



Ausschliessungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

210 829

Int.Cl.³

3(51) A 01 N 43/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP A 01 N/ 2507 115
(31) 378097

(22) 06.05.83
(32) 07.05.82

(44) 27.06.84
(33) US

(71) siehe (73)

(72) HOKAMA, TAKEO; US;

(73) VELSICOL CHEMICAL CORP., CHICAGO, US

(54) **HERBIZIDZUSAMMENSETZUNG UND VERFAHREN ZUR UNKRAUTBEKÄMPFUNG**

(57) Die Erfindung betrifft neue Herbizidzusammensetzungen, die als Wirkstoff eine Verbindung der allgemeinen Formel I, in der X ein Halogenatom oder eine Trifluormethylgruppe darstellt, Y ein Wasserstoff- oder Halogenatom oder eine Nitro- oder Cyanogruppe bedeutet, R¹ einen Alkylrest darstellt, R² ein Wasserstoffatom oder einen Alkyl-, Alkenyl- oder Alkinyrest bedeutet und R³ ein Halogenatom oder einen Alkylrest bedeutet und R³ ein Halogenatom oder einen Alkylrest darstellt, m eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist und n eine ganze Zahl 0 oder 1 ist, enthalten. Formel I

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft neue Herbizidzusammensetzungen und ein Verfahren zur Bekämpfung von Unkräutern.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Eine Vielzahl von Substanzen, die als Herbizide eingesetzt werden können, ist bekannt. Dazu gehören auch einige Verbindungen, die sich von Phenoxyphenoxyalkansäuren ableiten. Diese zeigen jedoch unerwünschte Nebenwirkungen oder besitzen nicht die erwünschte Selektivität.

Ziel der Erfindung:

Es war daher das Ziel und die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, neue Herbizide zu schaffen, die eine bessere Selektivität als bekannte Herbizide ohne gleichzeitig auftretende unerwünschte Nebenwirkungen besitzen.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Erfindungsgemäß enthalten die neuen Herbizide als Wirkstoff neue chemische Verbindungen der allgemeinen Formel I, in der X ein Halogenatom oder eine Trifluormethylgruppe darstellt, Y ein Wasserstoff- oder Halogenatom oder eine Nitro- oder Cyanogruppe bedeutet, R¹ einen Alkylrest darstellt, R² ein Wasserstoffatom oder einen Alkyl-, Alkenyl- oder Alkinyrest bedeutet und R³ ein Halogenatom oder einen Alkylrest darstellt, m eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist und n eine ganze Zahl 0 oder 1 ist.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist X ein Chlor- oder Bromatom oder eine Trifluormethylgruppe, Y ein Wasserstoff-, Chlor- oder Bromatom oder eine Nitro- oder Cyanogruppe, R^1 ein Niederalkylrest, R^2 ein Wasserstoffatom, ein Niederalkylrest, eine Allyl- oder Propargylgruppe, R^3 ein Niederalkylrest, ein Chlor- oder Bromatom und m und n haben die vorstehend beschriebene Bedeutung.

In einer höchstbevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist X eine Trifluormethylgruppe und Y ist ein Chloratom.

Die neuen Verbindungen können hergestellt werden durch Umsetzung eines Säurechlorids der allgemeinen Formel II, worin X, Y und R^1 die zuvor beschriebene Bedeutung haben, mit einem Amin der allgemeinen Formel III, worin R^2 , R^3 , m und n die hierin zuvor beschriebene Bedeutung haben. Diese Reaktion kann leicht durchgeführt werden, indem eine Lösung desamins der Formel III mit einer Lösung des Säurechlorids der Formel II in einem inerten organischen Lösungsmittel, wie Methylenchlorid, in Gegenwart eines Säureakzeptors, wie eines tertiärenamins, zusammengegeben wird. Typischerweise werden Reaktionstemperaturen unterhalb der Raumtemperatur und solche im Bereich von -30°C bis Raumtemperatur verwendet. Nach Beendigung der Reaktion wird das Reaktionsgemisch mit Wasser und/oder wässriger Alkalimetallbicarbonat-Lösung gewaschen, um das Säureakzeptorsalz zu entfernen und kann nachfolgend vom Lösungsmittel befreit werden, um das gewünschte Produkt zu ergeben. Dieses Produkt kann als solches verwendet werden oder durch herkömmliche Techniken weiter gereinigt werden.

Das Säurechlorid der Formel II kann aus der korrespondierenden freien Säure durch Umsetzung mit Thionylchlorid hergestellt werden. Zur Bewirkung dieser Reaktion werden die Säure und Thionylchlorid unter Rühren in einem inerten, trockenen organischen Reaktionsmedium, wie Toluol, zusammengegeben. Die Reaktion kann bei Raumtemperatur oder bei erhöhten Temperaturen, wie bei Temperaturen im Bereich von bis zu 90°C, durchgeführt werden. Nach Beendigung der Reaktion kann das gewünschte Produkt gewonnen werden, indem das Lösungsmittel, welches als Reaktionsmedium verwendet wurde, abgezogen wird.

Die Verbindungen der Formel II und deren korrespondierende freie Säuren sind dem Fachmann bekannt und sind von Schoenowsky et al. in Z. Naturforsch. 35b, Seiten 902-908 (1980), wie auch in den Europäischen Patentanmeldungen 0001641, veröffentlicht am 2. Juni 1979, und 0011802, veröffentlicht am 11. Juni 1980, beschrieben.

Beispiele für Säurevorläufer der Verbindungen der Formel II, die sich zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen eignen, sind folgende:

2-[2-Nitro-3-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-3-(4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-3-(2-brom-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-3-(2-nitro-4-chlorphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-(2-cyano-4-bromphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-3-(2,4-dichlorphenoxy)phenoxy]propionsäure, 2-[2-Nitro-3-(2,4-dibromphen-

oxy)phenoxy/propionsäure, 2- $\sqrt[2]{2}$ -Nitro-3-(4-chlor-
phenoxy)phenoxy/propionsäure, 2- $\sqrt[2]{2}$ -Nitro-3-(4-
bromphenoxy)-phenoxy/propionsäure, 2- $\sqrt[2]{2}$ -Nitro-3-(4-
jodphenoxy)phenoxy/propionsäure, 2- $\sqrt[2]{2}$ -Nitro-3-(4-
fluorphenoxy)phenoxy/propionsäure.

