



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: A 01 N 37/38
A 01 N 31/16
C 07 C 69/736
C 07 C 103/178

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENT SCHRIFT** A5

⑪ **641 639**

⑫① Gesuchsnummer: 1523/79

⑫② Anmeldungsdatum: 16.02.1979

⑫③ Priorität(en): 18.02.1978 JP 53-17785
07.07.1978 JP 53-82732
14.10.1978 JP 53-126592

⑫④ Patent erteilt: 15.03.1984

⑫⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 15.03.1984

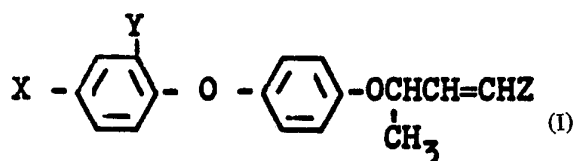
⑫⑦ Inhaber:
Kumiai Chemical Industry Co., Ltd., Tokyo (JP)

⑫⑧ Erfinder:
Kazuo Jikihara, Kakegawa-shi/Shizuoka-ken (JP)
Shigekazu Itoh, Shimizu-shi/Shizuoka-ken (JP)
Shuichi Takayama, Shimizu-shi/Shizuoka-ken (JP)
Koichi Sato, Ogasa-gun/Shizuoka-ken (JP)
Ichiro Kimura, Ogasa-gun/Shizuoka-ken (JP)
Isao Chiyomaru, Shimizu-shi/Shizuoka-ken (JP)

⑫⑨ Vertreter:
Walter Fr. Moser Patent Service S.A., Genève

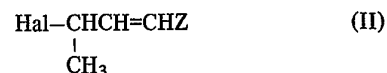
⑫⑤ **Ungesättigte Phenoxyphenoxyderivate, Verfahren zu ihrer Herstellung und sie enthaltende Herbizide.**

⑫⑦ Es werden neue ungesättigte Phenoxyphenoxyderivate der folgenden Formel beschrieben



wobei X ein Halogenatom oder CF₃; Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom; und Z eine Gruppe der Formeln -COOR', -COSR', -COR'', -COOH, -CH₂OH oder -CH₂OR''' bedeuten, wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl-, Methylphenyl-, oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion oder ein Metallatom steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkinylgruppe, oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, und wobei R' eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe bedeutet, und wobei R'' eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder

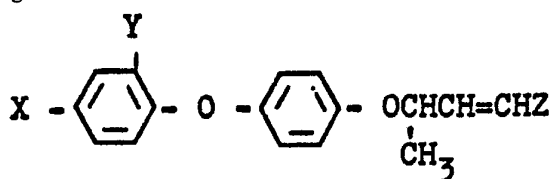
eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, und wobei R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet. Diese eignen sich hervorragend als Herbizide, insbesondere zur Bekämpfung von Gramineen-Unkräutern. Sie können hergestellt werden durch Umsetzung des entsprechenden Phenoxyphenols mit einem ungesättigten Halogenid der Formel



wobei Z die oben angegebene Bedeutung hat, und wobei Hal für ein Halogenatom steht.

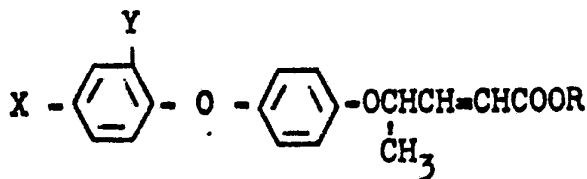
PATENTANSPRÜCHE

1. Ungesättigtes Phenoxyphenoxyderivat der folgenden allgemeinen Formel



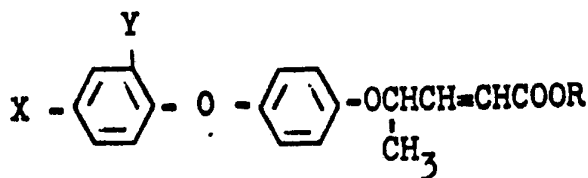
wobei X ein Halogenatom oder CF₃; Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom; und Z eine Gruppe der Formeln -COOH, -COOR, -COSR', -COR'', -CH₂OH oder -CH₂OR''' bedeuten, wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion oder ein Metallatom steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, und wobei R' eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe bedeutet, und wobei R'' ein Wasserstoffatom, eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, und R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet.

2. Ungesättigtes Phenoxyphenoxyderivat nach Anspruch 1 der folgenden allgemeinen Formel



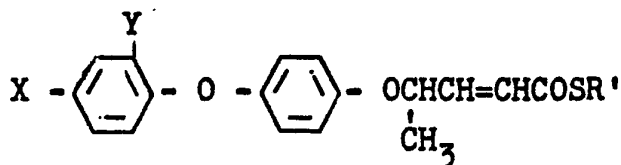
wobei X, Y und R die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben.

3. Ungesättigtes Phenoxyderivat nach einem der Ansprüche 1 oder 2 der folgenden allgemeinen Formel



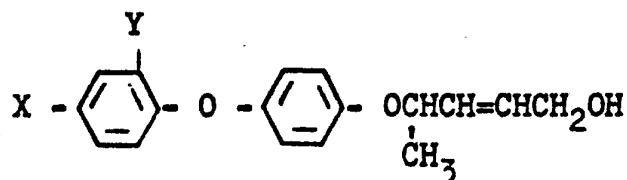
wobei X und Y die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben und R für Methoxymethylbutyl steht.

4. Ungesättigtes Phenoxyphenoxyderivat nach Anspruch 1 der folgenden allgemeinen Formel



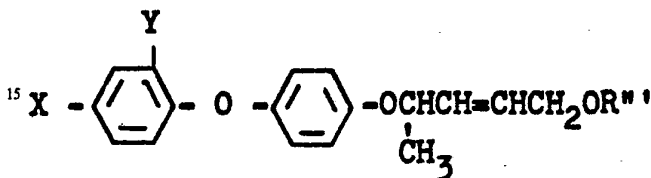
wobei X, Y und R' die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben.

5. Ungesättigtes Phenoxyphenoxyderivat nach Anspruch 1 der folgenden allgemeinen Formel



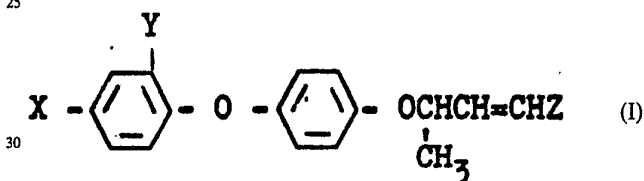
(I) wobei X und Y die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben.

6. Ungesättigtes Phenoxyphenoxyderivat nach Anspruch 1 der folgenden allgemeinen Formel



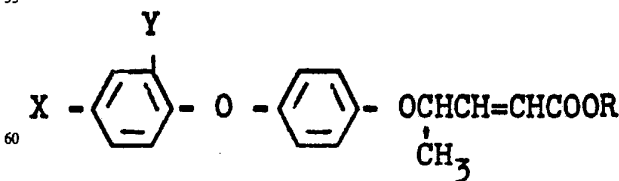
wobei X, Y und R''' die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben.

7. Herbizides Mittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem ungesättigten Phenoxyphenoxyderivat der folgenden allgemeinen Formel



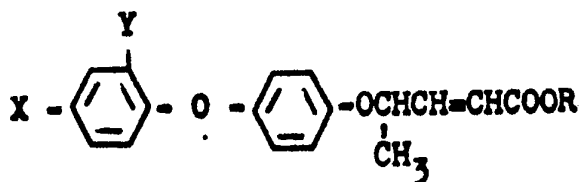
wobei X ein Halogenatom oder CF₃; Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom; und Z eine Gruppe der Formeln -COOH, -COOR, -COSR', -COR'', -CH₂OH oder -CH₂OR''' bedeuten, wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion oder ein Metallatom steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, und wobei R' eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe bedeutet, und wobei R'' ein Wasserstoffatom, eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, und R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet.

8. Herbizides Mittel nach Anspruch 7, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem ungesättigten Phenoxyphenoxyderivat der folgenden allgemeinen Formel



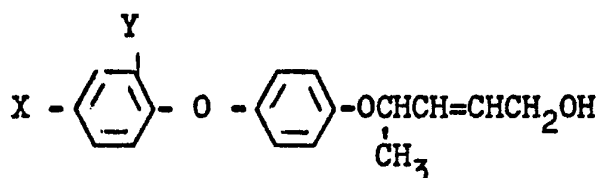
wobei X, Y und R die in Anspruch 7 angegebene Bedeutung haben.

9. Herbizides Mittel nach einem der Ansprüche 7 oder 8, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem ungesättigten Phenoxyphenoxyderivat der folgenden allgemeinen Formel



wobei X und Y die in Anspruch 7 angegebene Bedeutung haben und R für Methoxymethylbutyl steht.

10. Herbizides Mittel nach Anspruch 7, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem ungesättigten Phenoxyphenoxyderivat der folgenden allgemeinen Formel



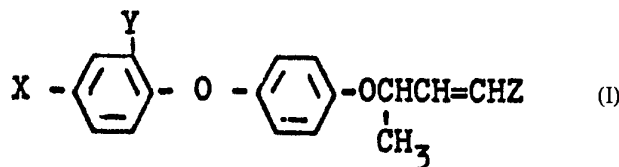
wobei X und Y die in Anspruch 7 angegebene Bedeutung haben.

11. Verwendung des ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats nach einem der Ansprüche 1 bis 6 zur Bodenbehandlung oder Blattbehandlung.

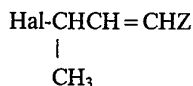
12. Verwendung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass man zur Bodenbehandlung 0,01 bis 10 kg des ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats pro 1 ha anwendet.

13. Verwendung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass man zur Blattbehandlung eine Konzentration des ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats von 10 bis 10 000 ppm einsetzt.

14. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



wobei X ein Halogenatom oder CF_3 ; Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom; und Z eine Gruppe der Formeln $-\text{COOH}$, $-\text{COOR}$, $-\text{COSR}'$, $-\text{COR}''$, $-\text{CH}_2\text{OH}$ oder $-\text{CH}_2\text{OR}'''$ bedeuten, wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion oder ein Metallatom steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, und wobei R' eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe bedeutet, und wobei R'' ein Wasserstoffatom, eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, und R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel

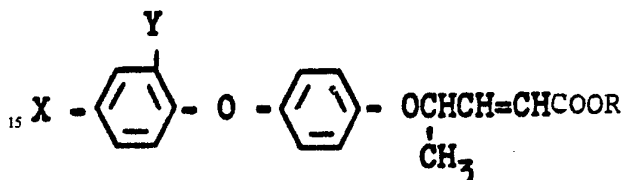


wobei Z die oben angegebene Bedeutung hat und wobei Hal für ein Halogenatom steht, mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel

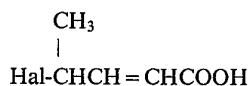


in Anwesenheit einer als Dehydrohalogenierungsmittel wirkenden Base bei 0 bis 150°C umgesetzt.

