

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 158201

Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11)	158 201	(44)	05.01.83	3(51)	A 01 N 37/24
(21)	AP A 01 N / 228 416 5	(22)	18.03.81		
(31)	133696	(32)	25.03.80	(33)	US

(71) siehe (73)

(72) Alt, Gerhard H., US

(73) Monsanto CO, Missouri, US

(74) Patentanwaltsbüro Berlin, 1130 Berlin, Frankfurter Allee 286

(54) Herbizidzubereitung

(57) Die Erfindung betrifft eine Gruppe von N-Hydrocarbyloxy-methyl-2-halogenacetanilid-verbindungen, Herbizidzubereitungen, welche diese Verbindungen als Wirkstoff enthalten, sowie Verfahren zur Anwendung dieser Herbizid in verschiedenen Nutzpflanzenkulturen, insbesondere bei Zuckerrüben. Die erfindungsgemäßen Herbizide sind besonders wirksam gegen einjährige Gräser, einschließlich schwer abzutötender schmalblättriger Unkräuter wie Alopecurus myosuroides, Avena fatua und Bromus tectorum, sowie andere vorherrschende Gräser wie Setaria lutescens, Echinochloa crus-galli, Digitaria sanguinalis, einjähriges Ryegrass, usw.

Herbizidzubereitungen, die 2-Halogenacetanilide enthaltenAnwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft Herbizidzubereitungen, die als Wirkstoff 2-Halogenacetanilide enthalten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Unter den Veröffentlichungen, die für diese Erfindung relevant sind, finden sich zahlreiche Beschreibungen von 2-Halogenacetaniliden, die unsubstituiert, oder mit einer Vielzahl von Substituenten am Anilidstickstoffatom oder am Anilidring substituiert sein können, z. B. mit Alkyl-, Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Halogen- oder anderen Radikalen.

Den erfindungsgemäßen Verbindungen, die durch ein Alkoxymethyl- oder Alkenyloxymethylradikal am Anilidstickstoff, ein Alkoxyradikal in einer ortho-Stellung und ein spezifisches Alkyllradikal in der anderen ortho-Stellung gekennzeichnet sind, entsprechen, soweit bekannt, am ehesten diejenigen der US-PSen 3 442 945 und 3 547 620, und zwar vor allem die Verbindungen 2'-tert.-Butyl-2-chlor-N-methoxymethyl-6'-methoxyacetanilid und ihr Brom analog (vgl. Beispiele 18 und 34 in US-PS 3 547 620 und Beispiele 18 und 36 in US-PS 3 442 945).

In den US-PSen 4 070 389 und 4 152 137 werden allgemeine Formeln dargestellt, welche Verbindungen der Art, wie sie in den

228416 5

- 2 -

US-PSEN 3 442 945 und 3 547 620 beschrieben sind, umfassen.

Die einzige beschriebene Beispiel-Verbindung, die ein Alkylradikal in der einen ortho-Stellung und ein Alkoxyradikal in der anderen ortho-Stellung besitzt, hat jedoch ein Alkoxyethylradikal am Anilidstickstoffatom; Verbindungen dieser Art werden unten im Einzelnen besprochen.

Andere weniger relevante Veröffentlichungen sind die BE-PS 810 763 und die Deutsche Anmeldung 2 402 983; zu den darin beschriebenen Verbindungen gehören Verbindungen der Art, wie sie in den US-PSEN 4 070 389 und 4 152 137 beschrieben sind, und die durch ein Alkoxyalkylradikal mit 2 oder mehr Kohlenstoffatomen zwischen dem Anilidstickstoffatom und dem Sauerstoffatom des Alkoxyanteils gekennzeichnet sind. Die nächstliegenden spezifischen Darstellungen in der BE-PS 810 763 und der Deutschen Anmeldung 2 402 983 sind Verbindungen, die ein Ethoxyethylradikal am Anilidstickstoffatom, ein Methoxy- oder Ethoxyradikal in einer ortho-Stellung, und ein Methyl-, Ethyl- oder Isopropylradikal in der anderen ortho-Stellung besitzen (vgl. 810 763, Verbindungen Nr. 7, 13, 18 bis 20 und 26); es werden auch andere weniger relevante Homologe dieser Verbindungen beschrieben, so z.B. die Verbindungen Nr. 6, 9, 16 und 17, die Methoxyethyl- oder Methoxypropylradikale am Stickstoffatom, ein Methoxy- oder Ethoxyradikal in einer ortho-Stellung und ein Methylradikal in der anderen ortho-Stellung substituiert haben.

228416 5

-3-

In der US-PS 3 442 945 sind einige Herbizid-Daten enthalten, die sich auf diejenigen oben erwähnten Verbindungen beziehen, deren chemische Konfiguration den erfindungsgemäßen Verbindungen am nächsten verwandt ist; auch werden einige Daten für andere homologe und analoge Verbindungen aufgeführt, die in ihrer chemischen Struktur weniger nah verwandt sind, z.B. die Verbindungen 6 und 9 der BE-PS 810 763. Insbesondere beschreiben diese Referenzen zwar herbizide Aktivitäten gegenüber einer Vielzahl von Unkräutern, sie enthalten aber keine Daten über Verbindungen, die zusätzlich und/oder gleichzeitig die schwer abzutötenden schmalblättrigen Unkräuter wie *Alopecurus myosuroides*, *Avena fatua*, flauelige Trespe und andere Unkräuter, wie gelben Fuchsschwanz (*Setaria lutescens*), einjähriges Ryegrass, *Echino-chloa crus-galli* und *Digitaria sanguinalis* kontrollieren; die BE-PS 810 763 enthält allerdings Daten, die eine gute Kontrolle über *Avena fatua* und undefinierte Spezies verschiedener anderer Unkräuter bei Zuckerrüben zeigen. Wie nachfolgend gezeigt werden wird, besitzen die erfindungsgemäßen Verbindungen jedoch im Vergleich mit den bekannten homologen Verbindungen unerwartet überlegene Eigenschaften als selektive Herbizide bei Zuckerrüben.

Ein Nachteil vieler bekannter Herbizide ist die Begrenzung ihrer Anwendbarkeit auf bestimmte Bodenarten, d.h., während einige Herbizide in Böden mit geringem organischen Anteil wirksam sind, sind sie in anderen Böden mit hohen organi-

schen Anteilen unwirksam, oder umgekehrt. Es ist daher von Vorteil, wenn ein Herbizid in allen Bodenarten von leicht organischen Böden bis zu schweren Tonen und Torferden brauchbar ist.

Ein weiterer Nachteil einiger bekannter Herbizide ist die mangelnde Fortdauer der Unkrautkontrolle bei schweren Regenfällen, welche die Herbizide auslaugen.

Schließlich besteht ein Nachteil einiger Herbizide in der Notwendigkeit, daß man aufgrund ihrer Toxizität besondere Vorkehrungen für ihre Handhabung treffen muß. Ein Herbizid soll also auch sicher zu handhaben sein.

Ziel der Erfindung

Die Erfindung betrifft daher eine Gruppe herbizider Verbindungen, die die oben erwähnten Nachteile bekannter Herbizide vermeiden und eine Vielzahl von Vorteilen bieten, die bisher in einer einzigen Herbizidgruppe nicht vereinigt waren.

Die Erfindung stellt Herbizide zur Verfügung, die selektiv verschiedene Unkräuter kontrollieren, insbesondere einjährige Gräser, einschließlich die schwer abzutötenden schmalblättrigen Unkräuter wie Alopecurus myosuroides, Avena fatua und flaumige Trespe, sowie andere einjährige Gräser wie gelber

Fuchsschwanz, Echinochloa crus-galli, Digitaria sanguinalis und einjähriges Ryegrass, insbesondere bei Zuckerrüben.

Ferner betrifft die Erfindung Herbizide, die in einem weiten Bereich von Böden wirksam sind, so von leicht bis mittleren organischen Böden bis zu schweren Tonen oder Torferden.

Die Erfindung betrifft ferner Herbizide, die bei schweren Regenfällen gegen Auslaugen beständig sind. Schließlich haben die erfindungsgemäßen Herbizide den Vorteil, daß sie unschädlich sind und keine besonderen Handhabungsvorkehrungen notwendig machen.

Aus der nachfolgenden detaillierten Beschreibung werden diese und andere Aufgaben der Erfindung noch besser ersichtlich.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung betrifft herbizid wirksame Verbindungen, herbizide Zubereitungen, die diese Verbindungen als Wirkstoffe enthalten, sowie Verfahren zur Verwendung dieser Herbizid-Zubereitungen in bestimmten Kulturen.

Es wurde nunmehr gefunden, daß eine selektive Gruppe von 2-Halogenacetaniliden, die durch spezifische Kombinationen von Alkoxytmethyl- oder Alkenyloxymethylradikalen am Anilid-stickstoffatom, spezifische Alkoxyradikale in einer ortho-Stellung und ein C₁₋₃ Alkyl-, d.h. Methyl-, Ethyl- oder Isopropylradikal in der anderen ortho-Stellung gekennzeichnet sind, im Vergleich zu bekannten Herbiziden, einschließlich

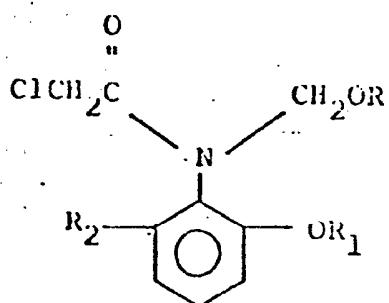
-6-
-5-

228416 5

der am nächsten verwandten bekannten homologen Verbindungen, unerwartet überlegene und hervorragende Eigenschaften als Zuckerrüben-Herbizide besitzen.

Eine wesentliche Eigenschaft der erfindungsgemäßen Herbizidzubereitungen ist ihre Fähigkeit, schmalblättrige Unkräuter in Zuckerrüben zu kontrollieren, insbesondere die schwer abzutötenden Spezies wie *Avena fatua* und *Alopecurus myosuroides*, sowie weniger resistente Spezies wie gelber Fuchsschwanz, *Echinochloa crus-galli*, *Digitaria sanguinalis* und andere schädliche Unkräuter.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen sind durch die Formel



gekennzeichnet, worin

R Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, Isobutyl, Allyl oder Butenyl bedeutet;

R₁ Methyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl oder Isoamyl und

R₂ Methyl, Ethyl oder Isopropyl bedeuten, mit der Maßgabe daß,

wenn R₂ Isopropyl bedeutet, R Ethyl, und R₁ n-Butyl

228416 5

darstellen;

wenn R_2 Ethyl bedeutet, R Ethyl, n-Propyl oder Allyl,

und R_1 n-Butyl oder Isobutyl darstellen;

wenn R n-Propyl bedeutet,

R_1 n-Butyl oder Isobutyl darstellt;

wenn R Isopropyl bedeutet, R_1 Isobutyl darstellt;

wenn R Isobutyl bedeutet, R_1 n-Propyl, Isopropyl, Isobutyl oder Isoamyl darstellt, und, wenn R Butenyl bedeutet, R_1 Methyl darstellt.

Besonders interessante und brauchbare erfindungsgemäße Verbindungen sind diejenigen, bei denen in der obigen Formel R ein C_{2-4} Alkylradikal, vorzugsweise Ethyl, n-Propyl oder Allyl, R_1 ein C_3 oder C_4 Alkyl, insbesondere n-Butyl oder Isobutyl, und R_2 Methyl oder Ethyl bedeuten.

Besondere erfindungsgemäße Verbindungen sind:

N-(Isobutoxymethyl)-2'-isopropoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(Isobutoxymethyl)-2'-isoamyloxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(n-Propoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(Ethoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid;

N-(Isobutoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(Isopropoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(Isobutoxymethyl)-2'-n-propoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(2-Buten-1-yloxymethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid;

N-(n-Propoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid;

N-(Allyloxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid;

N-(Ethoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid;

und

N-(Allyloxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid.

Die Brauchbarkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen als Wirkstoffe in den damit hergestellten Herbizidzubereitungen, sowie das Anwendungsverfahren werden unten beschrieben.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können auf verschiedene Weise hergestellt werden. So können sie z.B. auf dem Azomethinweg erzeugt werden, der in den oben erwähnten US-PSEN 3 442 945 und 3 547 620 beschrieben ist. Bei diesem Azomethinverfahren wird das geeignete primäre Anilin mit Formaldehyd zu dem entsprechenden Methylenanilin (substituiertes Phenylazomethin) umgesetzt, das dann mit einem Halogenacetylierungsmittel wie Chloracetylchlorid oder Chloracetylanhydrid umgesetzt wird. Anschließend wird mit dem geeigneten Alkohol zu dem entsprechenden N-Alkoxyethyl-2-chloracetanilid als Endprodukt umgesetzt.

Ein weiteres Verfahren für die Herstellung erfindungsgemäßer Verbindungen sieht eine N-Alkylierung des Anions des geeigneten sekundären 2-Halogenacetanilids mit einem Alkylierungsmittel unter basischen Bedingungen vor.

In Beispiel 1 wird die Anwendung dieser N-Alkylierung zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Verbindung beschrieben. Ein modifiziertes N-Alkylierungsverfahren wird in Beispiel 2 für die Herstellung einer anderen erfindungsgemäßen Verbindung beschrieben. Das in Beispiel 2 beschriebene modifi-

zierte N-Alkylierungsverfahren sieht die *in situ* Herstellung von Halogenmethylalkyl- oder -alkenylethern vor, die als Ausgangsmaterialien in den N-Alkylierungsverfahren verwendet werden.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

5,6 g (0,022 mol) 2'-Isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid, 4,75 g (0,44 mol) Chlormethyl-n-propylether und 2,0 g Benzyltriethylammoniumchlorid wurden in 250 ml Methylenchlorid gemischt und abgekühlt. Bei 15 °C wurden zu dem Gemisch 50 ml 50%iges NaOH auf einmal zugegeben und 2 Stunden gerührt, dann wurden 100 ml kaltes Wasser zugesetzt. Die Schichten wurden getrennt, mit Wasser ausgewaschen, dann über MgSO₄ getrocknet und mit Kugelrohr verdampft, was 6,5 g (90% Ausbeute) klares Öl ergab, Kp. 130 °C bei 0,04 mm Hg.