Beispiele für Verbindungen der Formel III, die sich zur
Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen eignen,
sind:

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)amin, N-(4-Methyl-1,3-
dioxolan-2-ylmethyl)amin, N-(4-Ethyl-1,3-dioxolan-2-
ylmethyl)amin, N-(4-Propyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)
amin, N-(4-Butyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin, N-
(4-Chlor-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin, N-(4-Brom-
1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin, N-Methyl-N-(1,3-di-
oxolan-2-ylmethyl)amin, N-Ethyl-N-(1,3-dioxolan-2-
yl-methyl)amin, N-Propyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)
amin, N-Butyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin,
N-Hexyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin.

Die Art, in welcher die erfindungsgemäßen Verbindungen
hergestellt werden können, ist in größeren Einzel-
heiten in den nachfolgenden Beispielen beschrieben.

Ausführungsbeispiele:

Beispiel 1

Herstellung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid

2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionsäure (100 g) und Toluol (40 ml) wurden in ein mit einem magnetischen Rührer ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Gemisch wurde auf einem Dampfbad erhitzt, bis eine Lösung erhalten worden war. Die Lösung wurde abkühlen gelassen und Thionylchlorid (100 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zuge-

setzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Gemisch auf 67°C unter fortgesetztem Rühren für eine Zeit von etwa 2 1/2 Stunden erwärmt. Nach dieser Zeit wurde vom Gemisch das Lösungsmittel in einem Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck abgezogen, wobei ein Rückstand von 105 g des gewünschten Produkts 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid als ein burgunder-farbenes visköses Öl verblieb.

B e i s p i e l 2

Herstellung von N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)amin (1,85 g; 0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Gemisch wurde in einem Trockeneisbad auf eine Temperatur von -20°C bis -10°C gekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (4,2 g; 0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurden tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur erwärmen gelassen unter Rühren über einen Zeitraum von etwa 1 Stunde. Nach dieser Zeit wurde das Reaktionsgemisch in einen Trenntrichter überführt und mit Wasser (100 ml), mit verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung (200 ml; 5 %-ige Konzentration) und erneut mit Wasser (100 ml) gewaschen. Das gewaschene Gemisch wurde sodann durch Passieren durch ein Phasentrennungspapier getrocknet und wurde in einem Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck vom Lösungsmittel befreit, wobei ein weißer fester Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde in Toluol gelöst, mit aktivierter Holzkohle behandelt und filtriert. Das

Filtrat wurde teilweise vom Toluol befreit und mit Hexan verdünnt, wobei sich das gewünschte Produkt N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]propionamid in Form eines weißen kristallinen Feststoffes mit einem Schmelzpunkt von 148 bis 149,5°C niederschlug.

B e i s p i e l 3

Herstellung von N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (1,1 g; 0,0094 Mol), Triethylamin (3 ml) und Toluol (60 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde mit Stickstoffgas überdeckt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trichlormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (4,0 g; 0,0094 Mol) in Toluol (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren bei Raumtemperatur zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch bei Raumtemperatur über Nacht gerührt. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und mit Wasser und mit verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wonach ein orange-roter gummiartiger Stoff zurückblieb. Dieses Gummi wurde sodann der Chromatographie unterworfen unter Verwendung einer 150 ml-Säule, die mit Ton gefüllt war und mit Gemischen von Ethylacetat und Hexan in steigenden Konzentrationen des Ethylacetats als Eluationsmittel. Insgesamt wurden 11 Fraktionen gesammelt. Die Fraktionen 3 bis 6 wurden vereint und vom Lösungsmittel befreit, um das gewünschte Produkt N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid als ein orange-farbenes Gummi zu ergeben.

B e i s p i e l 4

Herstellung von N-Ethyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-Ethyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (1,31 g; 0,01 Mol), Toluol (40 ml) und Triethylamin (3 ml) wurden in ein mit einem magnetischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (4,2 g; 0,01 Mol) in Toluol (30 ml) wurde tropfenweise unter Rühren bei Raumtemperatur zugesetzt. Eine leicht exotherme Reaktion wurde beobachtet. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Rühren für eine Dauer von etwa 1,5 Stunden fortgesetzt. Nach dieser Zeit wurde das Reaktionsgemisch in einen Trenntrichter überführt und zweimal mit Wasser (60 ml), verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung (60 ml; 5 % Konzentration) und erneut mit Wasser (60 ml) gewaschen. Die gewaschene organische Phase wurde getrocknet, indem sie durch Phasentrennpapier geschickt wurde und wurde im Anschluß daran vom Lösungsmittel befreit, wobei ein viskoses Öl als Rückstand zurückblieb. Der Rückstand wurde der Chromatographie unterworfen, wobei eine Tonsäule (150 ml) verwendet wurde und Gemische von Ethylacetat und Hexan mit steigenden Konzentrationen an Ethylacetat als Eluationsmittel. Neun Fraktionen wurden gesammelt. Die Fraktionen sechs und sieben wurden vereint und vom Lösungsmittel befreit, um das gewünschte Produkt N-Ethyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid in Form eines bernsteinfarbenen Gummis zu erhalten.

B e i s p i e l 5

Herstellung von N-Propyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-n-Propyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (1,33 g; 0,0092 Mol), trockenes Toluol (60 ml) und Triethylamin (3,0 ml) wurden in ein mit einem magnetischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde unter einer Stickstoffgasdecke gehalten und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (3,9 g; 0,0092 Mol) in Toluol (40 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Eine leicht exotherme Reaktion wurde beobachtet. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Rühren bei Raumtemperatur für eine Zeitdauer von etwa 1,5 Stunden fortgesetzt. Nach dieser Zeit wurde das Reaktionsgemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und mit verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein viskoses Öl als Rückstand verblieb. Dieser Rückstand wurde sodann chromatographiert durch Ton unter Verwendung von Ethylacetat-Hexan-Gemischen mit steigenden Konzentrationen an Ethylacetat als Eluationsmittel. Insgesamt wurden neun Fraktionen gesammelt. Die Fraktionen fünf und sechs wurden vereint und vom Lösungsmittel befreit, um das gewünschte Produkt N-Propyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid in Form eines bernsteinfarbenen Gummis zu ergeben.