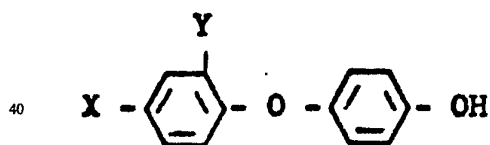
15. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



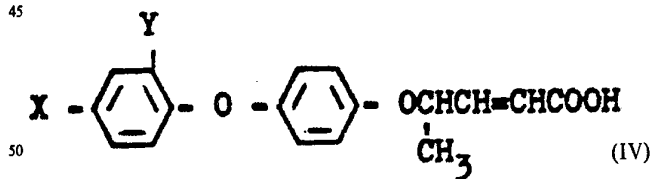
wobei X ein Halogenatom oder CF_3 und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

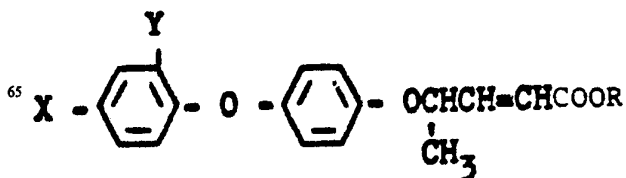


umsetzt und danach die Verbindung (IV) mit einer Verbindung der Formel

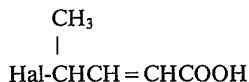


wobei R die oben angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit oder Abwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umgesetzt.

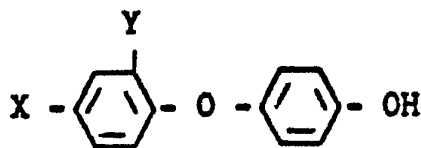
16. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



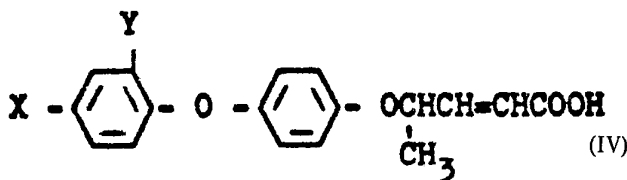
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R für eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe steht, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkinylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



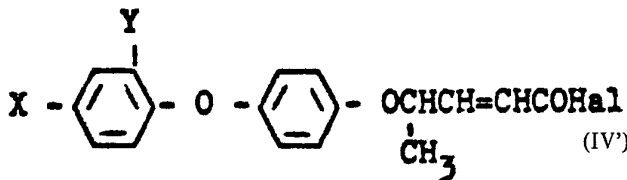
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel



dass man das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat (IV) durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel

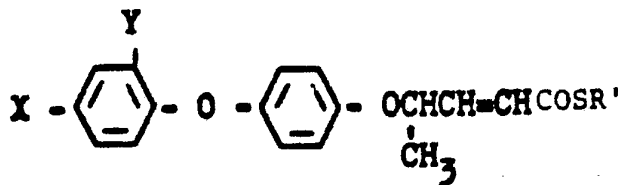


überführt und danach die Verbindung (IV') mit einer Verbindung der Formel

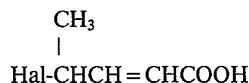


wobei R die oben angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit oder Abwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umgesetzt.

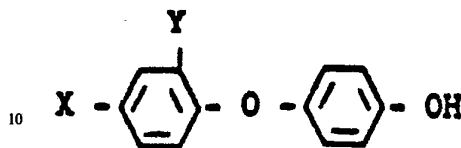
17. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



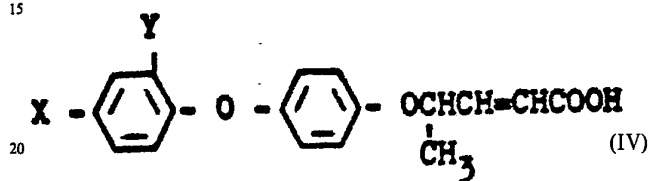
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und X ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R' für eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe steht, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



5 mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

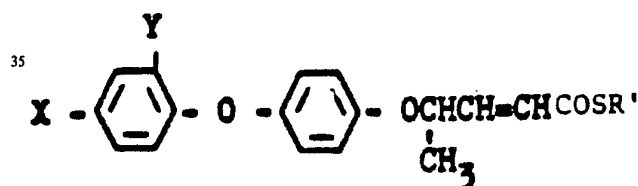


umsetzt und danach die Verbindung (IV) mit einer Verbindung der Formel

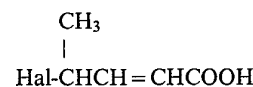


wobei R' die oben angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit oder Abwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umgesetzt.

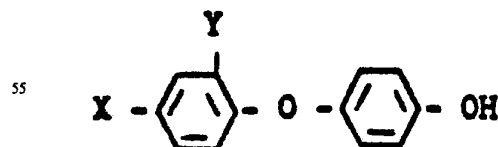
18. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



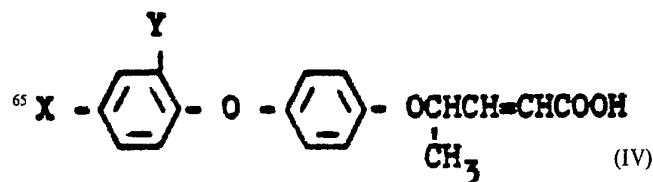
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R' für eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe steht, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



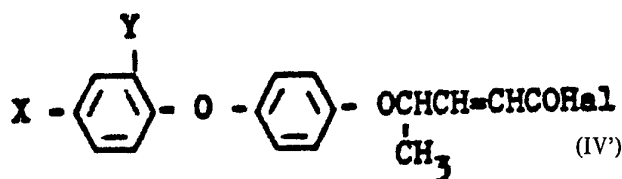
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel



umsetzt, das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat (IV) durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel

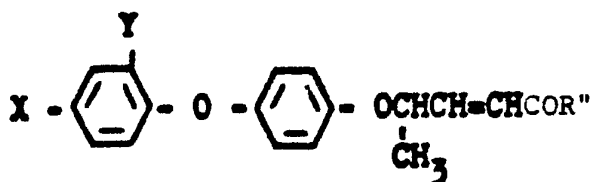


überführt und danach die Verbindung (IV') mit einer Verbindung der Formel

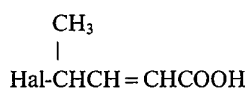


wobei R' die oben angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit oder Abwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umsetzt.

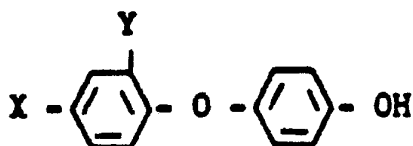
19. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



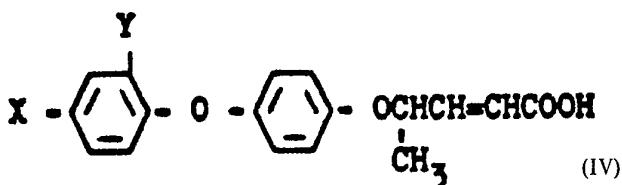
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R'' eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

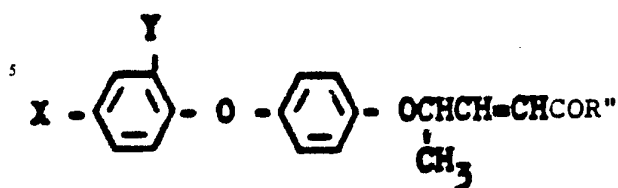


umsetzt und danach die Verbindung (IV) mit einer Verbindung der Formel

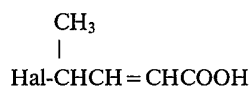


wobei R'' die oben angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit oder Abwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umsetzt.

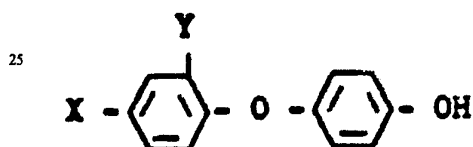
20. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



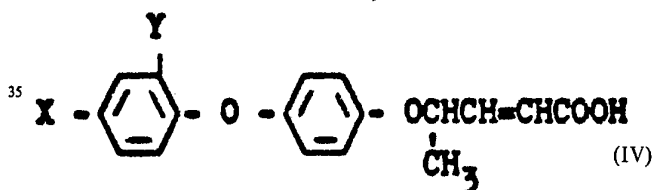
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R'' eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



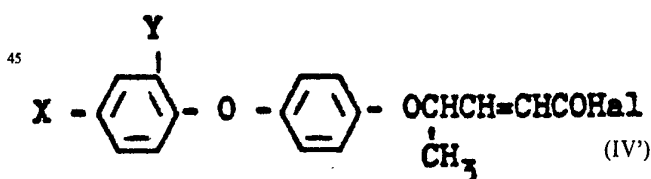
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel



umsetzt und dann das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat (IV) durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel

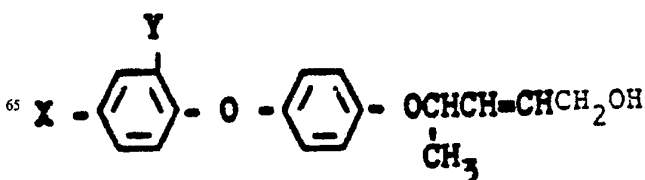


überführt und danach die Verbindung (IV') mit einer Verbindung der Formel

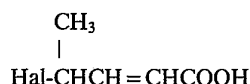


wobei R''' die angegebene Bedeutung hat, in Anwesenheit eines inerten Lösungsmittels bei 0 bis 150°C umsetzt.

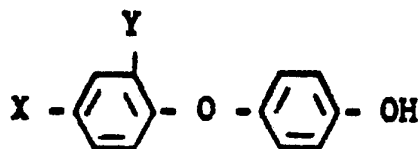
21. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



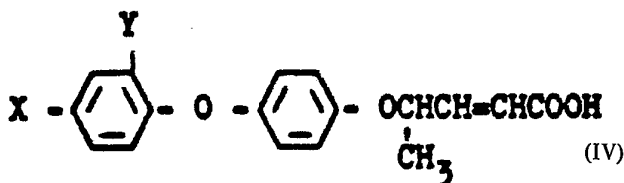
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel

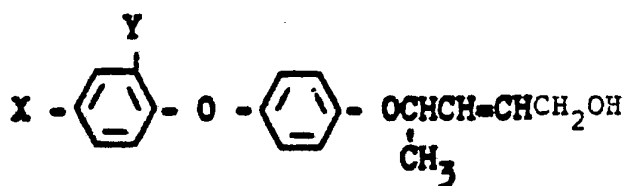


zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

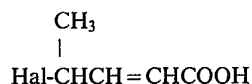


umsetzt und anschliessend die Verbindung zur Erzeugung der angestrebten Verbindung reduziert.

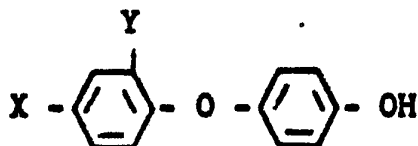
22. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



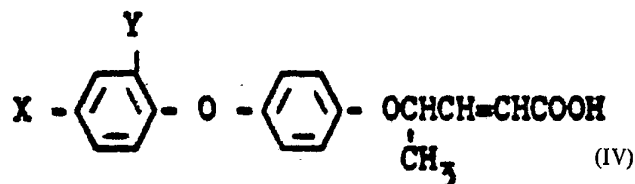
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



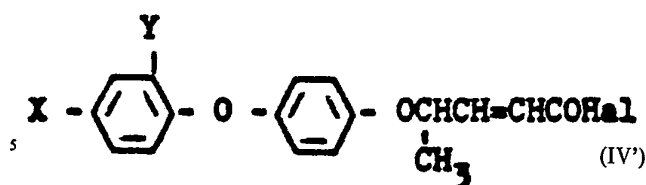
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

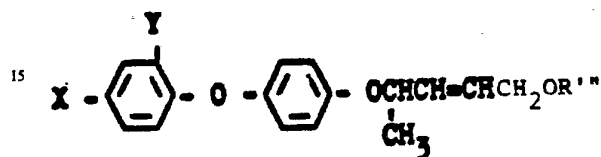


umsetzt, das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat (IV) durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel

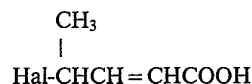


überführt und anschliessend die Verbindung (IV') zur Erzeugung der angestrebten Verbindung reduziert.