Elementaranalyse: Berechnet für C₁₇H₂₆ClNO₃ (%):

C: 62,28; H: 7,99; Cl: 10,81;

Gefunden: C: 62,27; H: 8,01; Cl: 10,81.

Das Produkt wurde als N-(n-Propoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid identifiziert.

Beispiel 2

In diesem Beispiel wird eine Modifikation des in Beispiel 1 beschriebenen N-Alkylierungsverfahrens beschrieben. Bei dieser Ausführungsform wird das Alkylierungsmittel *in situ* her-
-/20

gestellt, wodurch der Vorgang effektiver, wirtschaftlicher und einfacher wird.

Zu einem gekühlten Gemisch aus 4,6 g (0,1 mol) Ethanol, 1,5 g (0,05 mol) wasserfreiem Paraformaldehyd und 100 ml Methylenchlorid wurden 6,1 g (0,05 mol) Acetylchlorid gegeben; das Gemisch wurde gerührt, bis der gesamte Paraformaldehyd gelöst war. Zu diesem Gemisch wurden dann 5,1 g (0,018 mol) 2'-n-Butoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid, 2,0 g Benzyltriethylammoniumchlorid und 40 ml Methylenchlorid gegeben. Das Gemisch wurde auf 15 °C abgekühlt und 50 ml 50%iges NaOH wurde auf einmal zugegeben und 2 h gerührt. Die Schichten wurden getrennt, mit Wasser ausgewaschen, über MgSO₄ getrocknet und mit Kugelrohr verdampft, was 4,6 g (77% Ausbeute) gelbe Flüssigkeit ergab, Kp. 125 °C bei 0,07 mm Hg.

Elementaranalyse: Berechnet für C₁₈H₂₈ClNO₃ (%):

C: 63,24; H: 8,26; Cl: 10,37;

Gefunden: C: 63,23; H: 8,29; Cl: 10,37.

Das Produkt wurde als N-(Ethoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid identifiziert.

Beispiele 3 bis 12

Mit praktisch dem gleichen Verfahren und den gleichen Bedingungen wie in den Beispielen 1 oder 2, jedoch unter Verwendung des geeigneten sekundären Anilids und Alkylierungsmittels als Ausgangsstoffe, sowie geeigneter Mengen davon, wurden die

228416 5

entsprechenden N-(Alkoxyethyl- oder Alkenyloxymethyl)-2-halogenacetanilide hergestellt; diese Verbindungen sind in Tabelle I zusammengestellt, zusammen mit einigen ihrer Materialeigenschaften.

Tabelle IElementaranalyse

Beisp. Nr.	Verbindung	Empirische Formel	Kp. °C (mm Hg)	Ele- ment	Bc- rech- net	Gc- fun- den
3	N-(Isobutoxymethyl)- 2'-isobutoxy-6'-methyl-2'- chloracetanilid	C ₁₈ H ₂₈ ClNO ₃	115 (0,02)	C 63,24 H 8,26	C 63,19 H 8,30	
4	N-(Isopropoxymethyl)-2'- isobutoxy-6'-methyl-2'- chloracetanilid	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₃	120 (0,03)	C 62,28 H 7,99	C 62,26 H 7,99	
5	N-(2-Buten-1-oxymethyl)-2'- methoxy-6'-methyl-2-chlor- acetanilid	C ₁₅ H ₂₀ ClNO ₃	114 (0,03)	C 60,50 H 6,77	C 60,38 H 6,83	
6	N-(Isobutoxymethyl)-2'- isopropoxy-6'-methyl-2'- chloracetanilid	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₃		C 62,28 H 7,99	C 62,33 H 8,04	
7	N-(Isobutoxymethyl)-2'- isoamyoxy-6'-methyl-2'- chloracetanilid	C ₁₉ H ₃₀ ClNO ₃	120 (0,025)	C 64,12 H 8,50	C 64,12 H 8,57	
8	N-(Isobutoxymethyl)-2'-n- propoxy-6'-methyl-2-chlor- acetanilid	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₃	127 (0,08)	C 62,28 H 7,99	C 62,20 H 8,06	
				C 10,81	C 10,88	

- 12 -
- 14 -

228416 5

228416 5

- 13 -
~~4~~

Tabelle I
Elementaranalyse

Beisp. Nr.	Verbindung	Empirische Formel	Kp. °C (mm Hg)	Ele- ment net	Be- rech- net	Ge- fun- den
9	N-(n-Propoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid	C ₁₈ H ₂₈ ClNO ₃	117 (0,02)	C 63,24 H 8,26 Cl 10,37	C 63,24 H 8,26 Cl 10,42	63,31 8,27
10	N-(Allyloxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid	C ₁₈ H ₂₆ ClNO ₃	123 (0,04)	C 63,61 H 7,71 Cl 10,43	C 63,61 H 7,71 Cl 10,42	63,60 7,74
11	N-(Ethoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₃	132 (0,07)	C 62,28 H 7,99 Cl 10,81	C 62,28 H 7,99 Cl 10,82	62,27 8,02
12	N-(Allyloxymethyl)-2'-iso-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid	C ₁₈ H ₂₆ ClNO ₃	124 (0,02)	C 63,61 H 7,71 Cl 10,43	C 63,61 H 7,71 Cl 10,45	63,61 7,71

Die in den obigen Beispielen als Ausgangsmaterialien verwendeten sekundären Anilide werden mit bekannten Verfahren hergestellt, z.B. mit Halogenacetylierung des entsprechenden primären Amins unter Verwendung von Halogenacetylierungsmitteln wie einem Halogenacetylhalogenid oder -anhydrid. Die geeignete Menge des geeigneten primären Amins wird gewöhnlich in einem Lösungsmittel wie Methylenchlorid, das eine Base wie z.B. 10%iges NaOH enthält, gelöst und kräftig gerührt, während mit einer Lösung des Halogenacetylhalogenids, z.B. Chloracetylchlorid gemischt wird; dabei wird von außen auf z.B. 15-25 °C abgekühlt. Die Schichten werden getrennt, und die organische Lösungsmittelschicht mit Wasser ausgewaschen, getrocknet und im Vakuum verdampft.

Die zur Herstellung der sekundären Anilide verwendeten primären Amine können ebenfalls mit bekannten Verfahren hergestellt werden, z.B. mittels katalytischer Reduktion des entsprechenden, in geeigneter Weise substituierten Nitrobenzols, z.B. 2-Alkoxy-6-alkylnitrobenzol, in einem Lösungsmittel wie einem Alkohol, z.B. Ethanol, und unter Verwendung eines Platinoxidkatalysators.

Wie erwähnt, erwiesen sich die erfindungsgemäßen Verbindungen als effektive Herbizide, vor allem als Vorauflauf-Herbizide, obwohl auch Nachauflauf-Aktivität gezeigt werden konnte. Die aufgeführten Vorauflauf-Tests umfassen sowohl Treibhaus- wie Feldtests. Bei den Treibhaustests wird das Herbizid entweder

nach dem Pflanzen von Samen oder Ablegern auf die Oberfläche aufgebracht, oder es wird in eine bestimmte Menge Erde eingearbeitet, die als Deckschicht über Testsamen in eingesäten Testbehältern gebreitet werden soll .. Bei den Feldtests wird das Herbizid vor dem Pflanzen in die Erde eingearbeitet ("P.P.I."), d.h., es wird auf die Erdoberfläche ausgebracht, dann eingearbeitet, anschließend werden die Kulturpflanzensamen ausgepflanzt; das Herbizid kann auch auf die Oberfläche ausgebracht werden ("S.A.", Oberflächenanwendung), nachdem die Kulturpflanzensamen ausgepflanzt worden sind.

Das im Treibhaus verwendete Oberflächen-Testverfahren ("S.A") wird folgendermaßen ausgeführt:

Container, z.B. Aluminiumpfannen, mit etwa 24x13x7 cm, oder Plastiktöpfe mit etwa 9,5x9,5x8 cm, mit Abflußlöchern im Boden, werden bis zum Rand mit Ray Schluff-Lehmerde gefüllt, die dann bis zu einer Höhe von 1,3 cm unterhalb des Topfrandes festgeklopft wird. Die Töpfe werden dann mit einer zu testenden Pflanzenart eingesät und mit einer 1,3 cm hohen Schicht der Testerde bedeckt. Das Herbizid wird dann mit einer Gürtelsprüber auf die Erdoberfläche aufgebracht (187 Liter pro Hektar, 2,11 kp/cm²). Jeder Topf wird von oben mit 0,64 cm Wasser begossen, dann werden die Töpfe auf Treibhaustische gestellt und nach Bedarf von unten bewässert. Bei einem alternativen Verfahren kann die Bewässerung von oben auch entfallen. Etwa 3 Wochen nach der Behandlung wird die Wirkung des Herbizids festgestellt.

228416 5

Die Herbizidbehandlung durch Einarbeiten in den Boden ("S.I.") geschieht bei Treibhaustests folgendermaßen:

Guter Mutterboden wird in Aluminiumpfannen gegeben und bis zu 1 bis 1,3 cm unterhalb des Randes festgeklopft. Auf die Erde wird eine Anzahl Samen oder Ableger verschiedener Pflanzenarten gegeben. Die zum vollständigen Auffüllen der Pfannen nach dem Einsäen oder Bepflanzen benötigte Erde wird in eine Pfanne gewogen. Die Erde und eine bekannte Menge Wirkstoff in Form einer Lösung oder einer Suspension von benetzbarem Pulver werden gründlich gemischt und zum Abdekken der vorbereiteten Pfannen verwendet. Nach der Behandlung erhalten die Pfannen eine anfängliche Bewässerung von oben, die 0,64 cm Regen entspricht, dann werden sie nach Bedarf von unten bewässert, so daß angemessene Feuchtigkeit für Keimen und Wachstum vorhanden ist. Die Bewässerung von oben kann auch entfallen. Beobachtung erfolgt etwa 2 bis 3 Wochen nach Aussaat und Behandlung.

In den Tabellen II und III sind die Ergebnisse von Tests zusammengestellt, die zur Bestimmung der herbiziden Vorauflauf-Aktivität der erfindungsgemäßen Verbindungen durchgeführt wurden; bei diesen Tests erfolgte die Anwendung der Herbizide nur durch Einarbeiten in die Erde, die Bewässerung erfolgte nur von unten; ein - bedeutet, daß die angegebene Pflanze nicht getestet wurde. Die Bewertung des herbiziden Effekts erhielt man mit Hilfe einer festen Skala, die auf der prozentualen Schädigung jeder Pflanzenspezies beruht. Die Bewertungen

- 17 -

- 16 -

228416 5

sind wie folgt definiert:

<u>% Kontrolle</u>	<u>Bewertung</u>
0 - 24	0
25 - 49	1
50 - 74	2
75 - 100	3

Die in einer Testreihe verwendeten Pflanzenspezies, für welche die Daten in Tabelle II zusammengefaßt sind, sind gemäß der folgenden Legende mit Buchstaben gekennzeichnet:

A	Canada Thistle	Ackerkratzdistel	Cirsium arvense
B	Cocklebur		Xanthium pensylvanicum
C	Velvetleaf		Abutilon theophras
D	Morningglory	Winde	Ipomoea sp.
E	Lambsquarters	Melde	Chenopodium album
F	Smartweed		Polygonum sp.
G	Yellow Nutsedge		Cyperus esculentus
H	Quackgrass	Quecke	Agropyrum repens
I	Johnsongrass		Sorghum halepense
J	Downy Brome	flaumige Trespe	Bromus tectorum
K	Barnyardgrass		Echinochloa crus-galli

-18-

-19-

228416 5

Tabelle II

Vorauflauf-Test

Pflanzenspezies

Verb. von Beisp.Nr.	kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	11,2	3	1	2	2	3	3	3	3	3	3	3
	5,6	3	0	2	2	3	2	3	3	3	3	3
2	11,2	1	1	2	2	3	3	3	3	3	3	3
	5,6	0	-	2	1	3	2	3	3	3	3	3
	1,12	0	-	1	0	1	1	2	1	0	3	3
3	11,2	0	0	0	3	2	3	3	3	1	3	3
	5,6	0	0	0	0	2	1	1	3	3	3	3
4	11,2	3	0	2	2	3	3	3	3	2	3	3
	5,6	2	1	2	2	2	2	3	3	1	3	3
5	11,2	2	1	0	1	3	2	3	3	1	3	3
	5,6	1	0	0	3	1	1	3	3	0	3	3
6	11,2	2	1	1	1	3	3	3	3	3	3	3
	5,6	2	1	1	2	3	3	3	3	0	3	3
7	11,2	3	0	1	1	3	2	3	3	0	3	3
	5,6	2	0	2	1	3	2	3	3	1	3	3
8	11,2	3	1	0	2	3	3	3	3	3	3	3
	5,6	3	2	0	2	3	3	3	3	3	3	3
9	11,2	3	0	0	0	2	1	3	2	1	3	3
	5,6	3	1	0	0	2	1	3	2	0	3	3
10	11,2	-	0	1	1	2	2	3	3	3	3	3
	5,6	-	0	0	0	3	2	2	3	3	3	3
11	11,2	3	1	2	2	3	2	3	3	3	3	3
	5,6	2	1	2	2	3	2	3	3	1	3	3
12	11,2	3	-	0	1	3	3	3	3	3	3	3
	5,6	2	0	1	1	1	1	3	2	1	3	3

-19-
-18-

2284165

Die Verbindungen wurden ferner mit dem obigen Verfahren an den folgenden Pflanzenspezies getestet:

L	Soybean	Sojabohnen	
M	Sugarbeet	Zuckerrüben	
N	Wheat	Weizen	
O	Rice	Reis	
P	Sorghum	Sorghum	
B	Cocklebur	Xanthium pensylvanicum	
Q	Wild Buckwheat	Winden-Knöterich	Polygonum convolvulus
D	Morningglory	Ipomoea sp.	
R	Hemp sesbania	Sesbania exaltata	
E	Lambsquarters	Melde	Chenopodium album
F	Smartweed	Polygonum sp.	
C	Velvetleaf	Abutilon theophrasti	
J	Downy brome	flaumige Trespe	Bromus tectorum
S	Panicum species	Panicum spp.	
K	Barnyardgrass	Echinochloa crus-galli	
T	Crabgrass	Digitaria sanguinalis	

Die Ergebnisse sind in Tabelle III zusammengestellt.