B e i s p i e l 6

Herstellung von N-Allyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-Allyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (1,32 g; 0,0092 Mol), trockenes Toluol (70 ml) und Triethylamin (3,0 ml) wurden in ein mit einem magnetischen Rührer, einem Thermometer, einem Gaseinlaßrohr und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Gemisch wurde unter einer Stickstoffgasdecke gehalten, auf 10°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (3,9 g; 0,0092 Mol) in Toluol (40 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Gemisch auf Raumtemperatur erwärmen gelassen und das Rühren wurde für eine Zeit von etwa 1,5 Stunden fortgesetzt. Nach dieser Zeit wurde das Reaktionsgemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und mit wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde getrocknet, indem sie durch ein Phasentrennpapier geschickt wurde. Die getrocknete Lösung wurde sodann durch eine Tonsäule geschickt unter Verwendung von Gemischen aus Ethylacetat und Hexan als Eluationsmittel. Neun Fraktionen wurden gesammelt. Die Fraktion fünf wurde vom Lösungsmittel befreit und danach weiter getrocknet, indem der Rückstand unter vermindertem Druck bei 110°C für eine Zeitdauer von 4 Stunden stehengelassen wurde, um das gewünschte Produkt N-Allyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid als ein bernsteinfarbenes Gummi zu ergeben.

B e i s p i e l 7

Herstellung von N-(4-Methyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2,4-dichlorphenoxy)phenoxy]propionamid

N-(4-Methyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2,4-dichlorphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugegeben. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur erwärmen gelassen unter fortgesetztem Rühren. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus einem Gemisch von Toluol und Hexan umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-(4-Methyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2,4-dichlorphenoxy)phenoxy]propionamid zu ergeben.

B e i s p i e l 8

Herstellung von N-Ethyl-N-(4,5-dimethyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-nitro-4-bromphenoxy)phenoxy]propionamid

N-Ethyl-N-(4,5-dimethyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß einge-

geben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-nitro-4-bromphenoxy)-phenoxy]propionylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur unter fortgesetztem Rühren erwärmen gelassen. Nach dieser Zeit wurde das Reaktionsgemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand zurückblieb. Der Rückstand wurde aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-Ethyl-N-(4,5-dimethyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-nitro-4-bromphenoxy)phenoxy]propionamid zu ergeben.

B e i s p i e l 9

Herstellung von N-(1,3-Dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-cyano-4-fluorphenoxy)phenoxy]propionamid

N-(1,3-Dioxan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-cyano-4-fluorphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur unter fortgesetztem Rühren erwärmen gelassen. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und mit Wasser und mit verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und

vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-(1,3-Dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-cyano-4-fluorphenoxy)phenoxy]-propionamid zu ergeben.

B e i s p i e l 10

Herstellung von N-(4-Chlor-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid

N-(4-Chlor-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]-propionylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugegeben. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur erwärmen gelassen unter fortgesetztem Rühren. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-(4-Chlor-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid zu ergeben.

B e i s p i e l 11

Herstellung von N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]butyramid

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]butanoylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur unter fortgesetztem Rühren erwärmen gelassen. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]butyramid zu ergeben.

B e i s p i e l 12

Herstellung von N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]hexanamid

N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine

Lösung von 2-[2-Nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]-hexanoylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur erwärmen gelassen unter fortgesetztem Rühren. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert, um das gewünschte Produkt N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]hexanamid zu ergeben.

B e i s p i e l 13

Herstellung von N-(4-Brom-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(4-fluorphenoxy)phenoxy]propionamid

N-(4-Brom-1,3-dioxan-2-ylmethyl)amin (0,015 Mol), Triethylamin (5 ml) und Methylenchlorid (50 ml) wurden in ein mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Zugabetrichter ausgerüstetes Glasreaktionsgefäß eingegeben. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa -15°C abgekühlt und eine Lösung von 2-[2-Nitro-5-(4-fluorphenoxy)phenoxy]propionylchlorid (0,01 Mol) in Methylenchlorid (50 ml) wurde tropfenweise unter Rühren zugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur unter fortgesetztem Rühren erwärmen gelassen. Nach dieser Zeit wurde das Gemisch in einen Trenntrichter überführt und wurde mit Wasser und verdünnter wäßriger Natriumbicarbonatlösung gewaschen. Die gewaschene Lösung wurde sodann getrocknet, filtriert und vom Lösungsmittel befreit, wobei ein Rückstand verblieb. Der Rückstand wurde sodann aus Toluol/Hexan-Gemisch umkristallisiert,

um das gewünschte Produkt N-(4-Brom-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(4-fluorphenoxy)phenoxy]propionamid zu ergeben.

Zusätzliche Verbindungen innerhalb des Umfangs der vorliegenden Erfindung, die nach den in den voranstehenden Beispielen beschriebenen Verfahren hergestellt werden können, sind:

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]butyramid, N-(2-Methyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]pentanamid, N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]hexanamid, N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]octanamid, N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-(4-Ethyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-(4-Butyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-(4-Propyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-(4-Hexyl-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-brom-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-Propyl-N-(5-methyl-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-Butyl-N-(2-methyl-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-Hexyl-N-(5-methyl-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-Methyl-N-(4-chlor-5-ethyl-1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]propionamid, N-Methyl-N-(1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxy]pentanamid, N-Methyl-N-

(1,3-dioxan-2-yl-methyl)-2-[2-nitro-5-(2-chlor-4-tri-fluormethylphenoxy)phenoxy]hexanamid, N-Methyl-N-(1,3-dioxan-2-ylmethyl)-2-[2-nitro-5-(2-nitro-4-chlorphen-oxy)phenoxy]butyramid, N-Methyl-N-(1,3-dioxolan-2-yl-methyl)-2-[2-nitro-5-(2-cyano-4-chlorphenoxy)phenoxy]butyramid.

Zur praktischen Verwendung als Herbizide werden die erfindungsgemäßen Verbindungen im allgemeinen in Herbizid-Zusammensetzungen eingebracht, die einen inerten Träger und eine herbizid toxische Menge einer derartigen Verbindung enthalten. Derartige Herbizid-Zusammensetzungen, die auch Formulierungen genannt werden können, ermöglichen die bequeme Aufbringung der aktiven Verbindung auf die Stelle des Unkrautbefalls in jeder gewünschten Menge. Diese Zusammensetzungen können Feststoffe sein, wie Stäube, Granulate oder benetzbare Pulver, oder sie können Flüssigkeiten sein, wie Lösungen, Aerosole oder emulgierbare Konzentrate.