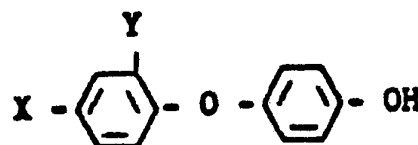
23. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



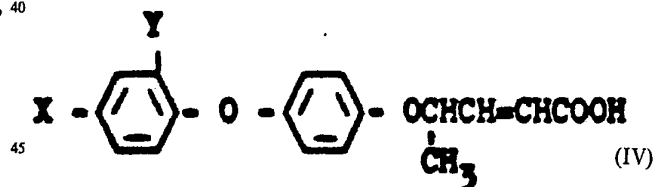
wobei X ein Halogenatom oder CF₃ und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R'' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



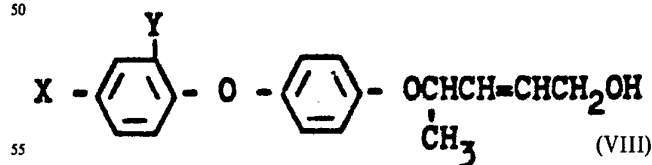
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

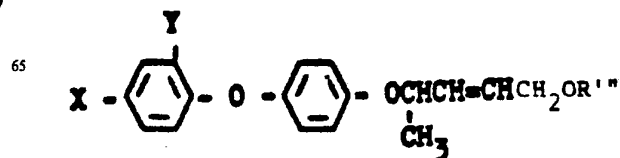


umsetzt und anschliessend die Verbindung zur Erzeugung des ungesättigten Phenoxyphenoxyalkohols der Formel

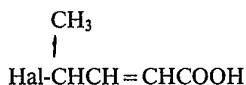


reduziert und den ungesättigten Alkohol (VIII) mit einer Verbindung der Formel R'''OH, R'''NH₂ oder R'''Hal umsetzt, wobei Hal für ein Halogenatom steht und R''' die oben angegebene Bedeutung hat.

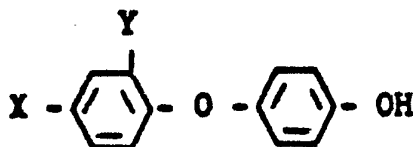
24. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



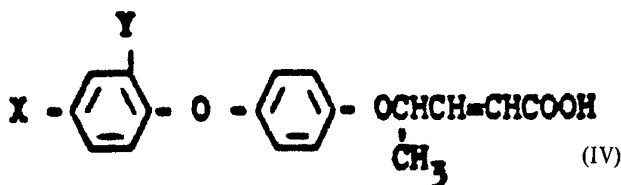
wobei X ein Halogenatom oder CF_3 und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeuten und wobei R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe bedeutet, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



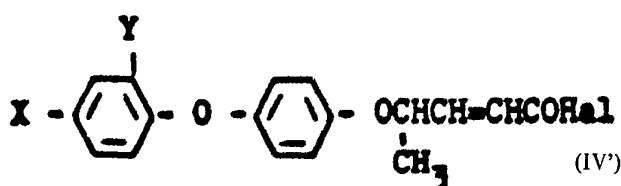
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



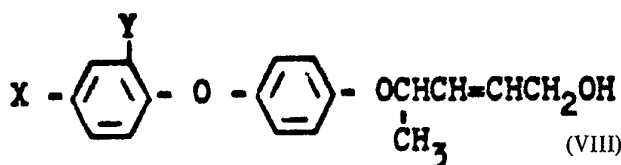
zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel



umsetzt, das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat (IV) durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel

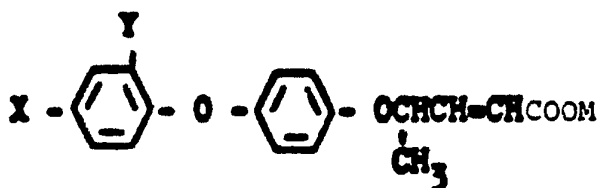


überführt und anschliessend die Verbindung (IV') zur Erzeugung des ungesättigten Phenoxyphenoxyalkohols der Formel



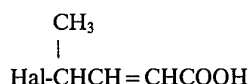
reduziert und den ungesättigten Alkohol (VIII) mit einer Verbindung der Formel $\text{R}''''\text{OH}$, $\text{R}''''\text{NH}_2$ oder R'''' Hal umsetzt, wobei Hal für ein Halogenatom steht und R''' die oben angegebene Bedeutung hat.

25. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel

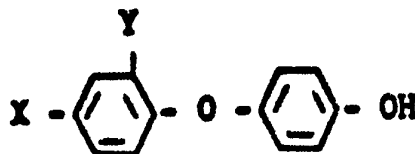


wobei X ein Halogenatom oder CF_3 und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeutet und wobei M für ein Metallatom oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylam-

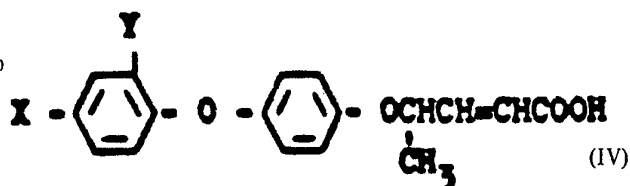
moniumion steht, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel

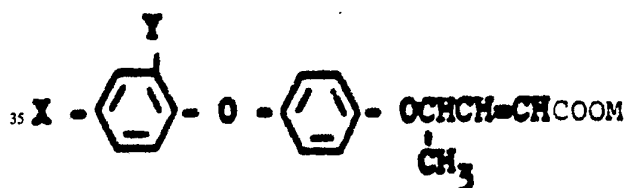


zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

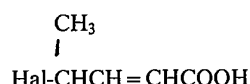


umsetzt, und anschliessend die Verbindung IV zur Erzeugung der angestrebten Verbindung mit der entsprechenden Base neutralisiert.

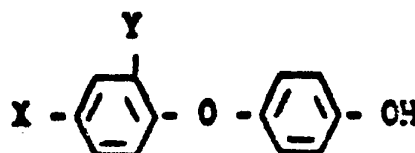
26. Verfahren zur Herstellung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



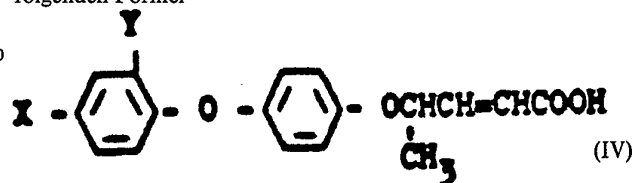
wobei X ein Halogenatom oder CF_3 und Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom bedeutet und wobei M für ein Metallatom oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion steht, dadurch gekennzeichnet, dass man ein ungesättigtes Halogenid der Formel



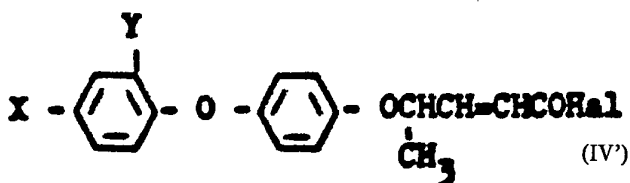
mit einem Phenoxy-2-phenol der folgenden Formel



zur Bildung eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der folgenden Formel

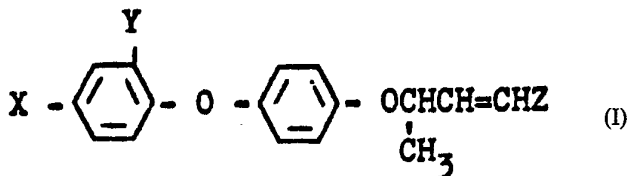


umsetzt, das ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat in IV durch Umsetzung mit einem Halogenierungsmittel in dessen Säurehalogenid der Formel



überführt und anschliessend die Verbindung IV' zur Erzeugung der angestrebten Verbindung mit der entsprechenden Base neutralisiert.

Die Erfindung betrifft ungesättigte Phenoxyphenoxyderivate der folgenden allgemeinen Formel



wobei X ein Halogenatom oder CF₃; Y ein Wasserstoffatom oder ein Halogenatom; und Z eine Gruppe der Formeln -COOH, -COOR, -COSR', -COR'', -CH₂OH oder -CH₂OR''' bedeuten, wobei R eine Cyanoäthyl-, Dialkylaminoäthyl-, Alkoxyalkyl-, Benzyl-, Dialkylbenzyl-, Alkylbenzyl-, Halogenbenzyl-, Pyridinomethyl-, Furfuryl-, Cycloalkyl-, Methylcycloalkyl-, Phenyl-, Halogenphenyl- Methylphenyl- oder Alkoxyalkylenoxyalkylgruppe oder ein Ammonium-, Alkylammonium- oder Arylammoniumion oder ein Metallatom bedeutet, und wobei im Falle X = Halogenatom R ferner auch eine Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkenyl-, Halogenalkenyl- oder Alkynylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeuten kann, und wobei R, eine Alkyl-, Phenyl-, Chlorphenyl-, Chlorbenzyl- oder Methoxybenzylgruppe bedeutet, und wobei R'' ein Wasserstoffatom, eine Amino-, Alkylamino-, Dialkylamino- oder Phenylaminogruppe oder eine durch Halogen oder Alkyl substituierte Phenylaminogruppe bedeutet, und R''' eine Acetyl-, Chloracetyl-, Benzoyl-, Äthoxycarbonyl-, Methylcarbamoyl- oder Phenylcarbamoylgruppe steht.

Die vorliegende Erfindung betrifft ferner herbizide Mittel mit einem Gehalt dieser Verbindungen als Wirkstoff.

In jüngster Zeit wurde eine Vielzahl von Herbiziden vorgeschlagen und auch praktisch verwendet, den Arbeitsaufwand in der Landwirtschaft herabzusetzen. Es tritt dabei jedoch eine Vielzahl von Problemen hinsichtlich der herbiziden Wirksamkeit und hinsichtlich der Schädlichkeit der Herbizide auf. Es ist daher erwünscht, verbesserte Herbizide zu finden, welche keine nachteiligen Wirkungen auf die Nutzpflanzen ausüben und sich in hervorragendem Masse zur Bekämpfung von schädlichen Unkräutern eignen, und zwar bei geringer Dosis des Wirkstoffs und bei höchster Sicherheit unter Vermeidung von jeglicher Umweltverschmutzung.

Die Erfinder haben verschiedene ungesättigte Phenoxyphenoxyderivate synthetisiert sowie deren herbizide Effekte studiert, um befriedigende Herbizide aufzufinden.

Die neuen erfindungsgemässen ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I) haben eine überlegene herbizide Wirksamkeit bei Gramineen-Unkräutern, wie Echinocloa crus-galli beav., Panicum crus-galli L., Digitaria spp., Digitaria ascendens henr., Digitaria sanguinalis scopoli., Sorghum halepense pers., und zwar im Vergleich zu Verbindungen der ungeprüften japanischen Patentanmeldung Nr. 33637/1977, wie Methyl-2-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-crotonat, Äthyl-2-[4-(4-trifluormethyl-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-crotonat, Äthyl-γ-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-valeryl-

und Äthyl-γ-[4-(4-trifluormethyl-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-valeryl- at. Die neuen Verbindungen der vorliegenden Erfindung haben eine überlegene, bleibende oder restliche Wirksamkeit bei Bodenbehandlung im Vergleich zu γ-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-propionsäurederivaten der ungeprüften japanischen Patentanmeldung Nr. 12924/1976.