- 20 -

- 10 -

228416 5

Tabelle III

Vorauflauf-Test

Pflanzenspezies

H	3	3	3	3	3	3
K	3	3	3	3	3	3
J	3	3	3	3	3	3
C	3	3	3	3	3	3
E	3	3	3	3	3	3
D	1	0	0	0	0	0
R	3	2	1	0	0	0
Q	3	3	0	0	2	0
B	3	1	0	1	0	0
P	0	0	0	0	0	0
O	3	1	2	0	0	0
N	0	0	0	0	0	0
M	3	3	3	2	0	0
N	3	3	2	2	1	0
M	3	0	0	0	0	0
P	3	4	0	0	0	0
H	1	0	0	0	0	0

<u>Verb. von</u>	<u>Beisp. Nr.</u>	<u>kg/ha</u>
1	1	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01
2	2	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01
3	3	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01
4	4	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01 0,00
5	5	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01

228416 5

-21-

-20-

Tabelle III-Fortsetzung
Voraufbau-Test

Verb. von Beisp.-Nr.	kg/ha	Pflanzenspezies														
		L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K
6	5,6 1,12 0,28 0,06															
7																
8																
9																
10																

228416 5

- 22 -

- 21 -

Tabelle III - Fortsetzung
Voraufflauf-Test

Verb. von Beisp.Nr.	kg/ha	Pflanzenspezies														
		I	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K
11	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01	1 0 0 0 0	2 1 0 1 0	3 3 2 0 0	3 0 2 0 0	1 0 0 1 0	2 0 0 0 0	2 0 0 1 0	0 0 0 1 0	1 0 0 0 0	5 0 0 0 0	1 0 0 0 0	3 0 0 0 0	3 0 0 0 0	3 3 3 3 3	1
12	5,6 1,12 0,28 0,06 0,01	0 0 0 0 0	3 4 1 0 0	3 4 1 0 0	3 4 1 0 0	3 4 1 0 0	3 4 1 0 0	1 0 0 0 0	3 2 1 0 0	1 0 0 0 0	1 0 0 0 0	2 1 0 0 0	2 1 0 0 0	2 1 0 0 0	3 3 3 3 3	1

Es wurde gefunden, daß die erfindungsgemäßen Herbizide unerwartet überlegene Eigenschaften als selektive Vorauf-laufherbizide zur Verwendung bei Zuckerrüben besitzen, insbesondere für die selektive Kontrolle von schwerabzutöten-den schmalblättrigen Unkräutern, wie z.B. Alopecurus m., Avena fatua und flauelige Trespe, sowie anderer Unkräuter, wie gelber Fuchsschwanz, einjähriges Ryegrass, Echinochloa crus-galli und Digitaria s. Die selektive Kontrolle und Zurückdrängung der oben erwähnten und anderer Unkräuter mit Hilfe der erfindungsgemäßen Herbizide konnte in einer Vielzahl anderer Kulturen festgestellt werden, darunter Sojabohnen, Baumwolle, Erdnüsse, Buschbohnen, Raps, Tomaten und Gurken. Die eindeutig hervorragenden Herbizideigenschaften der erfindungsgemäßen Verbindungen werden jedoch bei der selektiven Kontrolle einjähriger Gräser bei Zuckerrüben am deutlichsten.

Um die unerwartet überlegenen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Verbindungen sowohl auf absoluter als auf relativer Basis darzustellen, wurden im Treibhaus Vergleichstests durchgeführt mit:

1. bekannten homologen Verbindungen, die in ihrer chemischen Struktur mit den erfindungsgemäßen Verbindungen am nächsten verwandt sind, und
2. anderen Verbindungen, die zwar keine Homologe sind, jedoch zu dem Bereich der genannten bekannten Verbindungen gehören; eines davon hat überlegene Eigenschaften als Zucker-

2284165

rübenherbizid, zwei davon sind handelsübliche Herbizide.

Alle in den unten aufgeführten Vergleichstests verwendeten Verbindungen sind im allgemeinen als substituierte Phenyl-N-hydrocarbyloxyalkyl-2-halogenacetanilide definiert. In den Tabellen sind die für Vergleichszwecke verwendeten bekannten Verbindungen wie folgt identifiziert:

- A. N-(Methoxymethyl)-2'-methoxy-6'-tert.-butyl-2-chloracetanilid (Beispiel 18, US-PSen 3 442 945 und 3 547 620).
- B. N-(Methoxymethyl)-2'-methoxy-6'-tert.-butyl-2-bromacetanilid (Beispiel 34 der US-PS 3 547 620 und Beispiel 36 der US-PS 3 442 945).
- C. N-(Isobutoxymethyl)-2',6'-dimethyl-2-chloracetanilid; allgemeine Bezeichnung "Delachlor". (Beispiel 31 der US-PS 3 442 945 und Beispiel 24 der US-PS 3 547 620).
- D. N-(Allyloxymethyl)-2',6'-dimethyl-2-chloracetanilid (Beispiel 47 der US-PS 3 442 945).
- E. N-(Methoxymethyl)-2',6'-diethyl-2-chloracetanilid (Beispiel 5 der US-PSen 3 442 945 und 3 547 620); allgemeine Bezeichnung "Alachlor", Wirkstoff in dem handelsüblichen Herbizid LASSO[®], eingetragenes Warenzeichen der Monsanto Company.
- F. N-(Methoxyethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid (Verbindung Nr. 6 der BE PS 810 763; ebenfalls aufgeführt in der Deutschen Anmeldung Nr. 2 402 983).
- G. N-(Ethoxyethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid (Verbindung Nr. 7 der BE PS 810 763).

2284165

- H. N-(1-Methoxyprop-2-yl)-2'-methoxy-6'-methylchloracetanilid (Verbindung Nr. 9 der BE PS 810 763).
- I. N-(Methoxyethyl)-2'-ethoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid (Verbindung Nr. 16 der BE PS 810 763).
- J. N-(Ethoxyethyl)-2'-ethoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid (Verbindung Nr. 18 der BE PS 810 763).
- K. N-(Methoxyethyl)-2'-methoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid (Verbindung Nr. 26 der BE PS 810 763).
- L. N-(Isopropoxyethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.
- M. N-(1-Methoxyprop-2-yl)-2'-ethyl-6'-methyl-2-chloracetanilid (US PS 3 937 730 und Deutsche Patentanmeldung Nr. 2 402 983); allgemeine Bezeichnung "Metolachlor", Wirkstoff in dem handelsüblichen Herbizid DUAL[®], eingetragenes Warenzeichen der Ciba Geigy Corporation.

Die Verbindung C ist zwar in ihrer Struktur weniger ähnlich, als die erwähnten homologen Herbizide der US-PSen 3 442 945 und 3 547 620, da ihr ein Alkoxy-substituent in einer ortho-Stellung fehlt, sie wird jedoch in den Test aufgenommen, da sie als Zuckerrübenherbizid überlegene Eigenschaften im Vergleich mit anderen Verbindungen in den genannten Patentschriften aufgezeigt hat. Gleichermassen wurden die Verbindungen E und M in die Tests aufgenommen, da sie zu dem Bereich der erwähnten relevanten Verbindungen gehören und handelsüblich sind. Die Verbindungen F bis L wurden in die Tests aufgenommen, da sie eine gewisse Ähnlichkeit in der

228416 5

Struktur mit bestimmten erfindungsgemäßen Verbindungen besitzen.

Bei den Vorauflauf-Tests wurden die erfindungsgemäßen Verbindungen mit den bekannten Verbindungen A bis M in Bezug auf Kontrolle verschiedener Unkräuter verglichen, wobei Nachdruck auf einjährige schmalblättrige Spezies gelegt wurde, die vorwiegend Zuckerrübenkulturen befallen. Die Resultate sind unten zusammengestellt.

In der folgenden Diskussion der Daten wird auf Herbizidaufwandmengen Bezug genommen, die mit "GR₁₅" und "GR₈₅" dargestellt werden; diese Mengen sind in kg/ha angegeben, was durch Dividieren mit 1,12 zu lbs/A umgewandelt werden kann.

GR₁₅ definiert die maximale Herbizidmenge, bei der bei 15% oder weniger der Kulturpflanzen Schädigung auftritt, während GR₈₅ die notwendige Mindestmenge ist, mit der eine 85%ige Hemmung der Unkräuter erreicht wird. Die GR₁₅- und GR₈₅-Mengen werden als Maß für die mögliche Leistung handelsüblicher Produkte verwendet, wobei selbstverständlich geeignete handelsübliche Herbizide innerhalb angemessener Grenzen größere oder geringere Pflanzenschädigungen aufweisen können.

Ein weiterer Hinweis auf die Wirksamkeit einer Chemikalie als selektives Herbizid ist der "Selektivitätsfaktor" ("SF") für ein Herbizid bei bestimmten Kulturpflanzen und Unkräutern.

Er ist ein Maß für den relativen Grad der Unschädlichkeit

für Kulturpflanzen und die Schädlichkeit für Unkräuter, und wird als das Verhältnis GR_{15}/GR_{85} ausgedrückt, d.h. GR_{15} -Menge für die Kulturpflanze geteilt durch die GR_{85} -Menge für das Unkraut, beide Mengen in kg/ha. In den Tabellen werden die Selektivitätsfaktoren, soweit sie verwendet werden, in Klammern nach dem Unkraut angegeben.

"NS" bedeutet "nicht-selektiv"; ein (-) nach dem Unkraut bedeutet eine geringe oder unbestimmte Selektivität, z.B. weil die tatsächlichen GR_{15} -und/oder GR_{85} -Mengen höher oder niedriger als die in den jeweiligen Tests verwendeten Höchst- oder Mindestmengen waren.

Da Kulturpflanzentoleranz und Unkrautkontrolle zueinander in Beziehung stehen, ist eine kurze Diskussion dieses Verhältnisses, ausgedrückt als Selektivitätsfaktor, angebracht. Im allgemeinen ist es erwünscht, daß die Unschädlichkeitsfaktoren für die Kulturpflanze, d.h. die Herbizidtoleranzwerte, hoch sind, da aus dem einen oder anderen Grund häufig höhere Herbizidkonzentrationen gewünscht werden. Umgekehrt sollen die Mengen für die Unkrautkontrolle aus wirtschaftlichen und möglicherweise ökologischen Gründen klein sein, d.h., das Herbizid soll eine hohe Einheitsaktivität besitzen. Kleine Aufwandmengen eines Herbizids sind jedoch evtl. nicht für die Kontrolle bestimmter Unkräuter ausreichend, und es wird eine größere Menge benötigt. Die besten Herbizide sind daher diejenigen, die mit der geringsten Aufwandmenge die höchste Anzahl von Unkräutern kontrollieren und die größt-

228416 5

mögliche Unschädlichkeit für die Kulturpflanze, d.h. Kulturpflanzentoleranz, bieten. Die (oben definierten) Selektivitätsfaktoren werden also verwendet, um das Verhältnis zwischen Unschädlichkeit für die Kulturpflanze und Unkrautkontrolle zu quantifizieren. Für die in den Tabellen angegebenen Selektivitätsfaktoren gilt: je höher der numerische Wert, umso größer ist die Selektivität des Herbizids für die Unkrautkontrolle in einer bestimmten Kultur.

Sofern in den Tabellen unten nichts anderes angegeben ist, wurde aus den Daten für Verbindungen, die in mehrfachen Durchläufen getestet wurden, ein Durchschnitt gebildet, und zwar bei üblichen Aufwandmengen innerhalb eines Bereichs von 0,14 bis 2,24 kh/ha. Verschiedene Tabellen enthalten Daten aus einzelnen Testdurchläufen mit Aufwandmengen zwischen 0,07 kg/ha und 4,48 kg/ha.

In Tabelle IV sind die Daten für die herbizide Aktivität aus einer ersten Vorauflauf-Testreihe zusammengestellt; dabei wird die relative Wirksamkeit beispielhafter erfindungsgemäßer Verbindungen mit relevanten bekannten Verbindungen als selektive Herbizide bei der Bekämpfung bestimmter Unkräuter, die gewöhnlich mit Zuckerrüben einhergehen, verglichen. Für die in den Tests verwendeten Unkräuter werden in den Tabellen die folgenden Abkürzungen gebraucht: Avena fatua (W0), Echinochloa crus-galli (BYG), Digitaria sanguinalis (LCG), Alopecurus myosuroides (BG) und Setaria lutescens (YFT).