Stäube können beispielsweise hergestellt werden durch Vermahlen und Vermischen der aktiven Verbindung mit einem festen inerten Träger, wie Talke, Tone, Silica-Materialien, Pyrophyllit und ähnlichen. Granulare Formulierungen können hergestellt werden durch Imprägnierung der Verbindung, die üblicherweise in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst ist, auf und in die granulierten Träger, wie die Attapulгите oder Vermiculite, die üblicherweise eine Teilchengröße im Bereich von etwa 0,3 bis 1,5 mm aufweisen, Benetzbare Pulver, die in Wasser oder Öl zu jeder gewünschten Konzentration der aktiven Verbindung dispergiert werden können, können durch Einbringung von Netzmitteln in konzentrierte Staubzusammensetzungen hergestellt werden.

In einigen Fällen sind die aktiven Verbindungen hinreichend löslich in üblichen organischen Lösungsmitteln, wie Kerosin oder Xylol, so daß sie direkt als Lösungen in diesen Lösungsmitteln verwendet werden können. Häufig können Lösungen von Herbiziden unter überatmosphärischem Druck als Aerosole

dispergiert werden. Bevorzugte flüssige Herbizid-Zusammensetzungen sind jedoch emulgierbare Konzentrate, welche eine aktive Verbindung gemäß der Erfindung enthalten und als den inerten Träger ein Lösungsmittel und ein Emulgiermittel. Derartige emulgierbare Konzentrate können mit Wasser und/oder Öl zu jeder gewünschten Konzentration der aktiven Verbindung zur Aufbringung als Sprays auf die Stelle des Unkrautbefalls verdünnt werden. Die in diesen Konzentraten üblicherweise verwendeten Emulgatoren sind nicht-ionisch oder Gemische von nicht-ionischen Mitteln mit anionischen oberflächenaktiven Mitteln. Unter Verwendung von einigen Emulgatorsystemen kann eine umgekehrte Emulsion (Wasser-in-Öl) für die direkte Aufbringung auf von Unkraut befallene Stellen hergestellt werden.

Eine typische Herbizid-Zusammensetzung gemäß der Erfindung ist in dem nachfolgenden Beispiel erläutert, worin die Mengen Gewichtsteile darstellen.

B e i s p i e l 14

Herstellung eines Staubs

Produkt gemäß Beispiel 2	10
pulverisierter Talk	90

Die oben angegebenen Bestandteile werden in einem mechanischen Mahl/Mischwerk vermischt und werden vermahlen, bis ein homogener, schüttfähiger Staub der gewünschten Teilchengröße erhalten ist. Dieser Staub ist für die direkte Aufbringung auf die Stelle des Unkrautbefalls geeignet.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können als Herbizide in jeder dem Fachmann bekannten Art aufgebracht werden. Ein

Verfahren zur Unkrautbekämpfung umfaßt die Berührung der Wuchsstelle des Unkrauts mit einer Herbizid-Zusammensetzung, die einen inerten Träger enthält und als einen wesentlichen aktiven Bestandteil, in einer Menge, die herbizid toxisch gegenüber den Unkräutern wirkt, eine erfindungsgemäße Verbindung. Die Konzentration der neuen erfindungsgemäßen Verbindungen in den Herbizid-Zusammensetzungen variiert in weitem Maße mit der Art der Formulierung und dem Zweck, für welchen sie hergestellt ist, jedoch enthalten allgemein die Herbizid-Zusammensetzungen von etwa 0,05 bis etwa 95 Gew.-% der aktiven Verbindungen gemäß der Erfindung. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthalten die Herbizid-Zusammensetzungen von etwa 5 bis etwa 75 Gew.-% der aktiven Verbindung. Die Zusammensetzungen können auch derartige zusätzliche Substanzen umfassen, wie andere Pestizide, wie Insektizide, Nematozide, Fungizide und ähnliche, Stabilisatoren, Netzmittel, Desaktivatoren, Haftmittel, Haftstoffe, Düngemittel, Aktivatoren, Synergisten und ähnliche.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen sind auch geeignet in der Kombination mit anderen Herbiziden und/oder Entlaubungsmitteln, Austrocknungsmitteln (dessicants), Wachstumsinhibitoren und ähnlichen Verbindungen, die in bislang bekannten Herbizid-Zusammensetzungen beschrieben sind. Diese anderen Materialien können etwa 5 bis etwa 95 % der aktiven Bestandteile in den Herbizid-Zusammensetzungen einnehmen. Die Verwendung von Kombinationen dieser anderen Herbizide und/oder Entlaubungsmittel, Austrocknungsmittel, usw. mit den Verbindungen gemäß der vorliegenden Erfindung schaffen Herbizid-Zusammensetzungen, die bei der Unkrautbekämpfung wirksamer sind und häufig Ergebnisse liefern, die mit getrennten Zusammensetzungen der individuellen Herbizide nicht erreichbar sind. Die anderen Herbizide, Entlaubungsmittel, Trocknungsmittel und Pflanzenwachstums-Inhibitoren, mit denen die er-

findungsgemäßen Verbindungen in den Herbizid-Zusammensetzungen zur Unkrautbekämpfung verwendet werden können, können Chlorphenoxy-Herbizide umfassen, wie 2,4-D, 2,4,5-T, MCPA, MCPB, 4(2,4-DB), 2,4-DEB, 4-CPB, 4-CPP, 2,4,5-TB, 2,4,5-TES, 3,5-DA, Silvex und ähnliche, Carbamat-Herbizide, wie IPC, CIPC, Swep, Barban, BCPC, CEPC, CPPC und ähnliche, Thio-carbamat- und Dithiocarbamat-Herbizide, wie DCEC, Methan-natrium, EPTX, Diallat, PEBC, Perbulat, Vernolat und ähn-liche, substituierte Harnstoff-Herbizide, wie Norea, Siduron, Dichloral-Harnstoff, Chloroxuron, Cycluron, Fenuron, Monuron, Monuron TCA, Diuron, Linuron, Monolinuron, Neburon, Buturon, Trimeturon und ähnliche, symmetrische Triazin-Herbizide, wie Simazin, Chlorazin, Atracyn, Desmetryn, Norazin, Ipazin, Prometryn, Atrazin, Trietazin, Simeton, Prometon, Propazin, Ametryn und ähnliche, Chloracetamid-Herbizide, wie alpha-Chlor-N,N-dimethylacetamid, CDEA, CDAA, alpha-Chlor-N-iso-propylacetamid, 2-Chlor-N-isopropylacetanilid, 4-(Chlor-acetyl)-morpholin, 1-(Chloracetyl)-piperidin und ähnliche, chlorierte aliphatische Säure-Herbizide, wie TCA, Dalapon, 2,3-Dichlorpropionsäure, 2,2,3-TPA und ähnliche, chlorierte Benzoesäure- und Phenyllessigsäure-Herbizide, wie 2,3,6-TBA, 2,3,5,6-TBA, Dicamba, Tricamba, Amiben, Fenac, PBA, 2-Methoxy-3,6-dichlorphenyllessigsäure, 3-Methoxy-2,6-di-chlorphenyllessigsäure, 2-Methoxy-3,4,6-trichlorphenyllessig-säure, 2,4-Dichlor-3-nitrobenzoesäure und ähnliche, und der-artige Verbindungen, wie Aminotriazol, Maleinhydrazid, Phe-nylquecksilberacetat, Endothal, Biuret, technisches Chlordan, Dimethyl-2,3,5,6-tetrachlorterephthalat, Diquat, Erbon, DNC, DNBP, Dichlorbenil, DPA, Diphenamid, Dipropalin, Trifluralin, Solan, Dicryl, Merphos, DMPA, DSMA, MSMA, Kaliumazid, Acro-lein, Benefin, Bensulid, AMS, Bromacil, 2-(3,4-Dichlorphe-nyl)-4-methyl-1,2,4-oxadiazolidin, 3,5-Dion, Bromoxynil, Cacodylsäure, DMA, DPMF, Cypromid, DCB, DCPA, Dichlon, Di-phenatril, DMTT, DNAP, EBEP, EXD, HCA, Ioxynil, IPX, Iso-