Die neuen erfindungsgemässen Verbindungen haben eine überlegene herbizide Wirksamkeit im Vergleich zu Dimethylammonium-γ-[4-(4-chlorphenoxy)-phenoxy]-valerianat, Natrium-γ-[4-(2',4'-dichlorphenoxy)-phenoxy]-valerianat der ungeprüften japanischen Patentanmeldung Nr. 131540/1977, sowie gegenüber Äthyl-α-[4-(4'-chlorphenoxy)-phenoxy]-propionat, Methyl-α-[4-(2',4'-dichlorphenoxy)-phenoxy]-propionat, Natrium-α-[4-(4'-bromphenoxy)-phenoxy]-propionat und Kalium-α-[4-(4'-chlorphenoxy)-phenoxy]-propionat der ungeprüften japanischen Patentanmeldung Nr. 54525/1974 sowie Natrium-α-[4-(2-chlor-4'-bromphenoxy)-phenoxy]-propionat und Dimethylammonium-α-2'-chlor-4'-bromphenoxy-phenoxy-propionat der japanischen ungeprüften Patentanmeldung Nr. 89628/1977.

Ferner haben die neuen erfindungsgemässen Verbindungen ausgezeichnete Wirkungen im Sinne einer Langzeitunterdrückung von Unkräutern mit später Emergenz sowie im Sinne einer Langzeitunterdrückung der Erholung der Unkräuter bei Blattbehandlung; sowie im Sinne einer Wachstumsunterdrückung von bereits bestehenden Unkräutern. Darüberhinaus haben die herbiziden Wirkstoffe eine ausgezeichnete Stabilität, so dass ihre Wirksamkeit nicht durch Regen, atmosphärische Feuchtigkeit und hohe Temperatur beeinträchtigt wird.

Die neuen erfindungsgemässen Verbindungen weisen eine Methylgruppe in γ-Position der ungesättigten Phenoxyphenoxyverbindungen (I) auf. Hierdurch kommen spezielle herbizide Effekte zustande, und zwar insbesondere beträchtliche herbizide Effekte bei Gramineen-Unkräutern, wie Sorghum halepense pers., Alopecurus aequalis Sobolewski, Panicum crus-galli L. und Digitaria sanguinalis scopoli.

Die neuen erfindungsgemässen Verbindungen haben eine beträchtliche Selektivität, und sie zeigen keinerlei Phytotoxizität gegenüber breitblättrigen Nutzpflanzen, wie Rettich, Sojabohnen, Erdnüssen, Baumwolle, Flachs, Rote Beete, Pimento und Sonnenblumen. Sie haben jedoch eine beträchtliche Wirksamkeit gegenüber Gramineen-Unkräutern, wie Panicum crus-galli L., Digitaria sanguinalis scopoli, Sorghum halepense pers., Wildes Sorghum, Agropyron repens beav., Alopecurus aequalis Sobolewski und Paspalumgras.

Die neuen erfindungsgemässen Verbindungen können nach beliebigen Verfahren zu jeder Jahreszeit angewandt werden, und zwar im Post-Emergenzverfahren oder im Prä-Emergenzverfahren zum Zwecke der Bodenbehandlung oder Blattbehandlung.

Insbesondere beträchtliche Wirkungen zeigen die erfindungsgemässen Verbindungen bei Blattbehandlung. Sie unterdrücken z.B. Sorghum halepense pers. noch im fünf- oder mehrblättrigen Stadium vollständig.

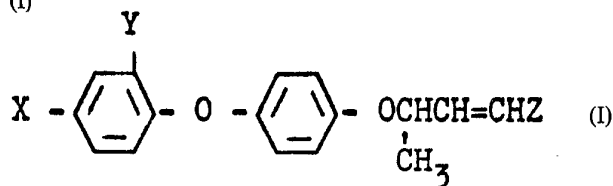
Die erfindungsgemässen Herbizide sind z.B. bei den folgenden Gramineen-Unkräutern wirksam:

Sorghum halepense, Quack-Gras (Agropyron repens), Para-Gras (Panicum purpurascens), Southern Sandbar, Finger-Gras (Chloris), Bermuda-Gras (Cynodon dactylon), Crowfoot-Gras, Digitaria sanguinalis SCOPOLI, Crab-Gras (Digitaria adscendens, Fingerhirse), Panicum, crus-galli L., Jungle-Gras (Echinochloa colona), Cattail-Gras (Typha), Goose-Gras (Gänsegras), Cogon-Gras (Imperata), Wrinkle-Gras, Southern cut-Gras, Bearded Sprangle Top (Leptochloa), Red Sprangle Top, Mexican Sprangle Top, Brown Top panicum (Panicum), Sour paspalum (Paspalum), Wasser paspalum, Natal-Gras (Tricholaena rosea oder T. repens), Raoul-Gras, Green Foxtail (Setaria

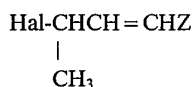
viridis), Bristly Foxtail (Alopecurus), Yellow Foxtail (Setaria glauca).

Die erfindungsgemässen ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I) können nach folgenden Verfahren hergestellt werden.

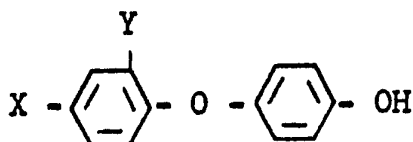
(1) Die ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I)



wobei X, Y und Z die oben angegebene Bedeutung haben, können hergestellt werden durch Umsetzung eines ungesättigten Halogenids der Formel



wobei Hal für Halogen steht, mit einem Phenoxyphenol der folgenden Formel

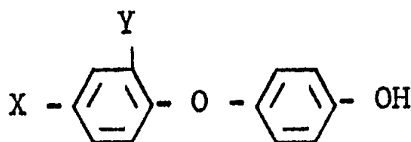


wobei X und Y die oben angegebene Bedeutung haben, und zwar in Anwesenheit einer Base bei 0 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

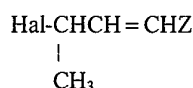
Geeignete Basen sind Alkalimetallhydroxide, wie Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid; Alkalimetallcarbonate, wie Natriumcarbonat, Kaliumcarbonat, Natriumbicarbonat; Alkoholate, wie Natriumäthylat und tertiäre Amine, wie Triäthylamin, Dimethylanilin oder Pyridin, usw. Geeignete Reaktionsmedien sind Wasser, Aceton, Methyläthylketon, Tetrahydrofuran, Benzol, Toluol, Xylol, Chlorbenzol, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Dichlorthan, Methanol, Isopropanol, Butanol, Dimethylformamid, Dimethylsulfoxid usw.

Die erhaltene Verbindung kann durch folgende Verfahren in das gewünschte ungesättigte Phenoxyphenoxyderivat umgewandelt werden.

Die angestrebten, ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate (I) können hergestellt werden durch direkte Umsetzung eines Phenoxyphenols der Formel

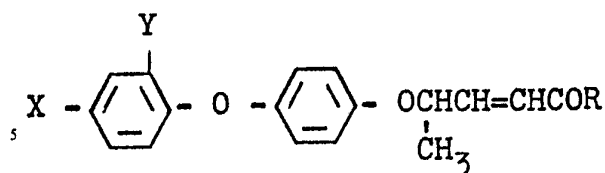


mit einer Halogenpentensäureverbindung oder einer Halogenpentenolverbindung der Formel

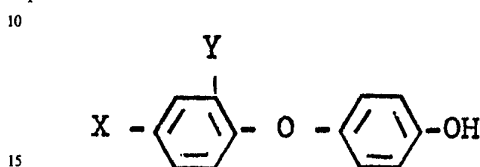


in Anwesenheit einer Base in einem geeigneten Lösungsmittel bei 0 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

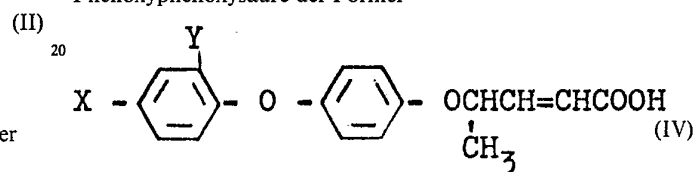
Die ungesättigten Phenoxyphenoxysäureester der Formel



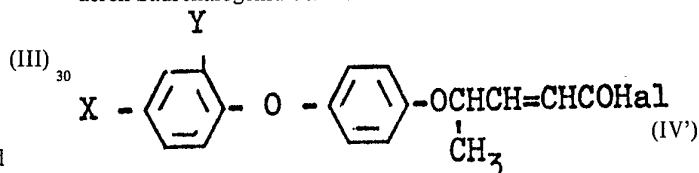
können hergestellt werden durch Umsetzung des Phenoxyphenols der Formel



mit einer Halogenpentensäure unter Bildung der ungesättigten Phenoxyphenoxyssäure der Formel



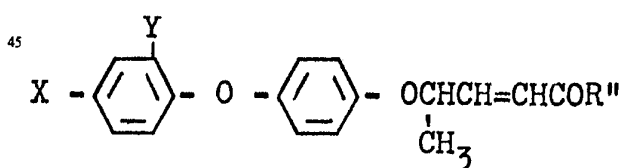
worauf man diese ungesättigte Phenoxyphenoxyssäure (IV) oder deren Säurehalogenid der Formel



mit der entsprechenden Verbindung der Formel ROH in einem geeigneten Lösungsmittel oder ohne Lösungsmittel bei 0 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden umsetzt.

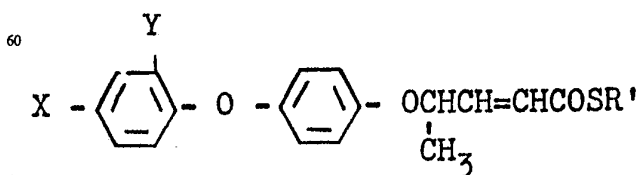
Die ungesättigten Phenoxyphenoxyssäurehalogenide (IV') können leicht hergestellt werden durch Umsetzung eines Halogenierungsmittels, wie Thionylchlorid und Phosphortrihalogenid, mit einer ungesättigten Phenoxyphenoxyssäure (IV).

Die angestrebten ungesättigten Phenoxyphenoxyssäureamide der Formel



können hergestellt werden durch Umsetzung einer ungesättigten Phenoxyphenoxyssäure (IV) oder deren Säurehalogenid (IV') mit dem entsprechenden Amin oder Ammoniak in einem geeigneten, erten Lösungsmittel mit oder ohne Zusatz eines Alkohols, von Natriumamid oder Natriumhydrid bei 0 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

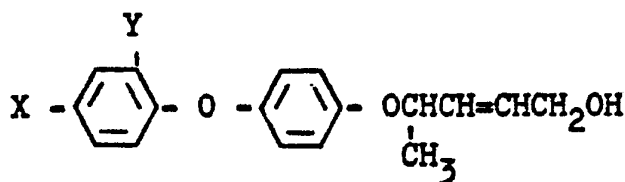
Die angestrebten ungesättigten Phenoxyphenoxyssäurethiolester der folgenden Formel



können hergestellt werden durch Umsetzung einer ungesättigten Phenoxyphenoxyssäure (IV) oder deren Säurehalogenid (IV') mit dem entsprechenden Mercaptan in Anwesenheit einer Base

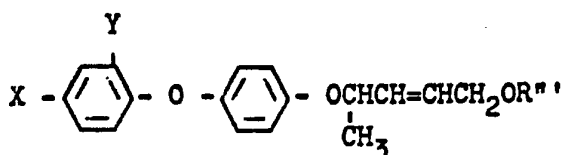
als Dehydrohalogenierungsmittel in einem geeigneten, inerten Lösungsmittel oder ohne Lösungsmittel bei -10 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

Die angestrebten Phenoxyphenoxyentenole der Formel



können hergestellt werden durch Reduktion der ungesättigten Phenoxyphenoxyensäure (IV) oder deren Säurehalogenid (IV') oder deren Ester mit einem Reduktionsmittel, wie Natriumborhydrid und Aluminiumlithiumhydrid, in einem geeigneten, inerten Lösungsmittel bei -20 bis 100°C während 1 bis 20 Stunden.