228416 5

Tabelle IV

Verbindung	GR ₁₅ -Menge (kg/ha)		GR ₈₅ -Menge (kg/ha)		YFT
	Zuckerrüben	WO	BYG	LCG	
A	0,56	0,56 (1,0)	0,14 (4,0)	<0,07 (>8,0)	0,07 (8,0)
B	0,28	0,14 (2,0)	<0,07 (>4,0)	<0,07 (>4,0)	<0,07 (>4,0)
C ^a	0,84	0,80 (1,1)	<0,14 (>6,0)	<0,14 (>6,0)	0,14 (6,0)
F	<0,07	0,28 (NS)	<0,07 (-)	<0,07 (-)	<0,07 (-)
G	<0,07	0,28 (NS)	<0,07 (-)	<0,07 (-)	<0,07 (-)
L	<0,07	0,38 (NS)	<0,07 (-)	<0,07 (-)	<0,07 (-)
M ^b	>1,01	>1,68 (NS)	<0,14 (>7,2)	<0,14 (7,2)	<0,14 (>7,2)
Bsp. 1 ^b	>2,05	0,44 (>4,7)	<0,14 (>14,6)	<0,14 (>14,6)	<0,14 (>14,6)
Bsp. 3 ^a	>2,24	0,84 (2,7)	<0,14 (>16,0)	<0,14 (>16,0)	<0,14 (>16,0)
Bsp. 4 ^a	1,54	0,70 (2,2)	<0,14 (>11,0)	<0,14 (>11,0)	<0,14 (>11,0)

- a. Durchschnitt von 2 Wiederholungen
 b. Durchschnitt von 3 Wiederholungen

Die Daten der Tabelle IV ergeben, daß hinsichtlich der Unschädlichkeit für die Kultur (angegeben durch die GR₁₅-Menge für Zuckerrüben) die erfindungsgemäßen Verbindungen gegenüber den bekannten Verbindungen eindeutig überlegen waren.

Im Vergleich mit den bekannten Verbindungen, die in ihrer Struktur am nächsten verwandt sind, d.h. Verbindungen A und B mit einer N-Alkoxyethyl-2'-alkoxy-6'-alkyl-2-halogen-acetanilid-Konfiguration, waren die getesteten erfindungsgemäßen Verbindungen 5,8 bis mehr als 8,0 mal unschädlicher für Zuckerrüben als die Verbindung B, und etwa 2,8 bis mehr als 4,0 mal unschädlicher als die Verbindung A. Noch bemerkenswerter ist die Tatsache, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen 22 bis mehr als 32 mal unschädlicher für Zuckerrüben waren, als die bekannten homologen Verbindungen F, G und L, von denen jede über 15% Schädigung der Zuckerrüben bei der sehr geringen Aufwandmenge von < 0,07 kg/ha verursachte.

Verbindung C ist kein Homolog der erfindungsgemäßen Verbindungen, sie ist aber für ihre überlegenen Eigenschaften als Zuckerrübenherbizid im Vergleich zu anderen Verbindungen, die in den oben erwähnten US Patentschriften beschrieben sind, bekannt; dort werden auch die Verbindungen A und B beschrieben. Auch Verbindung M ist kein Homolog der erfindungsgemäßen Verbindungen, sie fällt jedoch in den Bereich der erwähnten Deutschen Patentanmeldung Nr. 2 402 983, in der auch die Verbindungen F und G beschrieben sind, und die im

allgemeinen die Verbindung L umfaßt; Verbindung M ist, wie oben erwähnt, der Wirkstoff in einem handelsüblichen Herbizid. Was die GR₁₅-Menge der Verbindungen C und M in Tabelle IV betrifft, so ist zu bemerken, daß diese Verbindungen einen höheren Unschädlichkeitsfaktor aufwiesen, als die anderen bekannten Verbindungen. Verbindung C war jedoch nur ein Drittel bis halb so unschädlich wie die erfindungsgemäßen Verbindungen, und Verbindung M war nur etwa halb bis zwei Drittel so unschädlich, wie die erfindungsgemäßen Verbindungen.

Gleichzeitig mit der angeführten hohen Unschädlichkeit für die Kulturpflanzen zeigten die erfindungsgemäßen Verbindungen Einheitsaktivitäten (d.h. Phytotoxizität pro Herbizideinheit) gegenüber getesteten Unkräutern (angegeben als GR₈₅-Menge), die mit den bekannten Verbindungen mehr oder weniger vergleichbar sind. Der hohe Unschädlichkeitsfaktor für die Kulturpflanze kombiniert mit der hohen Einheitsaktivität gegenüber den Unkräutern ergab bemerkenswert höhere Selektivitätsfaktoren für die erfindungsgemäßen Verbindungen, als für die bekannten Verbindungen, mit der einzigen Ausnahme von der Verbindung von Beispiel 4 gegenüber Alopecurus m.

Vergleicht man in Tabelle IV die Selektivitätsfaktoren der bekannten Verbindungen mit denen der Verbindung von Bei-

spiel 1 gegenüber den jeweiligen Unkräutern bei Zuckerrüben, dann ist bemerkenswert, daß die Verbindung von Beispiel 1 im Vergleich zu den bekannten Verbindungen gegenüber Avena fatua um etwa 2,4 bis über 4,7 mal, gegenüber Echinochloa crus-galli und gelbem Fuchsschwanz etwa 2,1 bis über 14,6 mal, und gegenüber Digitaria und Alopecurus etwa 1,8 bis über 14,6 mal selektiver war.

Zusätzliche Tests mit ausgewählten erfindungsgemäßen Verbindungen ergaben Kontrolle von Echinochloa, Digitaria, Alopecurus und gelbem Fuchsschwanz bei so niedrigen Aufwandmengen wie 0,07 kg/ha und noch darunter. So kontrollierte die Verbindung von Beispiel 1 jedes der Unkräuter bei 0,07 kg/ha oder darunter; die Verbindung von Beispiel 4 kontrollierte Echinochloa, Digitaria und gelben Fuchsschwanz bei weniger als 0,07 kg/ha, und die Verbindung von Beispiel 3 kontrollierte Echinochloa und Digitaria bei 0,07 kg/ha oder weniger.

Bei weiteren Vergleichstests wurden die herbizide Vorauflaufaktivität und die Selektivitätsfaktoren der bekannten Verbindungen C, E, H und M bestimmt und mit denjenigen der Verbindungen der Beispiele 1 bis 8 verglichen; die Ergebnisse dieser Tests sind in Tabelle V zusammengestellt.

228416 5

- 43 -

- 33 -

Tabelle V

GR₈₅-Menge
(kg/ha)

Verb.	GR ₁₅ -Menge kg/ha	Zuckerrüben				GR ₈₅ -Menge (kg/ha)
		WO	BYG	LCC	BG	
C ^a	0,84	0,80(1,1)	<0,14(>6,0)	<0,14(>6,0)	0,28(3,0)	0,14(6,0)
E	<0,14	0,56(NS)	<0,14(-)	<0,14(-)	2,24(NS)	<0,14(-)
H	<0,14	0,86(NS)	<0,14(-)	<0,14(-)	1,12(NS)	<0,14(-)
M ^b	>1,01	>1,68(NS)	<0,14(>7,2)	<0,14(>7,2)	1,87(NS)	<0,14(>7,2)
Beisp. 1 ^b	>2,05	0,44(>4,7)	<0,14(>14,6)	<0,14(>14,6)	<0,14(>14,6)	<0,14(>14,6)
Beisp. 2	1,12	0,56(2,0)	<0,14(>8,0)	<0,14(>8,0)	0,14(8,0)	<0,14(>8,0)
Beisp. 3 ^a	>2,24	0,84(2,7)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)
Beisp. 4 ^a	1,54	0,70(2,2)	<0,14(>11,0)	<0,14(>11,0)	0,81(>1,9)	<0,14(>11,0)
Beisp. 5	1,12	0,42(>8,0)	<0,14(>8,0)	<0,14(>8,0)	0,42(>8,0)	<0,14(>8,0)
Beisp. 6	2,24	1,12(2,0)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)	0,38(3,0)	<0,14(>16,0)
Beisp. 7	2,24	2,24(1,0)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)	0,56(4,0)	<0,14(>16,0)
Beisp. 8	2,24	1,68(1,3)	<0,14(>16,0)	<0,14(>16,0)	0,56(4,0)	<0,14(16,0)

- a. Durchschnitt von 2 Wiederholungen
 b. Durchschnitt von 3 Wiederholungen

- E -

Tabelle V ergibt, daß jede erfindungsgemäße Verbindung einen wesentlich höheren Unschädlichkeitsfaktor für Zuckerrüben besaß, als alle bisher bekannten Verbindungen. Besondere Aufmerksamkeit verdienen die Unschädlichkeitsfaktoren der Verbindungen der Beispiele 1, 3 und 6 bis 8, die 2,2 bis über 16 mal größer sind als diejenigen der bekannten Verbindungen. Überdies zeigten die erfindungsgemäßen Verbindungen gleichförmig und hervorragend überlegene Selektivitätsfaktoren gegenüber den bekannten Verbindungen, Einzelfälle ausgenommen. So waren die Selektivitätsfaktoren der Verbindung C gegenüber Avena f. geringfügig größer als die von Beispiel 7, etwas größer als die der Verbindung von Beispiel 4 und gleichwertig mit Beispiel 6 gegenüber Alopecurus. Die bekannten Verbindungen E, H und M zeigten keine Selektivität gegenüber Avena f. und Alopecurus, und die Selektivität der Verbindungen E und H gegenüber den restlichen Unkräutern war fraglich oder im besten Fall gering; in jedem Fall machen die geringen Unschädlichkeitsfaktoren dieser Verbindungen sie als Zuckerrübenherbizide ungeeignet.

Da die Vorauflaufdaten der Tabelle IV und V mit den gleichen Routineverfahren erhalten wurden, kann auch ein Vergleich der herbiziden Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen von Tabelle IV mit den bekannten Verbindungen der Tabelle V erfolgen, die nicht in Tabelle IV aufgeführt sind, und umgekehrt. Auch hier ergibt sich eindeutig, daß jede der erfindungsgemäßen Verbindungen allen bekannten und am näch-

sten verwandten bekannten Verbindungen eindeutig und ausnahmslos überlegen war, und zwar in Bezug auf die Unschädlichkeit für die Kulturpflanze als auch hinsichtlich der selektiven Unkrautkontrolle, die durch den Selektivitätsfaktor angezeigt wird; auch hier gelten vereinzelte Ausnahmen. So kann der Selektivitätsfaktor einer bestimmten bekannten Verbindung gegenüber einem bestimmten Unkraut größer sein, als bei einer bestimmten erfindungsgemäßen Verbindung; in jedem dieser Fälle macht jedoch der niedrige Unschädlichkeitsfaktor für Zuckerrüben die entsprechende bekannte Verbindung als Zuckerrübenherbizid ungeeignet. So ist z.B. der Selektivitätsfaktor 2,0 der Verbindung B (Tabelle IV) gegenüber Avena f. bei Zuckerrüben größer als der der Verbindungen der Beispiele 7 und 8 (1,0 bzw. 1,3, Tabelle V). Die Unschädlichkeitsfaktoren beider erfindungsgemäßer Verbindungen für Zuckerrüben sind jedoch 8 mal größer als bei Verbindung B, und die Selektivitätsfaktoren der genannten erfindungsgemäßen Verbindungen sind mindestens 4 mal größer als bei Verbindung B gegenüber Echinochloa, Digitaria und gelbem Fuchsschwanz, und gleichwertig mit Verbindung B gegenüber Alopecurus.

Bei einem weiteren Vergleichstest der herbiziden Wirksamkeit wurde die Verbindung von Beispiel 1 und die Verbindungen I und J gegenüber Avena f., Echinochloa, Digitaria, Alopecurus und gelbem Fuchsschwanz getestet. Die Testergebnisse

(Durchschnitt von 2 Wiederholungen) sind in Tabelle VI zusammengestellt; die Begutachtung erfolgte etwa 18 Tage nach der Behandlung; die Selektivitätsfaktoren sind für jedes Unkraut in Klammern unter den GR₈₅-Mengen angegeben.

Tabelle VI

Verb.	Zuckerrüben	GR ₁₅ -Menge kg/ha		GR ₈₅ -Menge kg/ha		YFT
		WO	BYG	LCG	BG	
Beisp.1	<1,12	0,35	<0,14	<0,14	<0,14	<0,14
		(>3,2)	(>8,0)	(>8,0)	(>8,0)	(>8,0)
I	<0,28	~0,99	<0,14	<0,14	0,21	<0,14
		(NS)	(~2,0)	(~2,0)	(~1,3)	(~2,0)
J	<0,21	0,28	<0,14	<0,14	0,21	<0,14
		(NS)	(~1,5)	(~1,5)	(NS)	(~1,5)

Die Überlegenheit der Verbindung von Beispiel 1 gegenüber den Verbindungen I und J ergibt sich aus dem Unschädlichkeitsfaktor für die Kulturpflanze und der Selektivität gegenüber jedem getesteten Unkraut; Verbindung J war nicht-selektiv gegenüber Avena f. und Alopecurus, und Verbindung I war nicht-selektiv gegenüber Avena f. und knapp selektiv gegenüber Alopecurus.