cyil, Kaliumcyanat, MAA, MAMA, MCPES, MCPP, MH, Molinat, NPA, OCH, Paraquat, PCP, Picloram, DPA, PCA, Pyrichlor, Seson, Terbacil, Terbutol, TCBA, Brominil, CP-50144, H-176-1, H-732, M-2091, Planavin, Natriumtetraborat, Calciumcyanamid, DEF, Ethylxanthogendisulfid, Sindon, Sindon B, Propanil und ähnliche.

Derartige Herbizide können auch in den erfindungsgemäßen Verfahren und Zusammensetzungen in Form ihrer Salze, Ester, Amide und anderer Derivate, wenn diese aus den speziellen Stammverbindungen gewonnen werden können, verwendet werden.

Unkräuter sind unerwünschte Pflanzen, die dort wachsen, wo sie nicht gewünscht werden, besitzen keinen ökonomischen Wert und stören die Produktion von Kulturpflanzen, das Wachstum von Zierpflanzen oder die Aufzucht von Tierhaltungen. Viele Arten von Unkräutern sind bekannt, einschließlich der Einjahrespflanzen, wie Amarant (pigweed), weißer Gänsefuß (lambsquarter), Fuchsschwanz (foxtail), Bluthirse (crabgrass), Ackersenf (wild mustard), Ackerhellerkraut (field pennycress), Raygras (ryegrass), Gänsegras (goose grass), Vogelmiere (chickweed), Flughafer (wild oats), Cissampelos pareira (velvet leaf), Portulaca oleracea (purselane), Hühnerhirse (barnyard grass), Wasserpfeffer (smartweed), Vogelknöterich (knotweed), Xanthium (cocklebur), Windenknöterich (wild buckwheat), Chenopo diaceae (kochia), Heil-Kornrade (medic corn cockle), Ambrosia artemisiifolia (ragweed), Gänsedistel (sowthistle), Cassia marylandica (coffee weed), Cascarilla (croton), Lythraceae (cuphea), Cassytha (dodder), Fumaria (fumitory), Senecio (groundsel), Galeopsis (hemp nettle), Knowel (knowel), Wolfsmilch (spurge), Spörgel (spurry), Emex (emex), Echinochloa colona (jungle rice), Potamogeton (pondweed), Eupatorium capillifolium (dog fennel), Mullugo verticillata (carpetweed), Trichter-

winde (morning glory), Galium (bedstraw), Lemnaceae (ducksalad), Naiadaceae (naiad), der Zweijahrespflanzen, wie Daucus carota (wild carrot), Compositae (matricaria), Hordeum (wild barley), Lychnis (campion), Anthemis (chamomile), Arctium (burdock), Verbascum (mullein), Malvaceae (roundleaved mallow), Cirsium lanceolatum (bull thistle), Cynoglossum (hounds-tongue), Verbascum blattaria (moth mullein) und Centaurea calcitrapa (purple star thistle), oder der perennierenden Pflanzen, wie weiße Kornrade (white cockle), perennierendes Raygras (perennial rye-grass), gemeine Quecke (quackgrass), Johnson-gras (Johnson grass), Ackerkratzdistel (Canada thistle), Convolvulus sepium (hedge bindweed), Bermudagrass (Bermuda grass), kleiner Ampfer (sheep sorrel), krauser Ampfer (curly dock), Cyperus rotundus (nutgrass), Cerastium orvensae (field chickweed), gemeiner Löwenzahn (dandelion), Campanula (campanula), Ackerwinde (field bindweed), Centaurea picris (Russian knapweed), Bouteloua oligostachya (mesquite), Linaria vulgaris (toadflax), Schafgarbe (yarrow), Compositae (aster), Lithospermum (gromwell), Equisetum (horsetail), Vernonia (ironweed), Sesbania (sesbania), Scirpus (bulrush), Typha (cattail) und Barbarea (wintercress).

In ähnlicher Weise können derartige Unkräuter als breitblättrige oder grasartige Unkräuter klassifiziert werden. Es ist ökonomisch wünschenswert, das Wachstum derartiger Unkräuter zu bekämpfen ohne vorteilhafte Pflanzen oder Tierhaltungen zu schädigen.

Die erfindungsgemäßen neuen Verbindungen sind besonders wertvolle Mittel zur Unkrautbekämpfung, da sie gegenüber vielen Spezies und Gruppen von Unkräutern toxisch sind, während sie relativ nicht-toxisch gegenüber wertvollen Pflanzen sind. Die genaue Menge der Verbindung, die benötigt wird,

hängt von einer Anzahl von Faktoren ab, einschließlich der Härte der speziellen Unkräuter-Spezies, des Wetters, der Art des Bodens, der Methode der Auftragung, der Art der wertvollen Pflanzen in dem gleichen Bereich und von ähnlichen Faktoren. Während die Aufbringung der aktiven Verbindung in einer Menge von bis zu lediglich etwa 28,35 g oder 56,70 g pro 4050 m² (1 bis 2 ounces per acre) für die gute Bekämpfung eines leichten Unkrautbefalls hinreichend sein kann, wenn die Unkräuter unter schlechten Bedingungen wachsen, kann die Auftragung von 4,54 kg oder mehr (ten pounds or more) der aktiven Verbindung pro 4050 m² (per acre) für eine gute Bekämpfung eines intensiven Befalls widerstandsfähiger perennierender Unkräuter, die unter günstigen Bedingungen wachsen, erforderlich sein.

