnøtt, potet og endog ris, som selv ved påføringsmengder på 3 kg virkestoff pr. ha oppviste liten eller overveiende sløtt ingen beskadigelse.

Forbindelsene ifølge DE 1518815 viste derimot overveiende ingen selektivitet, eller såfremt en slik var tilstede, heller ingen herbicid virkning mot ugress.

Av dette fremgår at forbindelsene ifølge oppfinnelsen er fremragende egnet til selektiv ugressbekjempelse i jordnøtt-, potet- og riskulturer ved preemergens-behandling, hvilket forbindelsene ifølge DE 1518815 ikke er.

P a t e n t k r a v

1. Nye carbaminsyreestere med herbicid virkning,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at de har den generelle  
formel



hvor R og R<sub>1</sub>, som er like eller forskjellige, er hydrogen,  
C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alkyl, allyl eller C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>-cycloalkyl.

2. Carbaminsyreester ifølge krav 1,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at den er butylcarbaminsyre-  
[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester.
3. Carbaminsyreester ifølge krav 1,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at den er methylcarbaminsyre-  
[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester.
4. Carbaminsyreester ifølge krav 1,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at den er ethylcarbaminsyre-  
[3-(3-cyclopropylureido)-fenyl]-ester.