In einem Test wurden die Verbindung von Beispiel 1 sowie die Verbindungen I und J auch gegenüber flaumiger Trespe

(DB), Amaranthus (RRP) und einjährigem Ryegrass (AR) bei Zuckerrüben getestet, und zwar mit Aufwandmengen zwischen 0,07 und 1,12 kg/ha; die Begutachtung erfolgte 18 Tagen nach der Behandlung; die Testergebnisse sind in Tabelle VII zusammengestellt; die Selektivitätsfaktoren sind in Klammern unter jedem Unkraut angegeben.

Tabelle VII

Verbindung	Zuckerrüben GR_{15} -Menge (kg/ha)	GR_{85} -Menge (kg/ha)		
		DB	RRP	AR
Beisp. 1	$\geq 1,12$	0,07 ($\geq 16,0$)	$> 1,12$ (-)	$< 0,09$ ($\geq 12,0$)
I	0,07	$< 0,14$ (NS)	0,07 (1,0)	0,28 (NS)
J	$< 0,07$	$< 0,09$ (NS)	$< 0,07$ (-)	$< 0,07$ (-)

Die Daten zeigen, daß die bekannten Verbindungen I und J bei so niedrigen Mengen wie 0,07 kg/ha und darunter für Zuckerrüben schädlich waren, und daß Verbindung I gegenüber flaumiger Trespe und einjährigem Ryegrass nicht-selektiv war, während die Verbindung J gegenüber flaumiger Trespe nicht-selektiv war und bei Aufwandmengen unter 0,07 kg/ha nur knapp oder unbestimmt. Die Verbindung von Beispiel 1 war dagegen unschädlich für Zuckerrüben bei der maximalen Testmenge von 1,12 kg/ha und kontrollierte flaumige Trespe und einjähriges Ryegrass mit Selektivitätsfaktoren von etwa 16 bzw. 12, die Kontrolle von Amaranthus war allerdings knapp

oder unbestimmt bei Mengen über 1,12 kg/ha. Es wurde ein weiterer Treibhaustest durchgeführt, um die erfindungsähnlichen Verbindungen der Beispiele 2 und 5 mit den Verbindungen K bzw. D zu vergleichen, d.h. mit den am nächsten verwandten bekannten Verbindungen. Beispiel 2 und Verbindung K sind durch ein Isopropylradikal in einer ortho-Stellung, ein Alkoxyradikal in der anderen ortho-Stellung, sowie ein Alkoxyalkylradikal am Anilidstickstoffatom gekennzeichnet. Verbindung D und die Verbindung von Beispiel 5 sind durch Alkenyloxymethylradikale am Stickstoffatom und ein Methylradikal in einer ortho-Stellung gekennzeichnet. Die Herbizide wurden mit Aufwandmengen von 0,07 bis 1,12 kg/ha aufgebracht; die Begutachtung erfolgte 19 Tage nach der Behandlung; die Ergebnisse sind in Tabelle VIII zusammengestellt.

Tabelle VIII

Verbindung	Zuckerrüben	GR ₁₅ -Menge (kg/ha)		GR ₈₅ -Menge (kg/ha)		
		W0	BYG	LCG	BG	YFT
Beisp. 2	>1,12	0,14 (>8,0)	<0,07 (>16,0)	<0,07 (>16,0)	0,24 (>4,7)	<0,07 (>16,0)
K	0,19	0,07 (2,7)	<0,07 (2,7)	<0,07 (2,7)	0,49 (NS)	<0,07 (2,7)
Beisp. 5	1,12	0,14 (8,0)	<0,07 (>16,0)	<0,07 (>16,0)	0,78 (1,4)	0,09 (11,1)
D	0,19	0,19 (1,0)	<0,07 (>2,7)	<0,07 (>2,7)	0,56 (NS)	<0,07 (>2,7)

Die Daten der Tabelle VIII ergeben eindeutig die Überlegenheit der erfindungsgemäßen Verbindungen über die Verbindungen D und K. Insbesondere waren die Verbindungen der Beispiele 2 und 5 unschädlich für Zuckerrüben bei Aufwandmengen von 1,12 kg/ha und mehr, während die Verbindungen D und K GR₁₅-Mengen von nur 0,19 kg/ha hatten. Ferner überstiegen die Selektivitätsfaktoren der erfindungsgemäßen Verbindungen um ein Mehrfaches die Selektivitätsfaktoren der bekannten Verbindungen gegenüber jedem getesteten Unkraut bei Zuckerrüben; die bekannten Verbindungen waren nicht-selektiv gegenüber Alopecurus.

Es wurden weitere Tests durchgeführt, um die überlegenen Herbizideigenschaften anderer erfindungsgemäßer Verbindungen aufzuzeigen. In einer Reihe von Gewächshhaustests wurden die Verbindungen der Beispiele 9 bis 12 gegen Avena, Echinochloa crus-galli, Digitaria, Alopecurus und gelben Fuchsschwanz in Zuckerrüben getestet; die Ergebnisse sind in Tabelle IX zusammengestellt.

Tabelle IX

Verbindung	Zuckerrüben	GR ₁₅ -Menge (kg/ha)		GR ₈₅ -Mengen (kg/ha)		
		WO	BYG	LCG	BG	YFT
Beisp. 9 ^a	1,0	0,55 (1,8)	<0,14 (7,1)	<0,14 (7,1)	0,19 (5,2)	<0,14 (7,1)
Beisp. 10 ^b	>1,12	0,34 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td>	<0,14
Beisp. 11 ^c	>1,12	0,19 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td>	<0,14 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td>	<0,14
Beisp. 12	>1,12	0,84 <td><0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td></td>	<0,14 <td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td></td>	0,14 <td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/><td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td></td>	0,14 <td>0,14<br (>8,0)<="" td=""/></td>	0,14

a Durchschnitt von 4 Wiederholungen

b Durchschnitt von 2 Wiederholungen

c Durchschnitt von 3 Wiederholungen

Wiederum konnte die überlegene Vorauflauf-Aktivität der erfundungsgemäßen Verbindungen sowohl auf absoluter Basis wie auch im Vergleich zur Leistung relevanter bekannter Verbindungen dargestellt werden, wie dies in den Tabellen IV bis VIII in Bezug auf Unschädlichkeitsfaktoren für die Kulturpflanzen, Einheitsaktivitäten, Unkrautkontrolle und Kulturpflanzen/Unkrautselektivitätsfaktoren gezeigt wurde.

Wie bereits erwähnt, erhielt man die Daten für die in mehreren Durchläufen getesteten Verbindungen aus Tests mit Herbizidaufwandmengen innerhalb eines Bereichs von 0,14 bis 1,12 kg/ha. Zusätzliche Tests mit ausgewählten erfundungsgemäßen Verbindungen ergaben jedoch Unschädlichkeit für Zuckerrüben

bei Mengen von mindestens 4,48 kg/ha, sowie selektive Kontrolle verschiedener Unkräuter bei so niedrigen Mengen wie 0,07 kg/ha. So ergab z.B. die Verbindung von Beispiel 1 selektive Kontrolle der resistenteren Unkräuter Alopecurus und flauriger Trespe, sowie der weniger resistenten Unkräuter Echinochloa, Digitaria, gelbem Fuchsschwanz und einjährigem Ryegrass bei so niedrigen Mengen wie 0,07 kg /ha und darunter. Gleichermaßen kontrollierten andere erfindungsmäßige Verbindungen ein oder mehrere der obigen weniger resistenten Unkräuter bei 0,07 kg/ha.

In einem Feldtest wurde mit den Verbindungen von Beispiel 1 und den bekannten Verbindungen C, E und M das Verhältnis der Unschädlichkeit für Zuckerrüben zur Unkrautkontrolle getestet und zwar gegen Echinochloa und grünen Fuchsschwanz (*Setaria viridis*); Aufwandmengen von 1,12 kg/ha bis 4,48 kg/ha wurden entweder auf die Oberfläche aufgebracht ("SA") oder vor dem Pflanzen in die Erde eingearbeitet ("PPI"). Die Behandlung erfolgte auf Ray Schlufflehmerde mit einem Anteil an organischen Stoffen von 1,8%; die Verhältnisse waren relativ trocken, da innerhalb der ersten 7 Tage nach der Behandlung nur 0,03 cm Regen fielen; die Ergebnisse des Feldtests sind in Tabelle X zusammengestellt.

Tabelle X

Verbindung	Menge (kg/ha)	% Hemmung					
		Zuckerrüben		Echinochloa		Grüner Fuchsschwanz	
Beisp. 1	1,12	0	0	85	27	85	57
	2,24	10	3	92	48	92	65
	4,48	12	13	98	78	98	85
C	1,12	10	5	78	42	88	77
	2,24	22	18	87	77	93	87
	4,48	57	25	98	90	98	88
E	1,12	30	30	87	68	88	85
	2,24	80	63	100	95	100	95
	4,48	100	90	100	98	100	97
M	1,12	15	15	95	40	95	62
	2,24	30	23	100	78	100	85
	4,48	63	45	100	93	100	92

Aus den Daten der Tabelle X geht hervor, daß von allen getesteten Verbindungen nur die Verbindung von Beispiel 1 für Zuckerrüben unschädlich (d.h. Schädigung bis zu 15%) bei Aufwandmengen von bis zu mindestens 4,48 kg/ha (maximale Testmenge) war, während es selektiv sowohl Echinochloa und grünen Fuchsschwanz bei 1,12 kg/ha unter PPI-Bedingungen kontrollierte; nicht einmal bei 2,24 kg/ha kontrollierte eine der bekannten Verbindungen selektiv eines der Unkräuter; die Verbindung M kontrollierte zwar selektiv beide Unkräuter unter PPI-Bedingungen bei 1,12 kg/ha, hatte aber einen schmalen Spielraum für die Kulturpflanzentoleranz.

Die Verbindung von Beispiel 1 wurde auch auf dem Feld getestet, um ihre Vorauflauf-Selektivität gegenüber

Setaria species, Echinochloa und Panicum miliaceum in mehreren Kulturen zu testen; die Daten für drei Wiederholungsdurchläufe sind in Tabelle XI für die Aufbringung auf die Oberfläche (SA) und das Einarbeiten in den Boden (PPI) des Herbizids dargestellt. Die Samen wurden in ein feines Saatbeet aus Schlufflehm mittlerer Feuchtigkeit 5,08 cm tief gepflanzt. Der erste Regen (0,51 cm) fiel am Tag nach der Behandlung, der zweite Regen (0,64 cm) zwei Tage nach der Behandlung; die gesamte Regenmenge 22 Tage nach der Behandlung betrug 4,57 cm. Die Begutachtung erfolgte 6 Wochen nach der Behandlung.

228416 5

Tabelle XI

% Hemmung

Anwen- dungs- weise	Verbin- dung	% Hemmung									
		Menge (kg/ha)	Tomaten	Gurken	Busch- bohnen	Erd- nüsse	Baum- wolle	Soja- bohnen	Zucker- rüben	Raps	Fuchs- schwanz (Spp.)
Beisp. I S.A.	0.58	0	0	0	0	0	0	0	0	0	33
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	82	20
	2.24	0	10	0	0	0	0	0	0	93	82
	4.48	7	0	3	0	0	0	0	0	93	100
P.P.I.	0.58	0	0	0	0	0	0	0	0	63	25
	1.12	5	0	3	0	3	0	3	0	75	17
	2.24	5	5	0	0	0	0	0	0	90	50
	4.48	43	40	17	3	13	0	8	0	97	44
											73

Aus Tabelle XI geht hervor, daß die Verbindung von Beispiel 1 im allgemeinen bis zu Aufwandmengen von 4,48 kg/ha unter SA- und PPI-Bedingungen gleichwertige Leistung erbrachte (ausgenommen bei Tomaten, Gurken und *P.miliaceum* bei 4,48 kg/ha PPI und gegen Fuchsschwänze und *Echinochloa* bei 0,58 kg/ha). Unter SA-Bedingungen kontrollierte die Verbindung von Beispiel 1 selektiv Fuchsschwänze und *Echinochloa* in allen Testkulturen mit Mengen von geringfügig über 1,12 kg/ha, und *Panicum miliaceum* mit 4,48 kg/ha. Unter PPI-Bedingungen wurde *Echinochloa* selektiv mit 1,12 kg/ha kontrolliert, und Fuchsschwänze mit zwischen 1,12 und 2,24 kg/ha, wobei die Unschädlichkeit für die Kultur bis zu 4,48 kg/ha für alle Kulturen reichte, ausgenommen Tomaten, Gurken und Buschbohnen.