Die herbizide Toxizität der erfindungsgemäßen neuen Verbindungen kann durch viele eingeführte Testtechniken, die dem Fachmann bekannt sind, erläutert werden, wie durch Vorlauf- und Nachlauf-Test (pre- and post-emergence testing).

Die Herbizid-Aktivität der erfindungsgemäßen Verbindungen wurde anhand von Experimenten demonstriert, die für die Vorlaufkontrolle einer Vielfalt von Unkräutern durchgeführt wurden. In diesen Experimenten wurden kleine Kunststoff-Gewächshausschalen, die mit trockener Erde gefüllt waren, mit verschiedenen Unkrautsamen besät. 24 Stunden oder weniger nach der Aussaat wurden die Schalen mit Wasser besprüht, bis der Boden naß war, und die Testverbindungen, die als wäßrige Emulsionen von Aceton-Lösungen mit Emulgatoren formuliert waren, wurden in den angegebenen Konzentrationen auf die Oberfläche des Bodens aufgesprüht.

Nach dem Aufsprühen wurden die Erdbehälter in das Gewächs-

haus gesetzt und in erforderlichem Maße mit zusätzlicher Wärme versorgt und täglich oder häufiger bewässert. Die Pflanzen wurden unter diesen Bedingungen für eine Zeit von 15 bis 21 Tagen gehalten, wonach der Zustand der Pflanzen und das Ausmaß der Schädigung der Pflanzen unter Zugrundelegung einer Bewertungsskala von 0 bis 10, wie folgt gemessen wurde: 0 = keine Schädigung, 1, 2 = leichte Schädigung, 3, 4 = mäßige Schädigung, 5, 6 = mäßig schwere Schädigung, 7, 8, 9 = schwere Schädigung, 10 = Absterben, und NE zeigt an, daß kein Durchtritt erfolgte. Die Wirksamkeit der Verbindungen wird durch die nachfolgenden Zahlenangaben, die in Tabelle I zusammengefaßt sind, demonstriert. Zahlenangaben mit Dezimalstellen sind das Ergebnis von Durchschnittsermittlungen aus zwei oder mehr Bewertungen, die aus wiederholten Experimenten erhalten wurden.

Die Herbizid-Aktivität der erfindungsgemäßen Verbindungen wurde ebenfalls durch Experimente demonstriert, die zur Nachlauf-Bekämpfung (post-emergence control) einer Anzahl von Unkräutern durchgeführt wurden. In diesen Experimenten wurden die zu untersuchenden Verbindungen in wäßrigen Emulsionen formuliert und in der angegebenen Dosierung auf das Blattwerk der verschiedenen Unkrautspezies, die eine vorgeschriebene Größe erreicht hatten, aufgesprüht. Nach dem Besprühen wurden die Pflanzen in ein Gewächshaus gegeben und täglich oder häufiger bewässert. Es wurde kein Wasser auf das Blattwerk der behandelten Pflanzen aufgebracht. Die Schwere der Schädigung wurde 10 bis 15 Tage nach der Behandlung ermittelt und wurde anhand der zuvor beschriebenen Skala mit 0 bis 10 bewertet. Die Wirksamkeit dieser Verbindungen wird durch die nachstehenden Zahlenangaben, die in Tabelle II zusammengefaßt sind, demonstriert. Werte mit Dezimalstellen sind wiederum das Ergebnis der Durchschnittsbildung bei wiederholten Experimenten.

TABELLE I

14 & 21 Tage

Erste, zweite und fortgeschrittene
Vorlauf-Darstellung

(Seite 1)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 2									
	8		1		0,5		0,25		0,125	
	14	21	14	21	14	21	14	21	14	21
WMSD	NE	NE	10	10	10	10	0	10	10	10
BDWD	-	-	9	10	8	7	3	4	3	4
PIGW	10	10	10	10	NE	NE	NE	NE	10	10
JMWD	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE
VTLF	NE	NE	NE	10	10	10	10	10	9	10
MNGY	8	9	2	1	2	1	3	2	3	2
YLFX	10	10	8	7	6	6	5	3	5	3
BNGS	NE	NE	10	10	8	8	7	8	4	4
JNGS	NE	NE	10	10	NE	10	10	10	4	6
QKGS	-	-	9	10	4	6	0	2	0	0
WOAT	10	10	6	4	7	8	4	3	0	0
CBGS	NE	NE	NE	NE	10	10	NE	10	4	3
SPGT	-	-	10	10	NE	NE	NE	NE	2	3
CTGS	NE	NE	3	2	5	6	4	2	0	0
SUBT	-	-	10	10	10	10	10	10	10	10
SOYB	-	-	10	10	9	10	6	6	0	1
COTN	-	-	1	1	1	0	0	0	0	0
PTBN	-	-	10	10	10	10	10	10	6	6
ALFA	-	-	10	10	10	10	10	10	6	4
WHT	-	-	8	10	7	7	5	4	2	0
RICE	-	-	1	1	1	0	1	0	0	0
SÖRG	-	-	9	10	9	10	3	3	4	3
CORN	-	-	6	6	4	4	5	4	5	4
OAT	-	-	7	10	10	10	1	3	0	0
YNSG	NE	NE	-	-	-	-	-	-	-	-

TABELLE I

14 & 21 Tage

Erste, zweite und fortgeschrittene
Vorlauf-Darstellung

(Seite 2)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 3							
	1		0,5		0,25		0,125	
	14	21	14	21	14	21	14	21
WMSD	10	10	10	10	9	9	5	0
BDWD	9	10	10	10	7	5	5	0
PIGW	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE
JMWD	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE
VILF	10	10	10	10	2	0	2	0
MNGY	9	10	9	7	2	2	0	0
YLFY	NE	10	9	9	7	0	0	0
BNGS	10	10	9	10	2	0	3	0
JNGS	10	10	10	10	7	5	2	0
QKGS	NE	NE	NE	5	2	0	0	5
WOAT	10	10	10	5	0	0	0	0
CBGS	NE	NE	NE	NE	9	9	8	5
SPGT	NE	NE	NE	NE	8	0	6	0
CTGS	NE	NE	NE	5	4	8	9	0
SUBT	NE	NE	10	10	9	10	10	10
COTN	5	2	1	0	0	0	0	0
SOYB	7	6	0	0	0	0	0	0
PTBN	10	10	10	10	6	6	5	6
ALFA	10	10	10	10	10	10	0	6
SORG	10	10	10	9	8	7	1	0
WHT	9	10	7	9	2	0	1	0
RICE	8	7	6	2	4	0	0	0
CORN	9	9	9	5	4	0	3	3
OAT	10	10	10	9	2	0	6	1
YNSG	-	-	-	-	-	-	-	-