Die angestrebten Phenoxyphenoxyentenolderivate der Formel

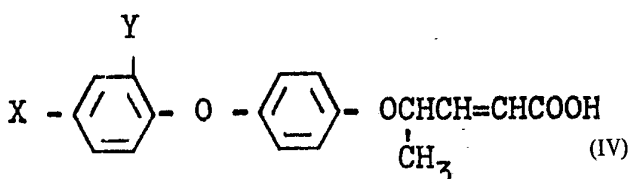


können hergestellt werden durch Umsetzung des Phenoxyphenoxyentenols mit einer Verbindung der Formel $\text{R}'''\text{OH}$, $\text{R}'''\text{NH}_2$ oder $\text{R}'''\text{Hal}$ in einem geeigneten, inerten Lösungsmittel bei 0 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

Diese angestrebten Verbindungen werden erhalten im Wege der Hauptreaktion des Phenoxyphenols (III) mit dem ungesättigten Halogenid (II), gefolgt, falls erforderlich, von einer Umwandlung des erhaltenen Produkts in die angestrebte Verbindung.

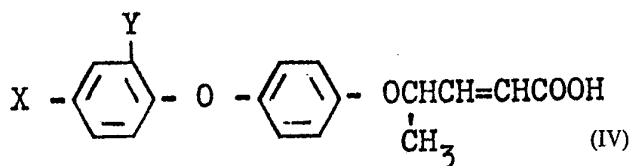
Im folgenden sollen bestimmte Verfahrensvarianten zur Umwandlung des bei der Hauptreaktion erhaltenen Produkts beschrieben werden.

(a) Die ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I) können hergestellt werden durch Umsetzung einer ungesättigten Phenoxyphenoxyensäure der Formel



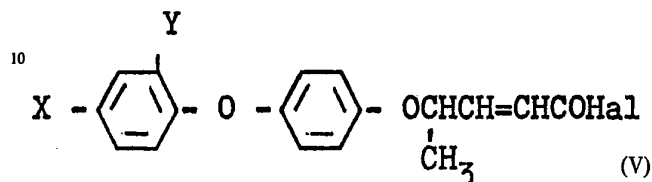
mit einer Verbindung der Formel ROH , wobei X, Y und R die oben angegebene Bedeutung haben, in Anwesenheit eines Katalysators, z. B. einer aromatischen Sulfonsäure, wie Benzolsulfonsäure, Toluolsulfonsäure oder β -Naphthalinsulfonsäure; oder in Anwesenheit eines wasserfreien Sulfats, z. B. eines wasserfreien Kupfersulfats oder eines wasserfreien Eisensulfats; von Phosphoroxchlorid, von Phosphorsäureanhydrid, von Bortrifluorid oder in Anwesenheit eines sauren Ionenaustauschers bei 20 bis 150°C oder unter Rückflussbedingungen während 1 bis 20 Stunden.

(b) Die ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I) können hergestellt werden durch Umsetzung einer ungesättigten Phenoxyphenoxyensäure der Formel



mit einer Base, z. B. einem Alkalimetallhydroxid, einem Erdalkalimetallhydroxid oder einer organischen Base, z. B. Aminen oder Aminoverbindungen in einem Reaktionsmedium bei 0 bis 100°C während $0,5$ bis 10 Stunden.

(c) Die ungesättigten Phenoxyphenoxyderivate der Formel (I) können ferner hergestellt werden durch Umsetzung eines Phenoxyphenoxyentenoylhalogenids der Formel

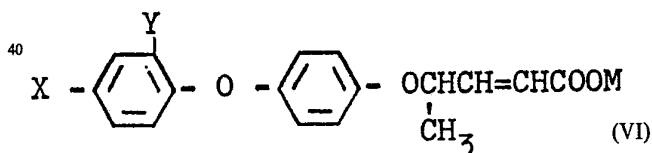


mit einer Verbindung der Formel ROH , $\text{R}'\text{SH}$ oder $\text{R}''\text{H}$, wobei X, Y, R und Hal die oben angegebene Bedeutung haben, und zwar in Abwesenheit einer als Dehydrohalogenierungsmittel wirkenden Base in einem Reaktionsmedium oder in einem Überschuss der Verbindung der Formel ROH oder ohne Reaktionsmedium bei -10 bis 150°C während 1 bis 20 Stunden.

Geeignete Dehydrohalogenierungsmittel sind anorganische oder organische Basen, z. B. Alkalimetallhydroxide, wie Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid; Alkalimetallcarbonate, wie Natriumcarbonat, Kaliumcarbonat oder Natriumbicarbonat; Alkoholate, wie Natriumäthylat; und tertiäre Amine, wie Triäthylamin, Dimethylanilin oder Pyridin. Geeignete Reaktionsmedien umfassen Aceton, Methyläthylketon, Dimethylformamid, Dimethylsulfoxid, Tetrahydrofuran, Benzol, Toluol, Xylol, Chlorbenzol, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff und Di-chloräthan.

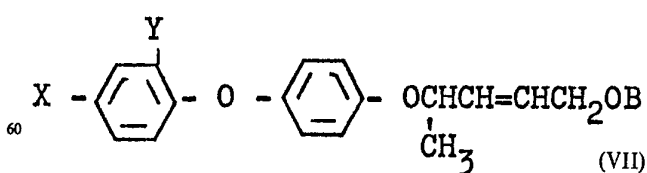
Das Phenoxyphenoxyentenoylsäurehalogenid (V) kann hergestellt werden durch Umsetzung der ungesättigten Phenoxyphenoxyensäure (IV) mit Thionylchlorid oder Phosphortrihalogenid in einem Lösungsmittel.

(d) Das Phenoxyphenoxyentenolat der Formel

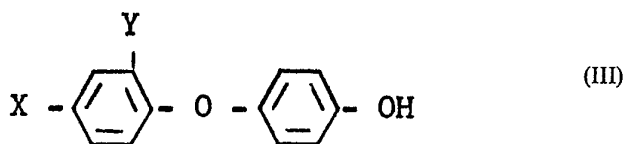


wobei M ein Alkalimetall oder Erdalkalimetall, ein Schwermetall oder ein Ammoniumion, einschliesslich der von Alkylaminen und Arylaminen abgeleiteten Ammoniumionen, bedeutet, kann leicht hergestellt werden durch Neutralisieren der entsprechenden Säure oder des Säurehalogenids mit der entsprechenden Base. Die Reaktion wird vorzugsweise in einem Lösungsmittel bei Temperaturen oberhalb Zimmertemperatur durchgeführt.

(e) Die Phenoxyphenoxyentenolderivate der Formel

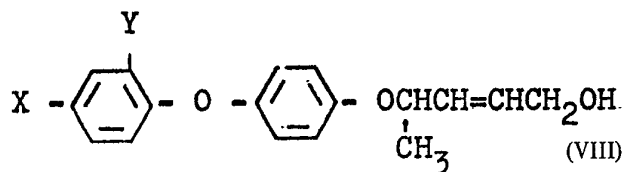


wobei B ein Wasserstoffatom, eine Alkylcarbonyl-, Halogenalkylcarbonyl-, Arylcarbonyl-, Alkylaminocarbonyl- oder Arylaminocarbonylgruppe bedeutet, können leicht hergestellt werden durch Umsetzung von 4-Halogen-2-pentenol oder dessen Ester mit einem Phenoxyphenol der Formel

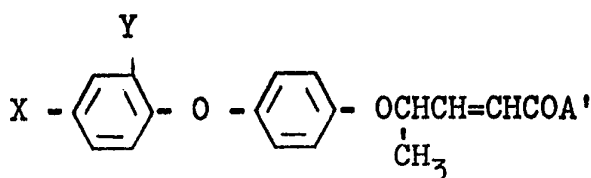


und zwar vorzugsweise in einem Lösungsmittel in Anwesenheit einer Base. Wenn man Phenoxyphenoxypentenol (B = H) herstellt, so kann das erhaltene Produkt zu dem entsprechenden Ester verestert werden.

(f) Die Phenoxyphenoxypentenole der Formel



können hergestellt werden durch Reduktion eines ungesättigten Phenoxyphenoxyderivats der Formel



wobei A' für OR oder ein Halogenatom steht, welches erhalten wurde nach einem der Verfahren (a) bis (e) in Anwesenheit eines Reduktionsmittels, wie Lithiumaluminiumhydrid oder Natriumborhydrid, in einem Reaktionsmedium bei -20 bis 100°C während 1 bis 20 Stunden. Falls erforderlich, kann man das erhaltene Phenoxyphenoxypentenol mit der entsprechenden Säure zu Estern verestern.

Soweit Alkylgruppen, Alkenylgruppen, Alkinyllgruppen oder diese enthaltende Gruppen erwähnt sind, weisen diese vorzugsweise 1 bis 7 und speziell 1 bis 4 Kohlenstoffatome auf. Soweit Halogenatome erwähnt sind, handelt es sich vorzugsweise um Cl, Br, J oder F. Soweit Cycloalkylgruppen erwähnt sind, handelt es sich vorzugsweise um Cyclopentyl, Cyclohexyl oder Cycloheptyl. Soweit es sich bei der beanspruchten Verbindung um eine Säure handelt, kann diese auch in Salzform mit Alkali- oder Erdalkalimetallen oder Schwermetallen oder primären, sekundären oder tertiären Aminen mit vorzugsweise C₁-C₇- und speziell C₁-C₄-Alkylgruppen oder Arylgruppen, speziell Phenylgruppen, vorliegen.

Die neuen erfindungsgemässen Verbindungen, welche nach diesen Synthesen gewonnen werden, haben beträchtliche herbizide Wirkungen und keinerlei Phytotoxizität gegenüber Nutzpflanzen. Sie eignen sich für trockene Felder, Reisfelder, Obstplantagen, Wälder, für nicht landwirtschaftlich genutzte Flächen, und zwar insbesondere zur Bodenbehandlung und zur Blattbehandlung, wobei jeweils die günstigste Methode frei ausgewählt werden kann und wobei man jeweils die zweckentsprechende Dosis des Wirkstoffs einsetzt.

Die Dosis des erfindungsgemässen Wirkstoffs hängt ab von den Witterungsbedingungen, von den Bodenbedingungen, von der Form des Mittels, von der Jahreszeit und von der Anwendungsmethode sowie von der Art der Nutzpflanzen und der Art der Unkräuter. Sie liegt gewöhnlich im Bereich von 0,01 bis 10 kg und vorzugsweise im Bereich von 0,1 bis 5 kg und speziell im Bereich von 0,5 bis 3 kg/ha. Gewöhnlich wird der Wirkstoff in einer Konzentration von 10 bis 10 000 ppm und vorzugsweise 100 bis 5000 ppm und speziell 250 bis 3000 ppm angewandt.

Wenn die erfindungsgemässe Verbindung als Herbizid eingesetzt wird, so kann sie in der ursprünglichen Form eingesetzt werden oder aber auch in Form von speziellen Zubereitungen, z.B. in Form eines Granulats, eines benetzbaren Pulvers, eines

Stäubemittels, eines emulgierbaren Konzentrats, eines feinen Pulvers, eines fließfähigen Pulvers, einer Suspension oder dgl., um stärkere Effekte zu erzielen.