Ein entschiedener Vorteil eines Herbizids ist es, wenn es in einer Vielzahl von Bodenarten wirksam werden kann. Dementsprechend werden in Tabelle XII Daten zusammengestellt, die die herbizide Wirksamkeit der Verbindung von Beispiel 1 und der Verbindungen C und M auf verschiedene einjährige Gräser in Zuckerrüben in einer Vielzahl von Bodenarten mit wechselnden Anteilen an organischen Stoffen und Tonen vergleichen. Für diese Tests wurden Töpfe mit Ray Schluff-Lehmerde gefüllt, die bis zu 0,95 cm unterhalb der Topfoberfläche kompaktiert wurde, dann wurden Zuckerrüben, *Avena f.*, *Echinochloa*, *Digitaria*, *Alopecurus* und gelber Fuchsschwanz ausge-

sät. Die Samen wurden jeweils mit 0,13 cm Ray Schluff-Lehm, Florida Torferde, Florida Sand, Wabash schluffigem Tonlehm, Drummer schluffigem Tonlehm oder Sarpy schluffigem Tonlehm bedeckt. Jedes Herbizid wurde mit einem Gürtelsprüher mit 187 l/ha, 2,11 kp/cm² auf die Oberfläche aufgebracht. Jeder Topf wurde mit 0,64 cm von oben bewässert, bevor er für nachfolgende Bewässerung von unten auf einen Treibhaustisch gestellt wurde. Die Begutachtung erfolgte 15 Tage nach der Behandlung. Die Ergebnisse der Bodentests, die den Durchschnitt von 2 Durchläufen darstellen, sind in Tabelle XII zusammengestellt; die Selektivitätsfaktoren sind in Klammern nach der GR₈₅-Menge für die Unkräuter angegeben. Die Bodenzusammensetzung war wie folgt:

Bodenart	orga-nische Stoffe	Anteile				pH
		Ton	Schluff	Sand		
Ray Schlufflehm	1,2	6,4	74,8	18,8	6,5	
Florida Torferde	22,1	NA ^a	NA ^a	NA ^a	5,2	
Florida (Leon) Sand	2,3	1,8	NA ^a	NA ^a	6,1	
Drummer schluffiger Lehm	3,6	12,4	52,8	34,8	7,0	
Wabash Ton	2,7	44,4	34,8	20,8	6,2	

a nicht vorhanden

Tabelle XII

Bodenart u. Verbindung	GR 15-Menge (kg/ha)	GR 85-Mengen (kg/ha)			gelber Fuchsschwanz		
		Zuckerrüben	Avena	Echinochloa	Digitaria	Alopecurus	Fuchsschwanz
Ray Schlufflehm							
Beisp. 1	2,24	1,12 (2,0) < 0,14 (> 16,0) < 0,14 (> 4,0) < 0,14 (> 2,0)	< 0,14 (> 16,0) < 0,14 (> 4,0) < 0,14 (> 2,0)	< 0,14 (> 16,0) < 0,14 (> 4,0) < 0,14 (> 2,0)	0,14 (> 16,0) 0,14 (NS) 0,14 (NS)	< 0,14 (> 16,0) < 0,14 (> 4,0) < 0,14 (> 2,0)	< 0,14 (> 16,0) < 0,14 (> 4,0) < 0,14 (> 2,0)
C	0,56	1,12 (NS)	1,12 (NS)	1,12 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)
M	0,28	1,12 (NS)	1,12 (NS)	1,12 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)
Florida Torferde							
Beisp. 1	> 2,24	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)	> 2,24 (-) > 2,24 (-) > 2,24 (-)
C							
M							
Florida Sand							
Beisp. 1	> 2,24	> 2,24 (-) > 2,24 (NS) > 2,24 (NS)	> 2,24 (-) > 2,24 (NS) > 2,24 (NS)	1,12 (> 2,0) 2,24 (NS) 2,24 (NS)	1,12 (> 2,0) 1,12 (1,0) 2,24 (NS)	> 2,24 (-) > 2,24 (NS) > 2,24 (NS)	> 2,24 (-) 1,12 (1,0) 0,56 (2,0)
C							
M							
Wabash Ton							
Beisp. 1	> 2,24	1,12 (> 2,0) 1,12 (NS) 1,12 (NS)	0,21 (> 10,7) 0,14 (2,7) 0,14 (2,7)	< 0,14 (> 16,0) 0,56 (NS) 0,28 (1,4)	0,23 (> 9,7) 0,56 (NS) 1,68 (NS)	0,21 (> 10,7) 0,14 (2,7) 0,14 (2,7)	0,21 (> 10,7) 0,14 (2,7) 0,14 (2,7)
C	0,38						
M	0,38						
Drummer Schlufflehm							
Beisp. 1	0,56	2,24 (NS)	0,52 (1,1)	0,56 (1,0)	2,24 (NS)	0,43 (1,3)	
C	1,12	1,12 (1,0)	0,28 (4,0)	0,56 (2,0)	1,12 (1,0)	0,28 (4,0)	
M	1,68	> 2,24 (NS)	0,28 (> 6,0)	0,96 (> 1,8)	> 2,24 (NS)	0,56 (> 3,0)	

228 416 5

- 47 -
- 57 -

Tabelle XII zeigt, daß die Verbindung von Beispiel 1 deutlich überlegene Unschädlichkeit für Zuckerrüben und höhere Selektivitätsfaktoren als die Verbindungen C und M gegenüber allen Unkräutern (mit zwei kleineren Ausnahmen) in drei von fünf Böden zeigte, d.h. in Ray Schlufflehm, Florida Sand und Wabash Ton. Die Verbindung von Beispiel 1 war die einzige Verbindung, die Avena in Ray Schlufflehm und Wabash Ton, Echinochloa in Florida Sand und Alopecurus in Wabash Ton selektiv kontrolliert. Die Ergebnisse für Florida Torferde (22,1% organische Stoffe) waren bei der Testmenge ziemlich ungenau, zeigen jedoch an, daß ein hoher Anteil an organischen Stoffen dazu neigt, die Wirksamkeit jeder der Testverbindungen zu verringern. In Drummer Schlufflehm wirkte die Verbindung von Beispiel 1 nicht so gut wie die bekannten Verbindungen, sie zeigte aber insgesamt eine höhere Aktivität bei einer Reihe von Bodenarten.

Es wurden Labortests durchgeführt, um die relative Beständigkeit der erfindungsgemäßen Herbizide und bekannter Verbindungen gegen Auslaugungen in den Boden und die sich dabei ergebende herbizide Wirksamkeit zu bestimmen. Bei diesen Tests wurde die Verbindung von Beispiel 1 und die Verbindungen C und M in Aceton gelöst, dann in verschiedenen Konzentrationen auf abgewogene Mengen von Ray Schlufflehm gesprüht, der in Töpfen enthalten war, bei denen die Abluflöcher im Topfboden mit Filterpapier bedeckt waren. Die Töpfe mit der behandelten Erde wurden ausgelaugt, indem man sie

auf eine Drehscheibe stellte, die unter zwei Düsen eines Was-
serbehälters rotierte; die Düsen waren so eingestellt, daß
sie pro Stunde 2,5 cm Wasser abgaben und Regen simulierten.
Die Auslaugungsraten wurden eingestellt, indem man die Zeit
auf der Drehscheibe variierte. Das Wasser wurde in den Boden
in den Töpfen geleitet, dann ließ man es durch das Filterpa-
pier und die Abflußlöcher ablaufen. Anschließend blieben die
Töpfe 7 Tage bei Raumtemperatur stehen. Dann wurde die be-
handelte Erde aus den Töpfen entfernt, zerkrümelt, und als
Oberflächenschicht auf andere Töfe gebreitet, die Ray Schluff-
lehm enthielten, der mit Zuckerrüben-, Avena-, Echinochloa-,
Digitaria-, Alopecurus- und gelben Fuchsschwanzsamen ange-
sät war. Die Töpfe wurden dann 2 Wochen lang auf Treibhaus-
tische gestellt und von unten bewässert. Die Beobachtungen
des prozentualen Wachstums wurden aufgezeichnet; die Daten
für die Testverbindungen sind Durchschnittswerte von zwei
Durchgängen und in Tabelle XIII zusammengestellt; die Ab-
kürzungen für die Unkräuter entsprechen den früheren Tabellen

Tabelle XIII

Verbin- dung	Ex. 1	Menge (kg/ha)	Regen (cm)	% Hemmung			
				Zuckerrüben	WO	BYG	LCC
		2,24	0	10	100	100	100
			1,27	15	100	100	100
			2,54	10	100	100	100
			5,08	10	95	100	100
			10,16	10	75	100	100
		0,56	0	0	95	100	100
			1,27	0	95	100	100
			2,54	0	95	100	100
			5,08	0	85	100	95
			10,16	0	30	75	20
		0,14	0	0	85	100	95
			1,27	0	85	100	95
			2,54	0	75	95	75
			5,08	0	50	95	75
			10,16	0	30	50	30
		2,24	0	30	100	100	100
			1,27	40	100	100	100
			2,54	40	95	100	95
			5,08	15	30	95	85
			10,16	0	20	75	50
		0,56	0	15	95	100	95
			1,27	25	85	100	95
			2,54	10	50	95	75
			5,08	0	85	75	65
			10,16	0	15	30	20

- 50 -
- 60 -

228416 5

C

- 51 -
228416 5

Tabelle XIII - Fortsetzung

Verbin- dung	Menge (kg/ha)	Regen (cm)	% Hemmung					
			Zuckerrüben	MO	BYG	LCC	BG	YFT
	0,14	0	10	50	95	95	40	95
		1,27	0	30	95	85	40	85
		2,54	0	30	85	60	20	85
		5,08	0	30	65	40	20	75
		10,16	0	30	0	30	0	40
M	2,24	0	40	85	100	100	95	100
		1,27	30	95	100	100	85	100
		2,54	20	85	100	100	60	100
		5,08	10	30	95	85	30	95
		10,16	10	30	60	50	15	50
	0,56	0	15	85	100	100	95	100
		1,27	15	40	100	100	65	100
		2,54	0	50	95	95	30	95
		5,08	0	20	75	85	20	75
		10,16	0	0	30	40	0	20
	0,14	0	0	85	95	95	75	100
		1,27	0	50	95	85	60	95
		2,54	0	40	75	50	30	95
		5,08	0	0	60	30	20	60
		10,16	0	0	0	0	0	0

Tabelle XIII ergibt, daß die Verbindung von Beispiel 1 für Zuckerrüben bis zu mindestens 2,24 kg/ha unschädlich war und alle getesteten Unkräuter unter einer simulierten Regenmenge von 10,16 cm selektiv kontrollierte, ausgenommen Avena, das bis zu 7,62 cm kontrolliert wurde. Bei 2,24 kg/ha waren die Verbindungen C und M schädlich für Zuckerrüben, bis sie mit 5,08 cm Regen verdünnt waren; unter diesen Bedingungen kontrollierte keine der Verbindungen Avena selektiv, Verbindung M auch nicht Alopecurus. Bei der geringsten Aufwandmenge von 0,14 kg/ha kontrollierte die Verbindung von Beispiel 1 selektiv alle getesteten Unkräuter unter einer Regenmenge bis zu 1,27 cm, und Echinochloa, Digitaria und gelben Fuchsschwanz bis zu 5,08 cm Regen. Bei 0,14 kg/ha kontrollierte dagegen unter keiner Regenmenge weder die Verbindung C noch M selektiv Alopecurus, Verbindung C auch nicht Avena, und beide Verbindungen hatten ihre Selektivität gegenüber allen getesteten Unkräutern in Zuckerrüben bei 5,08 cm Regen verloren. Hiermit wird deutlich gezeigt, daß die erfindungsgemäße Verbindung unter verschiedenen Regenbedingungen wesentlich beständiger gegen das Auslaugen in den Boden ist, als jede der bekannten Verbindungen, womit sie eine zuverlässigere und verlängerte herbizide Wirksamkeit bietet.

Um schließlich die unerwartete Eigenart und Überlegenheit der erfindungsgemäßen Verbindungen noch weiter aufzuzeigen, sind in Tabelle XIV zusätzlich Daten für die herbizide Vor-

auflaufwirkung weiterer Verbindungen mit ähnlicher Struktur, einschließlich von Homologen der erfindungsgemäßen Verbindungen, zusammengestellt. Die Verbindungen N bis T der Tabelle XIV sind wie folgt identifiziert:

- N. N-(Isopropoxymethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.
- O. N-(Isobutoxymethyl)-2'-ethoxy-2-chloracetanilid.
- P. N-(Isobutoxymethyl)-2'-methoxy-2-chloracetanilid.
- Q. N-(Isobutoxymethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.
- R. N-(Ethoxymethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.
- S. N-(1-Methylpropoxymethyl)-2'-methoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.
- T. N-(Ethoxymethyl)-2'-isopropoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid.

Tabelle XIV

GR₈₅-Menge
(kg/ha)

Verb.	GR ₁₅ -Menge Zuckerrüben (kg/ha)	GR ₈₅ -Menge (kg/ha)			
		WO	BYG	LCG	BG
N ^a	<0,14	0,14 (NS)	<0,14 (-)	<0,14 (-)	0,14 (NS)
O	<0,14	>2,24 (NS)	<0,14 (-)	<0,14 (-)	1,90 (NS)
P	<0,14	>2,24 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)	0,14 (NS)
Q	<0,14	0,28 (NS)	<0,14 (-)	<0,14 (-)	0,28 (NS)
R	<0,07	0,09 (NS)	<0,07 (-)	<0,07 (-)	0,07 (NS)
S	0,14	0,49 (NS)	<0,07 (>2,0)	<0,07 (>2,0)	<0,14 (1,0)
T ^a	0,23	0,26 (NS)	<0,14 (>1,6)	<0,14 (>1,6)	<0,12 (1,9)

-54- 228416 5

a Durchschnitt von 2 Wiederholungen

Es wird darauf hingewiesen, daß die Verbindungen N bis T, ebenso wie die erfindungsgemäßen Verbindungen der Beispiele 1 bis 12, unter die allgemeine Beschreibung der oben erwähnten US-PSen 3 442 945 und 3 547 620 fallen, daß sie dort jedoch nicht spezifisch beschrieben sind. Es wäre daher zu erwarten, daß Verbindungen der dort beschriebenen Art im allgemeinen vergleichbare herbizide Eigenschaften besitzen.