TABELLE I

14 & 21 Tage

Erste, zweite und fortgeschrittene
Vorlauf-Darstellung

(Seite 3)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 4											
	4		2		1		0,5		0,25		0,125	
	14	21	14	21	14	21	14	21	14	21	14	21
WMSD	NE	NE	NE	NE	10*	10*	NE	NE	9	10	7	10
BDWD	-	-	-	-	6	10	1	7	-	-	-	-
PIGW	10	10	10	10	10*	10*	6,5	10*	8*	7*	2	10
JMWD	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE
VTLF	9	10	9	10	NE	NE	NE	NE	NE	NE	10	10
MNGY	10	10	5	3	4,5*	7	10	10	7	6	3	0
YLFX	10	10	9	7	10*	10*	10	10	1	0	1	0
BNGS	10	10	NE	NE	10*	10*	10	9	7	7	4	4
JNGS	9	10	10	10	9,5*	9,5*	10	8	8	9	5	6
QKGS	-	-	-	-	NE	8	5	6	4	3	0	0
WOAT	7	10	5	4	5*	5,5*	4	10	4	10	0	7
CBGS	NE	NE	7	7	7*	7*	8	10	NE	NE	2	7
SPGT	-	-	-	-	10	10	10	10	10	10	6	3
CTGS	3	3	3	3	5	6,5*	6	10	0	10	0	0
SUBT	-	-	-	-	10	10	10	10	10	10	10	10
COTN	-	-	-	-	7	7	6	5	0	2	0	2
SOYB	-	-	-	-	8	10	10	10	6	10	3	10
PTBN	-	-	-	-	10	10	10	10	7	1	4	4
ALFA	-	-	-	-	10	10	NE	NE	10	10	8	6
SORG	-	-	-	-	7	10	10	10	NE	5	2	3
WHT	-	-	-	-	5	8	NE	NE	2	10	0	4
RICE	-	-	-	-	10	5	10	7	7	4	0	1
CORN	-	-	-	-	6	6	6	5	4	3	2	0
OAT	-	-	-	-	4	10	4	8	3	10	2	3
YNSG	0	0	0	0	0	0	-	-	-	-	-	-

TABELLE I

14 & 21 Tage

Erste, zweite und fortgeschrittene
Vorlauf-Darstellung

(Seite 4)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 5					
	4		2		1	
	14	21	14	21	14	21
WMSD	10*	9,5*	4	0	4	0
BDWD	-	-	-	-	-	-
PIGW	10*	10*	8	7	10	10
JMWD	10*	10*	10	10	9	10
VTLF	10*	10*	6	3	6	3
MNGY	0	0	0	0	0	0
YLFY	1	0	0	0	0	0
BNGS	9*	9*	5	3	6	6
JNGS	10*	10*	6	5	7	5
QKGS	-	-	-	-	-	-
WOAT	2*	1*	0	0	0	0
CBGS	1	0	1	0	0	0
SPGT	-	-	-	-	-	-
CTGS	1	8	0	0	0	0
YNSG	2	2	0	0	0	0

TABELLE I

14 & 21 Tage

Erste, zweite und fortgeschrittene
Vorlauf-Darstellung

(Seite 5)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 6							
	1		0,5		0,25		0,125	
	14	21	14	21	14	21	14	21
WMSD	10	10	10	10	6	10	5	6
BDWD	2	8	3	6	2	0	0	0
PIGW	10	10	10	10	10	10	0	0
JMWD	NE	9	NE	NE	9	9	7	0
VTLF	NE	NE	NE	4	10	10	NE	NE
MNGY	4	7	4	7	3	3	0	0
YLFX	6	6	6	3	0	0	0	0
BNGS	7	10	6	9	0	0	3	0
JNGS	10	10	6	7	6	7	4	5
QKGS	6	3	3	0	0	0	0	0
WOAT	8	10	5	3	0	3	0	0
CBGS	NE	10	9	0	0	0	0	0
SPGT	10	10	10	0	2	0	0	0
CTGS	6	8	5	0	0	0	0	0
SUBT	10	10	10	10	4	7	0	0
SOYB	7	10	7	10	0	0	0	0
COTN	3	4	3	4	0	0	0	0
PTBN	10	10	8	0	3	0	0	0
ALFA	10	10	10	10	10	10	0	0
WHT	3	5	3	10	0	0	0	0
RICE	4	3	4	2	0	0	0	0
SORG	8	10	6	0	1	0	0	0
CORN	0	0	0	0	0	0	0	0
OAT	6	10	5	0	0	0	0	0
YNSG	-	-	-	-	-	-	-	-

* = Durchschnitt aus zwei oder mehr Tests

TABELLE II

Erste, zweite und fortgeschrittene
Nachlauf-Darstellung

(Seite 1)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 2				
	8	1	0,5	0,25	0,125
WMSD	10	10*	10*	10*	8,5*
BDWD	10	9,5*	6*	3,5*	10*
PIGW	-	10*	10*	10*	9,5*
JMWD	10	10*	10*	10*	10*
VTLF	-	10*	10*	10	10*
MNGY	10	10*	6,5*	10*	10*
YLFX	10	9*	7,5*	8,5*	10*
BNGS	10	10*	9,5*	8,5*	10*
JNGS	10	10*	10*	10*	5,5*
QKGS	-	10*	8,5*	6*	4*
WOAT	10	7,5*	10*	2*	3*
CBGS	10	9*	10*	10*	10*
SPGT	-	10*	10*	10*	10*
CTGS	-	6*	5*	0*	0*
SUBT	-	10*	10*	10*	10*
COTN	-	10*	10*	10*	10*
SOYB	9	6*	5*	7*	5*
PTBN	-	10*	10*	10*	8*
ALFA	-	10*	10*	10*	10*
SORG	-	10*	10*	8*	7*
WHT	-	3,5*	5,5*	0*	0*
RICE	-	5,5*	4*	2*	0*
CORN	-	8*	7,5*	5,5*	5*
OAT	-	10*	5,5*	7*	3*
YNSG	7	-	-	-	-