Bei der Herstellung des herbiziden Mittels kann die erfindungsgemässe Verbindung gleichförmig mit einem geeigneten Verdünnungsmittel vermischt oder in diesem aufgelöst werden. Man kann z.B. einen festen Trägerstoff verwenden, wie Talkum, Bentonit, Ton, Kaolin, Diatomeenerde, Silikagel, Vermiculit, Kalk, Kieselsand, Ammoniumsulfat oder Harnstoff; ein flüssigen Trägerstoff, z.B. Alkohole, Dioxan, Aceton, Cyclohexanon, Methyl-naphthalin oder Dimethylformamid; ein oberflächenaktives Mittel, und zwar einen Emulgator oder ein Dispergiermittel oder ein Benetzungsmittel, wie Alkylsulfat, Alkylsulfonat, Polyoxyäthylenglykoläther, Polyoxyäthylenalkylaryläther, z.B. Polyoxyäthylen-nonylphenoläther oder Polyoxyäthylensorbitanhydrid-monoalkylat; und ferner Carboxymethylcellulose, Gummiarabikum und andere Verdünnungsmittel.

Im folgenden sollen die Mengenbereiche des Wirkstoffs und der Verdünnungsmittel sowie weiterer Zusatzstoffe bei den verschiedenen herbiziden Mitteln erläutert werden.

Benetzbares Pulver

Wirkstoff:

5 bis 95 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 50 Gew.-%;

oberflächenaktives Mittel:

1 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-%;

fester Trägerstoff:

5 bis 85 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 70 Gew.-%.

Der Wirkstoff wird mit dem festen Trägerstoff vermischt sowie mit dem oberflächenaktiven Mittel, und die Mischung wird pulverisiert.

Emulgierbares Konzentrat

Wirkstoff:

5 bis 95 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 70 Gew.-%;

oberflächenaktives Mittel:

1 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-%;

flüssiger Trägerstoff:

5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 60 Gew.-%.

Der Wirkstoff wird in dem flüssigen Trägerstoff aufgelöst und das oberflächenaktive Mittel wird zugemischt.

Stäubemittel

Wirkstoff:

0,5 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-%;

fester Trägerstoff:

99,5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 99 bis 95 Gew.-%.

Der Wirkstoff wird mit dem feingepulverten, festen Trägerstoff vermischt und die Mischung wird pulverisiert.

Granulat

Wirkstoff:

0,5 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 10 Gew.-% fester Trägerstoff: 99,5 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 98 bis 90 Gew.-%.

Der Wirkstoff wird auf das feste Trägermaterial aufgesprüht oder zur Beschichtung des festen Trägermaterials verwendet, wobei ein Granulat erhalten wird.

Den erfindungsgemässen herbiziden Mitteln können auch andere Herbizide zugesetzt werden. Geeignete, zusätzliche Herbizide seien im folgenden aufgeführt: Herbizide vom Carbonsäuretyp, z.B. 2,3,6-Trichlorbenzoesäure und Salze derselben, 2,3,5,6-Tetrachlorbenzoesäure und Salze derselben, 2-Methoxy-3,5,6-trichlorbenzoesäure und Salze derselben, 2-Methoxy-3,6-dichlorbenzoesäure und Salze derselben, 2-Methyl-3,6-dichlorbenzoesäure und Salze derselben, 2,3-Dichlor-6-methylbenzoesäure und Salze derselben, 2,4-Dichlor-

phenoxyessigsäure und Salze und Ester derselben, 2,4,5-Trichlorphenoxyessigsäure und Salze und Ester derselben, 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure und Salze und Ester derselben, α -(2,4,5-Trichlorphenoxy)-propionsäure und Salze und Ester derselben, 2-(2,4-Dichlorphenoxy)-buttersäure und Salze und Ester derselben, 4-(2-Methyl-4-chlorphenoxy)-buttersäure und Salze und Ester derselben, 2,3,6-Trichlorphenylessigsäure und Salze derselben, 3,6-Endoxohexahydrophthalsäure, Dimethyl-2,3,5,6-tetrachlorterephthalat, Trichloressigsäure und Salze derselben, 2,2-Dichlorpropionsäure und Salze derselben und 2,3-Dichlorisobuttersäure und Salze derselben; und Verbindungen vom Carbaminsäuretyp, z.B. Äthyl-N,N-di-(n-propyl)-thiolcarbamat, Propyl-N,N-di-(n-propyl)-thiolcarbamat, Äthyl-N-äthyl-N-(n-butyl)-thiolcarbamat, Propyl-N-äthyl-N-(n-butyl)-thiolcarbamat, 2-Chlorallyl-N,N-diäthylthiocarbamat, N-Methylthiocarbamat, S-Äthylhexahydro-1H-azepin-1-carbothioat, S-4-Chlorbenzyl-N,N-diäthylthiolcarbamat, S-Benzyl-N,N-Disek.-butylthiolcarbamat, Isopropyl-N-phenylcarbammat, Isopropyl-N-(m-chlorphenyl)-carbammat, 4-Chlor-2-butyl-N-(m-chlorphenyl)-carbammat, Methyl-N-(3,4-dichlorphenyl)-carbammat und Methylsulfanylcarbammat; Verbindungen vom Phenoltyp, z.B. Dinitro-o-(sek.-butyl)-phenol und Salze desselben sowie Pentachlorphenol und Salze desselben; Verbindungen vom Harnstofftyp, z.B. 3-(3,4-Dichlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff, 3-Phenyl-1,1-dimethylharnstoff, 3-(3,4-Dichlorphenyl)-3-methoxy-1,1-dimethylharnstoff, 3-(4-Chlorphenyl)-3-methoxy-1,1-dimethylharnstoff, 3-(3,4-Dichlorphenyl)-1-n-butyl-1-methylharnstoff, 3-(3,4-Dichlorphenyl)-1-methoxy-1-methylharnstoff, 3-(4-Chlorphenyl)-1-methoxy-1-methylharnstoff, 3-(3,4-Dichlorphenyl)-1,1,3-trimethylharnstoff, 3-(3,4-Dichlorphenyl)-1,1-diäthylharnstoff, 1-(2-Methylcyclohexyl)-3-phenylharnstoff, 1-(5-t-Butyl-1,3,4-triazol-2-yl)-1,3-dimethylharnstoff, 3-(3-Chlor-4-methylphenyl)-1,1-dimethylharnstoff, 3-(3-Chlor-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylharnstoff und Dichloralarnstoff; Verbindungen vom Triazintyp, z.B. 2-Chlor-4,6-bis-(äthylamino)-s-triazin, 2-Chlor-4-äthylamino-6-isopropylamino-s-triazin, 2-Chlor-4,6-bis-(methoxypropylamino)-s-triazin, 2-Methoxy-4,6-bis-(isopropylamino)-s-triazin, 2-Methylmercapto-4,6-bis-(isopropylamino)-s-triazin, 2-Methylmercapto-4,6-bis-(äthylamino)-s-triazin, 2-Methylmercapto-4-äthylamino-6-isopropylamino-s-triazin, 2-Chlor-4,6-bis-(isopropylamino)-s-triazin, 2-Methoxy-4,6-bis-(äthylamino)-s-triazin, 2-Methoxy-4-äthylamino-6-isopropylamino-s-triazin, 2-Methylmercapto-4-(2-methoxyäthylamino)-6-isopropylamino-s-triazin, 2-(4-Chlor-6-äthylamino-s-triazin-2-yl)-amino-2-methylpropionitril, 4-Amino-6-t-butyl-3-methylthio-1,2,4-triazin-5-(4H)-on und 3-Cyclohexyl-6-dimethylamino-1-methyl-s-triazin-2,4-(1H,3H)-dion; Verbindungen vom Äthertyp, z.B. 2,4-Diochlor-4'-nitrodiphenyläther, 2,4,6-Trichlor-4'-nitrodiphenyläther, 2,4-Diochlor-6-fluor-4'-nitrodiphenyläther, 3-Methyl-4'-nitrodiphenyläther, 3,5-Dimethyl-4'-nitrodiphenyläther, 2,4'-Dinitro-4-trifluormethyl-diphenyläther,

2,4-Dichlor-3'-methoxy-4'-nitrodiphenyläther, 2-Chlor-4-trifluormethyl-4'-nitrodiphenyläther, 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-äthoxy-4'-nitrodiphenyläther, 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-carbäthoxy-4'-nitrodiphenyläther und 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-carbäthoxy)-äthoxy-4'-nitrodiphenyläther; Verbindungen vom Anilidtyp, z.B. N-(3,4-Dichlorphenyl)-propionamid, N-(3,4-Dichlorphenyl)-methacrylamid, N-(3-Chlor-4-methylphenyl)-2-methylpentamid, N-(3,4-Dichlorphenyl)-trimethylacetamid, N-(3,4-Dichlorphenyl)- α,α -dimethylvaleramid, N-Isopropyl-N-phenylchloracetamid, N-n-Butoxymethyl-N-(2,6-diäthylphenyl)-chloracetamid und N-n-Methoxymethyl-N-(2,6-diäthylphenyl)-chloracetamid; Verbindungen vom Uraciltyp, z.B. 5-Brom-3-sec.-butyl-6-methyluracil, 5-Brom-3-cyclohexyl-1,6-dimethyluracil, 3-Cyclohexyl-5,6-trimethylenuracil, 5-Brom-3-isopropyl-6-methyluracil und 3-tert.-Butyl-5-chlor-6-methyluracil; Verbindungen vom Nitriltyp, wie 2,6-Dichlorbenzonitril, Diphenylacetoneitril, 3,5-Dibrom-4-hydroxybenzonitril und 3,5-Dijod-4-hydroxybenzonitril; andere Verbindungen, wie 2-Chlor-N,N-diallylacetamid, N-(1,1-Dimethyl-2-propyl)-3,5-dichlorbenzamid, Maleinsäuehydrazid, 3-Amino-1,2,4-triazol, Mono-natriummethanarsonat, Di-natriummethanarsonat, N,N-Dimethyl- α,α -diphenylacetamid, N,N-Di-(n-propyl)-2,6-dinitro-4-trifluormethylanilin, N,N-Di-(n-propyl)-2,6-dinitro-4-methylanilin, N,N-Di-(n-propyl)-2,6-dinitro-4-methylsulfonylanilin, o-(2,4-Dichlorphenyl)-o-methylisopropylphosphoramidthioat, 4-Amino-3,5,6-trichlorpicrinsäure, 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon, Dimethoxycarbonyldisulfid, 3-Isopropyl-1H-2,1,3-benzothiadiazin-4(3H)-on-2,2-dioxid, 6,7-Dihydrodipyridol[1,2-a:2':1'c]pyraziniumsalz, 1,1'-Dimethyl-4,4'-bipyridiniumsalz, 3,4,5,6-Tetrahydro-3,5-dimethyl-2-thio-2H-1,3,5-thiadiazin, 1,2-Dimethyl-3,5-diphenylpyrazolinium-methylsulfat, N-sek.-Butyl-2,6-dinitro-3,4-xylydin, N-sek.-Butyl-4-t-butyl-2,6-dinitroanilin, N³,N³-Diäthyl-2,4-dinitro-6-trifluormethyl-1,3-phenylendiamin, 1,1,1-Trifluor-(4'-phenylsulfonyl)-methansulfono-o-toluidin, 2-(1-Naphthoxy)-N,N-diäthylpropionamid, 2-t-Butyl-4-(2,4-dichlor-5-isopropoxyphenyl)-1,3,4-oxadiazolin-5-on, 4-Chlor-5-methylamino-2-(α,α,α -trifluor-m-tolyl)-3(2H)-pyridazinon, N-Cyclopropylmethyl- α,α,α -trifluor-2,6-dinitro-N-propyl-p-toluidin und N-Phosphon-methylglycin usw.