Die vollkommen unerwarteten und hervorragenden Eigenschaften der erfindungsgemäßen Verbindungen im Vergleich zu homologen und eng verwandten Verbindungen werden jedoch durch die Daten für die Verbindungen N bis T in Tabelle XIV noch weiter belegt. Wiederum ist zu bemerken, daß die Verbindungen N bis T (ebenso wie verwandte bekannte Verbindungen, die besonders in den Tabellen IV bis VIII dargestellt sind) sehr geringe Unschädlichkeitsfaktoren für Zuckerrüben besaßen, wie dies durch die niedrigen GR₁₅-Aufwandmengen bewiesen wird. Keine der Verbindungen in Tabelle XIV zeigte außerdem eine selektive Kontrolle von Avena f. in Zuckerrüben. Ferner ist interessant, festzustellen, daß die Verbindung P gegenüber keinem der getesteten Unkräuter selektiv war, und daß die Verbindung N, O, Q und R vollständig unselektiv und/oder geringfügig selektiv gegenüber allen getesteten Unkräutern war. Von den Verbindungen der Tabelle XIV zeigten lediglich die Verbindungen S und T eine selektive Kontrolle von Echinochloa, Digitaria, Alopecurus und gelbem Fuchsschwanz.

Es wird jedoch erneut darauf hingewiesen, daß die unannehmbar geringe Toleranz von Zuckerrüben gegenüber den Verbindungen S und T, zusammen mit der Unselektivität gegenüber Avena und der geringen Selektivität gegenüber den anderen Unkräutern in dem Test diese Verbindungen als Zuckerrübenherbizide vollständig unannehmbar machen. Ferner wird (unter Bezugnahme auf die Tabellen IV bis VIII) festgestellt, daß die Unschädlichkeitsfaktoren für Zuckerrüben und die Selektivitätsfaktoren der erfindungsgemäßen Verbindungen gegenüber den obigen Unkräutern denjenigen der Verbindungen S und T überwältigend überlegen sind.

Aus der vorhergehenden ausführlichen Beschreibung geht also hervor, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen unerwartete und hervorragende herbizide Eigenschaften gezeigt haben, und zwar sowohl absolut als auch relativ zu den bekannten, strukturell relevantesten Verbindungen, anderen verwandten Homologen und Analogen, einschließlich handelsüblicher 2-Halogenacetanilide. Insbesondere zeigten die erfindungsgemäßen Verbindungen hervorragende Unschädlichkeit für Zuckerrüben, sowie hervorragende Selektivitätsfaktoren insbesondere im Hinblick auf schwer abzutötende Unkräuter, wie *Avena fatua*, *Alopecurus myosuroides* und fläumige Trespe, sowie andere Problemunkräuter wie gelber Fuchsschwanz, *Echinochloa crus-galli*, *Digitaria sanguinalis*, einjähriges Ryegrass, usw., wie sie in den Tabellen II bis X zusammengestellt sind.

Die erfindungsgemäßen herbiziden Zubereitungen, einschließlich der Konzentrate, die vor der Anwendung verdünnt werden müssen, enthalten mindestens einen Wirkstoff und ein Adjuvans in flüssiger oder fester Form. Die Zubereitungen werden durch Vermischen des Wirkstoffes mit einem Adjuvans, wozu Verdünnungsmittel, Streckmittel, Trägerstoffe und Konditionierungsmittel gehören, hergestellt, so daß Zubereitungen in Form von feinverteilten Feststoffpartikeln, Granula, Pellets, Lösungen, Dispersionen oder Emulsionen entstehen. Der Wirkstoff kann also mit einem Adjuvans wie einem feinverteilten Feststoff, einer Flüssigkeit organischen Ursprungs, Wasser, einem Benetzungsmittel, einem Dispergierungsmittel, einem Emulgierungsmittel oder einer geeigneten Kombination derselben verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen, insbesondere Flüssigkeiten und benetzbare Pulver, enthalten vorzugsweise als Konditionierungsmittel ein oder mehrere oberflächenwirksame Mittel in ausreichenden Mengen, um eine bestimmte Zubereitung in Wasser oder Öl leicht dispergierbar zu machen. Die Aufnahme eines oberflächenwirksamen Mittels in die Zubereitungen fördert ihre Wirksamkeit wesentlich. Unter den Begriff "oberflächenwirksames Mittel" fallen Benetzungsmittel, Dispergierungsmittel, Suspendierungs- und Emulgierungsmittel. Anionische, kationische und nichtionische Mittel können gleichermaßen verwendet werden.

Bevorzugte Benetzungsmittel sind Alkylbenzol- und Alkylnaphthalinsulfonate, sulfatierte Fettsäurealkohole, Amine oder Säureamide, langkettige Säureester des Natriumisothionat, Natriumsulfosuccinatester, sulfatierte oder sulfonierte Fettsäureester, Petroleumsulfonate, sulfonierte Pflanzenöle, ditertiäre acetylenische Glycole, Polyoxyethylenderivate der Alkylphenole (insbesondere Isooctylphenol und Nonylphenol) und Polyoxyethylenderivate der höheren Fettsäuremonoester der Hexitolanhydride (z.B. Sorbitan). Bevorzugte Dispergierungsmittel sind Methylcellulose, Polyvinylalkohol, Natriumligninsulfonate, polymere Alkylnaphthalinsulfonate, Natriumnaphthalinsulfonat, sowie Polymethylenbisnaphthalinsulfonate.

Benetzbare Pulver sind in Wasser dispergierbare Zubereitungen, die einen oder mehrere Wirkstoffe, einen inerten Streckfeststoff und ein oder mehrere Benetzungs- und Dispergierungsmittel enthalten. Die inerten Streckfeststoffe sind gewöhnlich mineralischen Ursprungs, z.B. natürliche Tone, Diatomeenerde und synthetische Minerale aus Kieselerde und dgl. Zu solchen Streckmitteln gehören Kaolinite, Attapulgiton und synthetisches Magnesiumsilikat. Die erfindungsgemäßen benetzbaren Pulver enthalten gewöhnlich etwa 0,5 bis 60 Anteile (vorzugsweise 5 bis 20 Anteile) Wirkstoff, etwa 0,25 bis 25 Anteile (vorzugsweise 1 bis 15 Anteile) BenetzungsmitTEL, etwa 0,25 bis 25 Anteile (vorzugsweise 1,0 bis

15 Anteile) Dispergierungsmittel und 5 bis etwa 95 Anteile (vorzugsweise 5 bis 50 Anteile) inerten Streckfeststoff, wobei alle Anteile auf das Gewicht der gesamten Zubereitung bezogen sind. Wenn nötig, können etwa 0,1 bis 2 Anteile des inerten Streckfeststoffs durch einen Korrosions- oder Schaumhemmer, oder beides, ersetzt werden.

Andere Rezepturen enthalten Staubkonzentrate, die 0,1 bis 60 Gew.% Wirkstoff auf einem geeigneten Streckmittel enthalten; diese Stäube können für die Anwendung mit Konzentrationen von etwa 0,1 bis 10 Gew.% verdünnt werden.

Wässrige Suspensionen oder Emulsionen können hergestellt werden, indem man ein wässriges Gemisch aus einem in Wasser unlöslichen Wirkstoff und einem Emulgiermittel röhrt, bis es gleichförmig ist, und es dann homogenisiert, so daß man eine stabile Emulsion von sehr fein verteilten Partikeln erhält. Die dabei entstehende konzentrierte wässrige Suspension ist durch ihre extrem kleine Teilchengröße gekennzeichnet, so daß nach dem Verdünnen und Sprühen die Beschichtung sehr gleichförmig ist. Geeignete Konzentrationen dieser Zubereitungen enthalten etwa 0,1 bis 60 Gew.%, vorzugsweise 5 bis 50 Gew.% Wirkstoff, wobei die Obergrenze durch die Löslichkeitsgrenze des Wirkstoffs im Lösungsmittel bestimmt wird.

Bei einer anderen Art wässriger Suspensionen wird ein mit Wasser nicht mischbares Herbizid verkapselt, so daß eine in

einer wässrigen Phase dispergierte Mikrokapselphase entsteht. In einer Ausführungsform werden sehr kleine Kapseln gebildet, indem man eine wässrige Phase, die ein Ligninsulfonat-Emulgiermittel enthält, eine nicht mit Wasser mischbare Chemikalie und Polymethylenpolyphenylisocyanat zusammenbringt, die nicht mit Wasser mischbare Phase in der wässrigen Phase dispersiert und anschließend ein polyfunktionelles Amin zugibt.

Die Isocyanat- und Aminverbindungen reagieren und bilden eine feste Harnstoffschale um Partikel der nicht mit Wasser mischbaren Chemikalie, so daß Mikrokapseln derselben entstehen.

Im allgemeinen liegt die Konzentration des verkapselten Materials bei etwa 480 bis 700 g/Liter, vorzugsweise 480 bis 600 g/Liter der gesamten Zubereitung.

Konzentrate sind gewöhnlich Lösungen von Wirkstoff in nicht oder nur teilweise mit Wasser mischbaren Lösungsmitteln, zusammen mit einem Surfactanten. Geeignete Lösungsmittel für den erfindungsgemäßen Wirkstoff sind u.a. Dimethylformid, Dimethylsulfoxid, N-Methylpyrrolidon, Kohlenwasserstoffe und nicht mit Wasser mischbare Ether, Ester oder Ketone. Andere starke flüssige Konzentrate können jedoch auch durch Auflösen des Wirkstoffs in einem Lösungsmittel und anschließende Verdünnung, z.B. mit Kerosin, zur Sprühkonzentration zubereitet werden.

Die Konzentratzubereitungen enthalten im allgemeinen etwa 0,1 bis 95 Teile (vorzugsweise 5 bis 60 Teile) Wirkstoff,

etwa 0,25 bis 50 Teile (vorzugsweise 1 bis 25 Teile) Surfactant und, wenn nötig, etwa 4 bis 94 Teile Lösungsmittel; alle Teile sind Gewichtsanteile und auf das Gesamtgewicht des emulgierbaren Öls bezogen.

Granula sind physikalisch stabile partikelförmige Zubereitungen, die einen Wirkstoff enthalten, der an einer Matrix aus inertem, feinverteiltem, partikelförmigen Streckmittel haftet oder in derselben verteilt ist. Um das Auslaugen des Wirkstoffs aus den Partikeln zu unterstützen, kann in der Zubereitung ein oberflächenwirksames Mittel, wie sie oben aufgeführt sind, vorhanden sein. Natürliche Tone, Pyrophyllite, Illite und Vermiculite sind Beispiele für brauchbare Arten von partikelförmigen mineralischen Streckmitteln. Bevorzugte Streckmittel sind poröse, absorptive, vorgeformte Partikel, wie vorgeformtes und gesiebtes partikelförmiges Attapulgit oder durch Wärme expandiertes, partikelförmiges Vermiculit, sowie die feinverteilten Tone wie Kaolintone, hydrierte Attapulgit- oder Bentonittone. Diese Streckmittel werden zur Herstellung der herbiziden Granula mit dem Wirkstoff besprüht oder gemischt.

Die erfindungsgemäßen Granulazubereitungen können etwa 0,1 bis 30 Gewichtsanteile, vorzugsweise etwa 3 bis 20 Gewichtsanteile Wirkstoff pro 100 Gewichtsanteile Ton und 0 bis etwa 5 Gewichtsanteile Surfactant pro 100 Gewichtsanteile Tonpartikel enthalten.

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen können auch noch andere Zusätze enthalten, z.B. Düngemittel, andere Herbizide oder Pestizide, Schutzstoffe und dgl., die als Adjuvantien oder in Kombination mit einem der oben aufgeführten Adjuvantien verwendet werden. Chemikalien, die für die Kombination mit erfindungsgemäßen Wirkstoffen brauchbar sind, sind u.a. Triazine, Harnstoffe, Carbamate, Acetamide, Acetanilide, Uracile, Essigsäure- oder Phenolderivate, Thiolcarbamate, Triazole, Benzoësäuren, Nitrile, Biphenylether und dergleichen, wie z.B.:

Heterocyclische Stickstoff/Schwefelderivate

2-Chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-s-triazin

2-Chlor-4,6-bis-(isopropylamino)-s-triazin

2-Chlor-4,6-bis-(ethylamino)-s-triazin

3-Isopropyl-1H-2,1,3-benzothiadiazin-4-(3H)-on-2,2-dioxid

3-Amino-1,2,4-triazol

6,7-Dihydrodipyrido-(1,2-a:2',1'-c)-pyrazidiiniumsalz

5-Brom-3-isopropyl-6-methyluracil

1,1'-Dimethyl-4,4'-bipyridinium

Harnstoffe

N'-(4-Chlorphenoxy)-phenyl-N,N-dimethylharnstoff

N,N-Dimethyl-N'-(3-chlor-4-methylphenyl)-Harnstoff

3-(3,4-Dichlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff

1,3-Dimethyl-3-(2-benzothiazolyl)-Harnstoff

3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff

1-Butyl-3-(3,4-dichlorphenyl)-1-methylharnstoff

Carbamate/Thiolcarbamate

2-Chlorallyldiethyldithiocarbamat
S-(4-Chlorbenzyl)-N,N-diethylthiolcarbamat
Isopropyl-N-(3-chlorphenyl)-carbamat
S-2,3-Dichlorallyl-N,N-diisopropylthiolcarbamat
Ethyl-N,N-dipropylthiolcarbamat
S-Propyldipropylthiolcarbamat

Acetamide/Acetanilide/Aniline/Amide

2-Chlor-N,N-diallylacetamid
N,N-Dimethyl-2,2-diphenylacetamid
N-(2,4-Dimethyl-5-[[(trifluormethyl)-sulfonyl]-amino]-phenyl)-acetamid
N-Isopropyl-2-chloracetanilid
2',6'-Diethyl-N-methoxymethyl-2-chloracetanilid
2'-Methyl-6'-ethyl-N-(2-methoxyprop-2-yl)-2-chloracetanilid
 α,α,α -Trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidin
N-(1,1-Dimethylpropynyl)-3,5-dichlorbenzamid

Säuren/Ester/Alkohole

2,2-Dichlorpropionsäure
2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure
2,4-Dichlorphenoxyessigsäure
Methyl-2-[4-(2,4-dichlorphenoxy)-phenoxy]-propionat
3-Amino-2,5-dichlorbenzoësäure
2-Methoxy-3,6-dichlorbenzoësäure

2,3,6-Trichlorphenylessigsäure

N-1-Naphthylphthalamsäure

Natrium-5-[2-chlor-4-(trifluormethyl)-phenoxy]-2-nitrobenzoat

4,6-Dinitro-o-sek.-butylphenol

N-(Phosphonomethyl)-glycin und seine C₁₋₆ Monoalkylamin- und Alkalimetallsalze sowie Kombinationen derselben

Ether

2,4-Dichlorphenyl-4-nitrophenylether

2-Chlor- α,α,α -trifluor-p-tolyl-3-ethoxy-4-nitrodiphenylether

Verschiedenes

2,6-Dichlorbenzonitril

Mononatriumsäuremethanarsonat

Dinatriummethanarsonat

In Kombination mit den Wirkstoffen brauchbare Düngemittel sind z.B. Ammoniumnitrat, Harnstoff, Pottasche und Superphosphat. Andere brauchbare Zusätze sind u.a. Stoffe, in denen Pflanzenorganismen wachsen, z.B. Kompost, Mist, Humus, Sand und dgl.