TABELLE II

Erste, zweite und fortgeschrittene
Nachlauf-Darstellung

(Seite 2)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 3			
	1	0,5	0,25	0,125
WMSD	10	10	10	7
BDWD	9	2	2	0
PIGW	-	10	10	9
JMWD	10	10	10	10
VTLF	10	10	10	10
MNGY	10	3	0	0
YLPX	8	5	7	0
BNGS	10	9	7	0
JNGS	10	10	10	1
QKGS	10	7	2	0
WOAT	5	0	0	0
CBGS	8	10	0	0
SPGT	10	10	10	10
CTGS	2	0	0	0
SUBT	10	10	10	10
COTN	10	10	10	10
SOYB	5	3	0	0
PTBN	10	10	10	10
ALFA	10	10	10	10
SORG	10	10	8	7
WHT	5	1	0	0
RICE	8	5	2	0
CORN	6	7	1	0
OAT	10	1	0	0
YNSG	-	-	-	-

TABELLE II

Erste, zweite und fortgeschrittene
Nachlauf-Darstellung

(Seite 3)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 4						
	8	4	2	1	0,5	0,25	0,125
WMSD	10	10	10	10*	10	10	10
BDWD	10	10	10	10*	9	3	0
PIGW	-	-	-	10*	10	10	10
JMWD	10	10	10	10*	10	10	10
VTLF	-	-	-	10	10	10	10
MNGY	7	8	10	8,5*	8	2	1
YLFY	10	10	8	6*	7	0	0
BNGS	10	10	10	10*	10	1	0
JNGS	10	10	10	10*	10	10	9
QKGS	-	-	-	9	1	0	0
WOAT	10	10	10	8,5*	10	10	2
CBGS	10	10	10	8,5*	10	10	9
SPGT	-	-	-	10	10	10	10
CTGS	-	-	-	0	0	0	0
SUBT	-	-	-	10	10	10	10
COTN	-	-	-	10	10	10	10
SOYB	7	7	6	6*	8	5	3
PTBN	-	-	-	10	10	10	9
ALFA	-	-	-	10	10	10	10
SORG	-	-	-	10	7	2	1
WHT	-	-	-	10	9	3	0
RICE	-	-	-	0	0	0	0
CORN	-	-	-	7	3	0	0
OAT	-	-	-	10	10	10	10
YNSG	0	0	0	0	-	-	-

TABELLE II

Erste, zweite und fortgeschrittene
Nachlauf-Darstellung

(Seite 4)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 5
	4
WMSD	10
BDWD	4
PIGW	-
JMWD	6
VTLF	-
MNGY	6
YLFX	6
BNGS	8
JNGS	10
QKGS	-
WOAT	1
CBGS	10
SPGT	-
SOYB	3
YNSG	0

TABELLE II

Erste, zweite und fortgeschrittene
Nachlauf-Darstellung

(Seite 5)

Verbin- dung: #/Acre:	Produkt des Beispiels 6			
	1	0,5	0,25	0,125
WMSD	10	10	10	10
BDWD	8	3	0	0
PIGW	10	10	10	10
JMWD	10	10	10	10
VTLF	10	10	10	10
MNGY	5	4	4	2
YLFX	1	0	0	0
BNGS	3	2	0	0
JNGS	9	5	10	0
QKGS	0	0	0	0
WOAT	10	0	8	2
CBGS	10	9	10	8
SPGT	10	10	10	3
CTGS	0	0	0	0
SUBT	10	10	10	10
COTN	10	10	10	8
SOYB	2	1	0	0
PTBN	8	7	7	2
ALFA	10	10	10	5
SORG	4	1	0	0
WHT	2	1	0	0
RICE	0	0	0	0
CORN	0	0	0	0
OAT	10	5	10	2
YNSG	-	-	-	-

* = Durchschnitt aus zwei oder mehr Tests

Abkürzungen für Unkräuter & Kulturpflanzen

WMSD = Ackersenf (wild mustard)	CBGS = Fingerhirse (crabgrass)
BDWD = Convolvulus (bindweed)	SPGT = Scolochloa festucaceae (sprangletop)
PIGW = Amarant (pigweed)	CTGS = Bromus tectorum (Cheatgrass)
JMWD = Datura stramonium (jimsonweed)	SUBT = Zuckerrübe (sugarbeet)
VTLF = Cissampelos pareira (velvetleaf)	SOYB = Sojabohne (soybean)
MNGY = Trichterwinde (morningglory)	COTN = Baumwolle (cotton)
YLFX = Gelber Fuchsschwanz (yellow foxtail)	PTBN = Pintobohne (pintobean)
BNGS = Hühnerhirse (barnyardgrass)	ALFA = Medicago sativa (alfalfa)
JNGS = Johnsongras (Johnsongrass)	WHT = Weizen (wheat)
QKGS = Gemeine Quecke (quickgrass)	SORG = Sorghum (sorghum)
WOAT = Flughafer (wild oat)	YNSG = Cyperus rotundus (yellow nutsedge)

E r f i n d u n g s a n s p r u c h :

1. Herbizidzusammensetzungen, gekennzeichnet dadurch, daß sie einen inerten Träger und als Wirkstoff in einer für Unkräuter toxischen Menge ein Heterozyclisches Amid einer Phenoxyphenoxyalkansäure der allgemeinen Formel I enthält, in der X ein Halogenatom oder eine Trifluormethylgruppe darstellt,

Y ein Wasserstoff- oder Halogenatom oder eine Nitro- oder Cyanogruppe bedeutet,

 R^1 einen Alkylrest darstellt,

 R^2 ein Wasserstoffatom oder einen Alkyl-, Alkenyl- oder Alkinyrest bedeutet und

 R^3 ein Halogenatom oder einen Alkylrest darstellt,

m eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist und

n eine ganze Zahl 0 oder 1 ist.
2. Zusammensetzung nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß sie als Wirkstoff

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxypropionamid,

N-Ethyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxypropionamid,

N-Propyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxypropionamid,

N-Allyl-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -2-nitro-5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)phenoxypropionamid,

N-(4-Chlor-1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -2-nitro-5-(4-trifluormethylphenoxy)phenoxypropionamid,

oder

N-(1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-2- γ -3-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)-6-nitrophenoxybutyramid enthält.

3. Verfahren zur Unkrautbekämpfung, gekennzeichnet dadurch, daß die Unkräuter oder der Boden, auf dem die Unkräuter wachsen, mit einer Herbizid-Zusammensetzung nach Punkt 1 oder 2 in Berührung gebracht wird.

- Hierzu 1 Formblatt²¹ -