Wenn man das andere beschriebene Herbizid der erfindungsgemässen Verbindung zumischt, so wird das Verhältnis dieser Verbindungen und die Dosis dieser Verbindungen je nach den gewünschten Selektivitäten und herbiziden Effekten der Verbindungen auf die Nutzpflanzen und auf die schädlichen Unkräuter ausgewählt.

In folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert.

*Herstellungsbeispiel 1-1**Äthyl-4-[4-(2,4-dichlorphenoxy)-phenoxy]-
-(2)-pentoat*

In 100 ml Dimethylformamid werden 25,5 g (0,1 Mol) 4-(2,4-Dichlorphenoxy)-phenol aufgelöst und 19,3 g (0,14 Mol) Natriumcarbonat und 24,8 g (0,12 Mol) Äthyl-4-brom-2-pentoat werden hinzugegeben. Die Mischung wird während 6 h bei 100°C gerührt und umgesetzt. Das Reaktionsgemisch wird in Wasser gegossen und das Reaktionsprodukt wird mit Dichlormethan extrahiert. Die Dichlormethanphase wird mit Wasser gewaschen und sodann mit verdünnter Salzsäure und danach wiederum mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Danach wird das Dichlormethan abdestilliert, und der Rückstand wird im Vakuum destilliert, wobei man 32,5 g (Ausbeute 85,2%) einer blassgelben, viskosen Flüssigkeit mit einem Siedepunkt von 180 bis 190°C/0,007 mmHg und einem Brechungsindex n_D^{20} von 1,5566 erhält.

*Herstellungsbeispiel 1-2**Methyl-4-[4-(4-bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoat*

Eine Mischung von 73 g (0,2 Mol) 4-[4-(4-Bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentensäure, 200 ml Methanol und 10 g konz. Schwefelsäure wird während 4 h am Rückfluss gehalten und etwa die Hälfte des Methanols wird abdestilliert, worauf 300 ml Wasser zur Verdünnung hinzugegeben werden. Das erhaltene, ölige Produkt wird mit Äther extrahiert und die Ätherphase wird über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann wird der Äther abdestilliert. Man erhält 66 g (Ausbeute 87,5%) einer braunen, transparenten, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5822).

*Herstellungsbeispiel 1-3**Isopropyl-4-[4-(4-jodphenoxy)-phenoxy]-
-(2)-pentoat*

In 70 ml Isopropylalkohol werden 22 g (0,05 Mol) Äthyl-4-[4-(4-jodphenoxy)-phenoxy]-2-pentoat und 3 g Schwefelsäure gegeben, und das Gemisch wird während 15 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Sodann werden etwa 50 ml Isopropylalkohol abdestilliert und 150 ml Wasser werden hinzugegeben, worauf das gebildete, ölige Produkt mit Äther extrahiert wird. Die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann wird der Äther abdestilliert, wobei man das angestrebte Produkt mit einem Brechungsindex n_D^{20} von 1,5753 in einer Ausbeute von 74,0% in Form einer dunkelbraunen, viskosen Flüssigkeit erhält.

*Herstellungsbeispiel 1-4**N-sek.-Butyl-4-[4-(4-bromphenoxy)-phenoxy]-
-(2)-pentenamid*

In 100 ml Methanol werden 18,9 g Methyl-4-[4-(4-bromphenoxy)-phenoxy]-2-pentoat aufgelöst, worauf man 20 ml einer 4%igen wässrigen Lösung von sek.-Butylamin zugibt. Die Umsetzung erfolgt bei Zimmertemperatur während 4 h. Nach der Reaktion gibt man Wasser hinzu, wobei Kristalle ausgeschieden werden. Das Produkt wird aus Methanol/Wasser umkristallisiert. Man erhält 15,8 g (Ausbeute 75,5%) braun gefärbte Kristalle mit einem Schmelzpunkt von 127 bis 128°C.

*Herstellungsbeispiel 1-5**4-[4-(4-Chlorphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentenamid*

Ein Gemisch von 6,4 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure und 30 ml Thionylchlorid wird 6 h am Rückfluss gehalten. Das überschüssige Thionylchlorid wird von dem Reaktionsgemisch entfernt und der Rückstand von Acyl-

chlorid wird in 20 ml Aceton aufgelöst und 50 ml 5%iges Ammoniakwasser werden zugegeben und der Ansatz wird 1 h bei Zimmertemperatur umgesetzt. Die ausgeschiedenen Kristalle werden abgetrennt und mit Wasser gewaschen und aus Wasser-Äthanol umkristallisiert. Man erhält 5,2 g (Ausbeute 81,8%) blassgelbe, pulverige Kristalle mit einem Schmelzpunkt von 135 bis 137°C.

Nach dem gleichen Verfahren werden die in der nachstehenden Tabelle genannten Verbindungen 1-6, 12, 19, 20, 21 und 27 hergestellt, wobei man das entsprechende Amin und die entsprechende Pentensäure einsetzt.

*Herstellungsbeispiel 1-6**Methyl-4-[4-(4-bromphenoxy)-phenoxy]-
-(2)-pentoat*

Zu 250 ml wasserfreiem Methanol werden 37,0 g (0,1 Mol) 4-[6-(4-Bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylechlorid unter Kühlen gegeben, und das Gemisch wird 2 h bei Zimmertemperatur und 2 h bei 40 bis 45°C gerührt und der überschüssige Methylalkohol wird abdestilliert, wobei man 35,2 g (Ausbeute 93,0%) einer transparenten, braunen, viskosen Flüssigkeit erhält (n_D^{20} : 1,5822).

Nach dem gleichen Verfahren werden die in der nachstehenden Tabelle genannten Verbindungen 1-3, 4, 5, 8, 9, 10, 11, 14, 15, 16, 17, 22, 25 und 26 hergestellt, wobei man jeweils den entsprechenden Alkohol und das entsprechende Acylchlorid einsetzt.

*Herstellungsbeispiel 2-1**Äthyl-4-[4-(4-brom-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-
-(2)-pentoat*

In 60 ml Äthanol werden 9,0 g (0,03 Mol) 4-(4-Brom-2-chlorphenoxy)-phenol und 7,6 g (0,036 Mol) Äthyl-4-brom-2-pentoat aufgelöst, und 4,6 g (0,033 Mol) Kaliumcarbonat werden zugegeben. Das Gemisch wird 3 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Das Reaktionsprodukt wird mit Äther extrahiert, und die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet, worauf der Äther und die niedrigsiedenden Materialien mit einem Siedepunkt von unter 140°C/0,01 mmHg abdestilliert werden. Man erhält 11,7 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5794) in einer Ausbeute von 91,5%.

*Herstellungsbeispiel 2-2**Isopropyl-4-[4-(2-chlor-4-brom-phenoxy)-phenoxy]-
-2-pentoat*

Ein Gemisch von 19,9 g (0,05 Mol) 4-[4-(2-Chlor-4-bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentensäure, 50 ml Isopropanol, 50 ml Benzol und 3 g konz. Schwefelsäure wird unter Entfernung des Wassers mit einem Wasserabscheider während 5 h am Rückfluss gehalten. Nach der Umsetzung gibt man 100 ml Wasser hinzu, und die Benzolphase wird nacheinander mit 5%iger wässriger Natriumhydroxidlösung, Wasser, verdünnter Salzsäure und Wasser gewaschen und dann über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann wird das Benzol abdestilliert. Man erhält 17,9 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5710) in einer Ausbeute von 81,5%.

*Herstellungsbeispiel 2-3**2-Chloräthyl-4-[4-(2-chlor-4-bromphenoxy)-
-phenoxy]-(2)-pentoat*

Ein Gemisch 11,9 g (0,03 Mol) 4-[4-(2-Chlor-4-bromphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure und 20 ml Thionylchlorid wird während 6 h am Rückfluss gehalten. Überschüssiges Thio-

nylchlorid wird vom Reaktionsgemisch abdestilliert, und 20 ml 2-Chloräthanol werden zum zurückbleibenden Acylchlorid gegeben, und die Mischung wird allmählich umgesetzt und während 5 h auf 60°C erhitzt. Dann wird das überschüssige 2-Chloräthanol abdestilliert. Man erhält 11,4 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5902) in einer Ausbeute von 89,0%.

Herstellungsbeispiel 2-4

Allyl-4-[4-(2-Chlor-4-bromphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

Zu einem Gemisch von 70 ml Benzol, 2,1 g (0,030 Mol) Allylalkohol und 2,6 g (0,033 Mol) Pyridin gibt man 12,5 g (0,03 M) 4-[2-Chlor-4-bromphenoxy]-phenoxy]-2-pentensäurechlorid, welches nach dem vorhergehenden Beispiel erhalten wurde. Die Umsetzung findet bei Zimmertemperatur statt. Zu dem Reaktionsgemisch gibt man sodann Wasser, worauf die Benzolphase mit Wasser gewaschen wird und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet wird. Das Benzol wird abdestilliert. Man erhält 11,5 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5737) in einer Ausbeute von 87,3%.

Nach dem gleichen Verfahren werden die in der nachstehenden Tabelle angegebenen Verbindungen Nr. 2-1, 2, 3, 5 und 6 aus dem entsprechenden Alkohol erhalten.

Herstellungsbeispiel 3-1

4-[4-(4-Chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure-dimethylaminsalz

In 15 ml einer 10%igen wässrigen Dimethylaminlösung werden 7,0 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure aufgelöst, worauf man überschüssiges Dimethylamin und Wasser im Rotationsverdampfer entfernt. Man erhält 6,5 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit in einer Ausbeute von 92,2%.

Nach dem gleichen Verfahren erhält man die in der nachstehenden Tabelle angegebene Verbindung Nr. 3-5 aus dem entsprechenden Amin.

Herstellungsbeispiel 4-1

Methoxyäthyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

In 70 ml Äthanol werden 10,2 g (0,04 Mol) 4-(Trifluormethylphenoxy)-phenol und 11,4 g (0,048 Mol) Methoxyäthyl-4-brom-2-pentenoat aufgelöst, worauf 6,1 g (0,044 Mol) Kaliumcarbonat zugegeben werden. Das Gemisch wird 4 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Das Reaktionsgemisch wird mit Äther extrahiert und die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden der Äther und die niedrigsiedenden Materialien mit einem Siedepunkt von unter 140°C/0,01 mmHg abdestilliert, wobei man 15,2 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5156) in einer Ausbeute von 92,3% erhält.

Herstellungsbeispiel 4-2

Äthoxyäthyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

Ein Gemisch von 17,7 g (0,05 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure, 50 ml Äthylcellosolv, 50 ml Benzol und 3 g konz. Schwefelsäure wird unter Entfernung des Wassers mit einem Wasserabscheider während 4 h am Rückfluss gehalten. Nach der Reaktion werden 100 ml Benzol zugegeben, um das Produkt zu verdünnen. Die Benzolphase wird mit Wasser gewaschen und unter wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden das Benzol und die niedrigsiedenden

Materialien mit einem Siedepunkt von unterhalb 140°C/0,01 mmHg abdestilliert. Man erhält 17,9 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5134) in einer Ausbeute von 84,4%.