Für Herbizidzubereitungen der oben beschriebenen Art werden im folgenden verschiedene beispielhafte Ausführungsformen angegeben.

- 65-
- 28 -

228416 5

I. Emulgierbare Konzentrate

	<u>Gew. %</u>
A. Verbindung von Beispiel Nr. 1	50,0
Calciumdodecylbenzolsulfonat/	
Polyoxyethylenether-Gemisch	
(z.B. Atlox 3437F und Atlox 3438F)	5,0
Monochlorbenzol	<u>45,0</u>
	100,0
B. Verbindung von Beispiel Nr. 2	85,0
Calciumdodecylsulfonat/Alkyllarylpoly-	
etheralkohol-Gemisch	4,0
C ₉ aromatisches Kohlenwasserstoff-Lö-	
sungsmittel	<u>11,0</u>
	100,0
C. Verbindung von Beispiel Nr. 11	5,0
Calciumdodecylbenzolsulfonat/Polyoxy-	
ethylenether-Gemisch	
(z.B. Atlox 3437F)	1,0
Xylol	<u>94,0</u>
	100,0

II. Flüssige Konzentrate

	<u>Gew. %</u>
A. Verbindung von Beispiel Nr. 1	10,0
Xylol	<u>90,0</u>
	100,0

228416 5

	<u>Gew. %</u>
B. Verbindung von Beispiel Nr. 2	85,0
Dimethylsulfoxid	<u>15,0</u>
	100,0
C. Verbindung von Beispiel Nr. 11	50,0
N-Methylpyrrolidon	<u>50,0</u>
	100,0
D. Verbindung von Beispiel Nr. 10	5,0
Ethoxyliertes Rhizinusöl	20,0
Rhodamin B	0,5
Dimethylformamid	<u>74,5</u>
	100,0

III. Emulsionen

	<u>Gew. %</u>
A. Verbindung von Beispiel Nr. 3	40,0
Polyoxyethylen/Polyoxypropylen-Block-	
Copolymer mit Butanol (z.B. Tergitol XH)	4,0
Wasser	<u>56,0</u>
	100,0
B. Verbindung von Beispiel Nr. 4	5,0
Polyoxyethylen/Polyoxypropylen-	
Blockcopolymer mit Butanol	3,5
Wasser	<u>91,5</u>
	100,0

IV. Benetzbare Pulver

A. Verbindung von Beispiel Nr. 5	25,0
Natriumlignosulfonat	3,0
Natrium-N-methyl-N-oleyltaurat	1,0
Amorphe Kieselerde (synthetisch)	<u>71,0</u>
	100,0

228416 5

- 67 -
- 27 -

	<u>Gew. %</u>
B. Verbindung von Beispiel Nr. 6	80,00
Natriumdioctylsulfosuccinat	1,25
Calciumlignosulfonat	2,75
Amorphe Kieselerde (synthetisch)	<u>16,00</u>
	100,00
C. Verbindung von Beispiel Nr. 7	10,0
Natriumlignosulfonat	3,0
Natrium-N-methyl-N-oleyltaurat	1,0
Kaolinit-Ton	<u>86,0</u>
	100,0

V. Stäube

A. Verbindung von Beispiel Nr. 1	2,0
Attapulgit	<u>98,0</u>
	100,0
B. Verbindung von Beispiel Nr. 8	60,0
Montmorillonit	<u>40,0</u>
	100,0
C. Verbindung von Beispiel Nr. 9	30,0
Bentonit	<u>70,0</u>
	100,0
D. Verbindung von Beispiel Nr. 12	1,0
Diatomeenerde	<u>99,0</u>
	100,0

228416 5

VI. Granule

	<u>Gew. %</u>
A. Verbindung von Beispiel Nr. 1	15,0
Granuliertes Attapulgit (20/40 Sieb)	<u>85,0</u>
	100,0
B. Verbindung von Beispiel Nr. 11	30,0
Diatomeenerde (20/40)	<u>70,0</u>
	100,0
C. Verbindung von Beispiel Nr. 10	0,5
Bentonit (20/40)	<u>99,5</u>
	100,0
D. Verbindung von Beispiel Nr. 3	5,0
Pyrophyllit (20/40)	<u>95,0</u>
	100,0

VII. Mikrokapseln

A. Verbindung von Beispiel Nr. 1	
verkapselt in Polyharnstoffschale	49,2
Natriumlignosulfonat (z.B. Reax 88 B)	0,9
Wasser	<u>49,9</u>
	100,0
B. Verbindung von Beispiel Nr. 12	
verkapselt in Polyharnstoffschale	10,0
Kaliumlignosulfonat (z.B. Reax C-21)	0,5
Wasser	<u>89,5</u>
	100,0
C. Verbindung von Beispiel Nr. 10	
verkapselt in Polyharnstoffschale	80,0
Magnesiumsalz des Lignosulfat	
(Treax LTM)	2,0
Wasser	<u>18,0</u>
	100,0

Bei erfindungsgemäßer Anwendung werden wirksame Mengen der erfindungsgemäßen Acetanilide auf die die Pflanzen enthaltende Erde aufgebracht oder in geeigneter Weise in wässrige Medien aufgenommen. Das Aufbringen der Zubereitungen als Flüssigkeiten und Feststoffpartikel auf die Erde kann mit herkömmlichen Verfahren erfolgen, z.B. mit Motorzerstäubern, Tank- und Handsprühern oder Sprühzerstäubern. Die Zubereitungen können wegen ihrer Wirksamkeit in geringen Dosen auch von Flugzeugen als Staub oder Spray verteilt werden. Die Anwendung herbizider Zubereitungen bei Wasserpflanzen erfolgt gewöhnlich durch Zusatz der Zubereitungen zu dem wässrigen Medium in dem Gebiet, in dem Kontrolle der Wasserpflanzen gewünscht wird.

Das Aufbringen einer wirksamen Menge der erfindungsgemäßen Zubereitungen am Standort der unerwünschten Unkräuter ist wesentlich und kritisch für die erfindungsgemäße Anwendung. Die zu verwendende exakte Wirkstoffmenge hängt von verschiedenen Faktoren ab, so z.B. von der Pflanzenart und ihrem Entwicklungsstadium, Art und Zustand des Bodens, der Regenmenge und dem spezifischen verwendeten Acetanilid. Bei selektiver Vorauflauf-Aufbringung auf Pflanzen oder Boden wird gewöhnlich eine Aufwandmenge von 0,02 bis 11,2 kg/ha, vorzugsweise von etwa 0,04 bis 5,60 kg/ha, oder 1,12 bis 5,6 kg/ha Acetanilid verwendet. In einigen Fällen können größere oder kleinere Mengen benötigt werden. Der Fachmann kann

- 70 -
- 80 -

228416 5

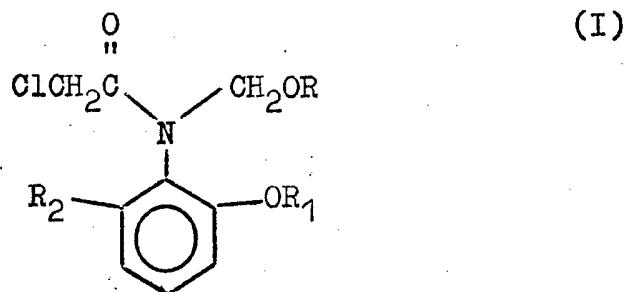
auf Grund der Beschreibung, einschließlich der Beispiele,
leicht die für jeden Fall optimale Menge bestimmen.

Die Bezeichnung "Boden" wird im weitesten Sinn des Wortes
gebraucht und schließt alle üblichen Bodenarten ein, wie
sie unter "soils" in Webster's New International Dictionary,
Second Edition, Unabridged (1961) definiert sind. Die Be-
zeichnung bezieht sich also auf jede Substanz bzw. jedes
Medium, in dem Pflanzen wurzeln und wachsen können, und
schließt nicht nur Erde, sondern auch Kompost, Mist, Dung,
Humus, Sand und dgl. ein, die Pflanzenwachstum unterhalten
können.

Ende der Beschreibung

Erfindungsanspruch:

1. Herbizidzubereitungen, gekennzeichnet dadurch, daß sie ein Adjuvans und eine herbizid wirksame Menge der Verbindung der Formel I



enthalten, worin

R Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, Isobutyl, Allyl oder Butenyl bedeutet;

R₁ Methyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl oder Isoamyl und

R₂ Methyl, Ethyl oder Isopropyl bedeuten, mit der Maßgabe daß,

wenn R₂ Isopropyl bedeutet, R Ethyl, und R₁ n-Butyl darstellen;

wenn R₂ Ethyl bedeutet, R Ethyl, n-Propyl oder Allyl, und R₁ n-Butyl oder Isobutyl darstellen;

wenn R n-Propyl bedeutet, R₁ n-Butyl oder Isobutyl darstellt;

wenn R Isopropyl bedeutet, R₁ Isobutyl darstellt;

wenn R Isobutyl bedeutet, R₁ n-Propyl, Isopropyl, Isobutyl oder Isoamyl darstellt, und, wenn R Butenyl bedeutet, R₁ Methyl darstellt.

2. Zubereitungen nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß in der Verbindung der Formel I R ein C₂₋₄ Alkyl oder Allylradikal, und R₁ ein C₃ oder C₄ Alkylradiikal bedeuten.

228416 5

- 72 -

3. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß R₁ ein Isobutylradikal bedeutet.
4. Zubereitungen nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(n-Propoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
5. Zubereitungen nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
6. Zubereitungen nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isopropoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
7. Zubereitungen nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Ethoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.
8. Zubereitungen nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Allyloxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.
9. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Ethoxymethyl-2'-n-butoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid ist.
10. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-isopropoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
11. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß

228416 5

- 73 -

die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-n-propoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.

12. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(n-Propoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.

13. Zubereitungen nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Allyloxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.

14. Verfahren zur Bekämpfung unerwünschter Pflanzen in Nutzpflanzenkulturen, gekennzeichnet dadurch, daß auf den Standort dieser Pflanzen eine herbizid wirksame Menge einer Verbindung der Formel I aufgebracht wird.

15. Verfahren nach Punkt 14, gekennzeichnet dadurch, daß die Kulturpflanzen Zuckerrüben, Sojabohnen, Baumwolle, Erdnüsse, Buschbohnen, Raps, Gurken oder Tomaten sind.

16. Verfahren nach Punkt 15, gekennzeichnet dadurch, daß die Kulturpflanzen Zuckerrüben sind.

17. Verfahren nach Punkt 16, gekennzeichnet dadurch, daß in der Verbindung der Formel I R ein C₂₋₄ Alkyl- oder Allylradikal, und R₁ ein C₃ oder C₄ Alkyradikal bedeutet.

18. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß in der Verbindung der Formel I R₁ ein Isobutylradikal bedeutet.

19. Verfahren nach Punkt 18, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(n-Propoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.

228416 5

- 74 -

20. Verfahren nach Punkt 18, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
21. Verfahren nach Punkt 18, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung N-(Isopropoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-Chloracetanilid ist.
22. Verfahren nach Punkt 18, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Ethoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.
23. Verfahren nach Punkt 18, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Allyloxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.
24. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Ethoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-isopropyl-2-chloracetanilid ist.
25. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-isopropoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
26. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung der Formel I N-(Isobutoxymethyl)-2'-n-propoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ist.
27. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung N-(n-Propoxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.

228416 5

- 75 -

28. Verfahren nach Punkt 17, gekennzeichnet dadurch, daß die Verbindung N-(Allyloxymethyl)-2'-n-butoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ist.

29. Verfahren nach Punkt 14, gekennzeichnet dadurch, daß zur Bekämpfung unerwünschter Pflanzen in Zuckerrüben auf den Standort derselben eine herbizid wirksame Menge von N-(n-Propoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-methyl-2-chloracetanilid ausgebracht wird.

30. Verfahren nach Punkt 14, gekennzeichnet dadurch, daß zur Bekämpfung unerwünschter Pflanzen in Zuckerrüben auf den Standort derselben eine herbizid wirksame Menge von N-(Ethoxymethyl)-2'-isobutoxy-6'-ethyl-2-chloracetanilid ausgebracht wird.

31. Verfahren nach Punkt 14 bis 30, gekennzeichnet dadurch, daß die unerwünschten Pflanzen einjährige schmalblättrige Unkräuter sind.