Herstellungsbeispiel 4-3

2-Methoxypropyl-4-[4-(4-brom-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

Ein Gemisch von 14,2 g 4-[4-(4-Brom-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentensäure und 25 ml Thionylchlorid wird während 6 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Überschüssiges Thionylchlorid wird vom Reaktionsgemisch abdestilliert, und 15 ml 2-Methoxypropylalkohol werden zum zurückbleibenden Säurechlorid gegeben. Nach dieser Zugabe wird die Mischung allmählich erwärmt und 5 h bei 60°C umgesetzt. Dann wird der überschüssige 2-Methoxypropylalkohol unter vermindertem Druck abdestilliert. Man erhält 17,2 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5210) in einer Ausbeute von 91,3%.

Herstellungsbeispiel 4-4

n-Butoxyäthyl-4-[4-(4-brom-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

Zu einem Gemisch von 70 ml Toluol, 4,7 g (0,04 Mol) n-Butoxyäthanol und 4,6 g (0,033 Mol) Kaliumcarbonat gibt man 12,5 g (0,03 Mol) 4-[4-(4-Brom-2-chlorphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoylechlorid, welches bei dem vorhergehenden Beispiel erhalten wurde. Die Mischung wird allmählich während 1 h auf 50 bis 60°C erhitzt. Die Toluolphase wird der Reihe nach mit Wasser, einer 5%igen wässrigen Lösung von Natriumhydroxid und Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann wird das Toluol abdestilliert. Man erhält 13,7 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5108) in einer Ausbeute von 92,8%.

Nach dem gleichen Verfahren werden die Verbindungen Nr. 4-1, 2, 3, 4, 5, 6 und 8 hergestellt, wobei der entsprechende Alkohol verwendet wird.

Herstellungsbeispiel 4-5

Methoxymethyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat

In 100 ml Aceton werden 11,2 g (0,03 Mol) Natrium-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentenoat suspendiert, und dann gibt man 3,6 g (0,045 Mol) Methoxymethylchlorid hinzu. Die Mischung wird 3 h bei Zimmertemperatur gerührt und dann während 8 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Nach der Reaktion wird das Reaktionsprodukt mit Äther extrahiert und die Ätherphase wird der Reihe nach mit Wasser, einer 5%igen wässrigen Lösung von Natriumhydroxid und Wasser gewaschen und dann über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden der Äther und die niedrigsiedenden Materialien mit einem Siedepunkt von weniger als 140°C/0,01 mmHg im Vakuum abdestilliert. Man erhält 8,7 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5208) in einer Ausbeute von 77,6%.

Herstellungsbeispiel 5-1

N,N-Diäthyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-2-pentenamid

In 300 ml Aceton werden 25,4 g (0,1 Mol) 4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenol aufgelöst und 19,3 g Natriumcarbonat werden zugegeben. Sodann werden 23,4 g (0,1 Mol) N,N-Diäthyl-4-brom-(2)-pentenamid unter Rühren zugegeben und die Mischung wird 2 h bei 60°C gerührt. Das Reaktionsgemisch wird in Eis-Wasser gegossen und das gebildete, ölige Produkt wird mit Äther extrahiert. Die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und getrocknet, worauf der Äther abdestilliert wird

und der Rückstand im Vakuum destilliert wird. Man erhält 36,2 g einer orangen, viskosen Flüssigkeit mit einem Siedepunkt von 190 bis 192°C/0,015 mmHg (n_D^{20} : 1,5323) in einer Ausbeute von 89,2%.

Herstellungsbeispiel 5-2

4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pentenamid

Ein Gemisch von 7,4 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentensäure und 30 ml Thionylchlorid wird 6 h Rückfluss gehalten und umgesetzt. Überschüssiges Thionylchlorid wird von dem Reaktionsgemisch abdestilliert und der Rückstand (Acylhalogenid) wird in 20 ml Aceton aufgelöst und 50 ml 5%iges Ammoniakwasser werden zugegeben. Die Umsetzung wird 1 h bei Zimmertemperatur durchgeführt.

Der erhaltene Niederschlag wird abfiltriert und aus Wasser-Äthanol umkristallisiert. Man erhält 5,7 g weisse Kristalle mit einem Schmelzpunkt von 140 bis 142°C in einer Ausbeute von 81,4%.

Nach dem gleichen Verfahren werden die in der Tabelle angegebenen Verbindungen Nr. 5-5 und 5-10 aus dem entsprechenden Amin hergestellt.

Herstellungsbeispiel 6-1

Phenyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pentoat

In 50 ml Äthanol werden 12,7 g (0,05 Mol) 4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenol, 12,8 g (0,05 Mol) Phenyl-4-brom-(2)-pentoat und 7 g (0,05 Mol) wasserfreies Kaliumcarbonat gegeben und das Gemisch wird unter Rühren 3 h am Rückfluss gehalten. Nach der Umsetzung wird das Reaktionsgemisch in 200 ml Eis-Wasser gegossen, und das gebildete, ölige Produkt wird mit Toluol extrahiert. Die Toluolphase wird der Reihe nach mit 5%iger wässriger Natriumhydroxidlösung und Wasser gewaschen und über wasserfreiem Magnesiumsulfat getrocknet. Das Toluol wird unter vermindertem Druck abdestilliert. Der Rückstand wird unter vermindertem Druck bei 0,05 mmHg auf 110°C erhitzt. Man erhält 19,5 g einer gelben, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} = 1,5471) in einer Ausbeute von 91,1%.

Herstellungsbeispiel 6-2

Dimethylaminoäthyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)- phenoxy]-(2)-pentoat

In 50 ml Benzol werden 7,4 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylechlorid und 3,6 g (0,04 Mol) Dimethylaminoäthanol gegeben und die Mischung wird 3 h auf 50°C erhitzt. Nach der Reaktion wird die Benzollösung der Reihe nach mit Wasser, 5%iger wässriger Natriumcarbonatlösung und Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Das Benzol und die niedrigsiedenden Materialien werden bei 0,095 mmHg und 115°C abdestilliert. Man erhält 8,0 g einer blassgelblich-orangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5178) in einer Ausbeute von 94,1%.

Herstellungsbeispiel 6-3

(3-Methoxy-3-methylbutyl)-4-[4-(4-trifluormethyl- phenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoat

In 40 ml Benzol werden 5,0 g (0,013 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylechlorid und 2,1 g (0,018 Mol) 3-Methoxy-3-methylbutanol aufgelöst und das Gemisch wird 6 h unter Rühren am Rückfluss gehalten. Die Reaktion findet unter Entwicklung von Chlorwasserstoffgas statt. Das Reaktionsgemisch wird abgekühlt und mit 100 ml Benzol vermischt. Die Benzolphase wird zweimal mit 50 ml gesättigter

wässriger Natriumbicarbonatlösung und zweimal mit Wasser gewaschen und schliesslich über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden das Benzol und die niedrigsiedenden Materialien bei 110°C und 0,08 mmHg abdestilliert. Man erhält 5,9 g einer blassbraunen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5099) mit einer Ausbeute von 98,3%.

Nach dem gleichen Verfahren werden die Verbindungen Nr. 6-1 bis 6-17 aus dem entsprechenden Alkohol hergestellt.

Herstellungsbeispiel 7-1

S-Äthyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pententhioat

In 70 ml Äthanol werden 11,1 g (0,05 Mol) Äthyl-4-brom-(2)-pententhioat und 10,2 g (0,04 Mol) 4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenol aufgelöst und 6,1 g (0,044 Mol) Kaliumcarbonat werden zugegeben und das Gemisch wird 4 h am Rückfluss gehalten. Die Reaktionsmischung wird mit Äther extrahiert und die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden der Äther und die niedrigsiedenden Materialien bei 140°C und 0,01 mmHg abdestilliert. Man erhält 14,7 g einer orangen, transparenten Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5455) in einer Ausbeute von 91,7%.

Herstellungsbeispiel 7-2

S-Methyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pententhioat

In 100 ml Toluol werden 2,9 g (0,06 Mol) Methylmercaptan und 7,6 g (0,055 Mol) Kaliumcarbonat aufgelöst. 20,5 g (0,05 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylebromid werden bei 5 bis 10°C zugegeben und 4 h bei Zimmertemperatur umgesetzt. Wasser wird zum Reaktionsgemisch gegeben, und die Toluolphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Das Toluol wird sodann abdestilliert; man erhält 16,7 g einer orangegefärbten, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5501) mit einer Ausbeute von 86,9%.

Nach dem gleichen Verfahren werden die in der nachstehenden Tabelle angegebenen Verbindungen Nr. 7-2 bis 7-9 unter Verwendung des entsprechenden Mercaptans hergestellt.

Herstellungsbeispiel 8-1

4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pentin-1-ol

In 50 ml wasserfreiem Diäthyläther werden 0,9 g (0,02 Mol) Lithiumaluminiumhydrid suspendiert, und danach gibt man eine Lösung von 11,1 g (0,03 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylechlorid in 50 ml Diäthyläther bei 5 bis 10°C unter Kühlen mit Eis-Wasser hinzu. Nach der Zugabe wird das Gemisch 2 h bei Zimmertemperatur umgesetzt und das überschüssige Lithiumaluminiumhydrid wird durch Zusatz von Äthylacetat, welches Wasser enthält, zersetzt. Die Mischung wird filtriert und die als Filtrat erhaltene Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Der Äther wird abdestilliert. Man erhält 8,4 g einer blassorangegefärbten, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5330) mit einer Ausbeute von 82,5%.

Herstellungsbeispiel 8-2

4-[4-(4-Bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentin-1-ol

In 50 ml Dioxan werden 0,8 g (0,02 Mol) Natriumborhydrid suspendiert, und eine Lösung von 7,6 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Bromphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentoylechlorid in 30 ml Dioxan wird hinzugegeben. Die Mischung wird 1 h bei Zimmertemperatur und 1 h bei 45 bis 50°C umgesetzt. Essigsäure wird dann zu dem Reaktionsgemisch gegeben, um das überschüssige Na-

triumborhydrid zu zersetzen. Das Produkt wird mit Äther extrahiert und die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Der Äther wird abdestilliert. Man erhält 5,5 g einer blassorangen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5978) mit einer Ausbeute von 79,0%.

Nach dem gleichen Verfahren erhält man aus den entsprechenden Ausgangsmaterialien die in der nachstehenden Tabelle angegebenen Verbindungen Nr. 8-3, 4, 5 und 6.

Herstellungsbeispiel 9-1

4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]- (2)-pentenylacetat

In 50 ml Aceton werden 6,8 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentenol aufgelöst und 3,0 g (0,022 Mol) Kaliumcarbonat und 1,7 g (0,022 Mol) Acetylchlorid werden zugegeben. Das Gemisch wird 2 h am Rückfluss gehalten und umgesetzt. Das Reaktionsgemisch wird sodann abgekühlt und in Wasser gegossen. Das Produkt wird mit Benzol extrahiert und der Reihe nach mit 5%iger wässriger Natriumhydroxidlösung und Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann werden das Benzol und die niedrigsiedenden Materialien bei 120°C unter einem Druck von 0,1 mmHg abdestilliert. Man erhält 6,7 g einer braunen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5359) mit einer Ausbeute von 88,2%.

Nach dem gleichen Verfahren erhält man die in der nachstehenden Tabelle angegebenen Verbindungen Nr. 9-2, 3 und 4 unter Einsatz der entsprechenden Ausgangsmaterialien.

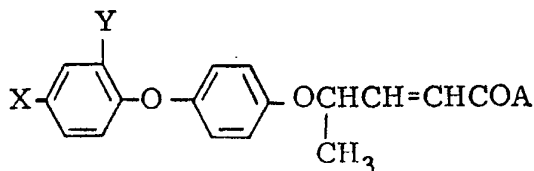
Herstellungsbeispiel 9-2

N-Methyl-4-[4-(4-trifluormethylphenoxy)- -phenoxy]-(2)-pentenylcarbamate

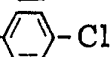
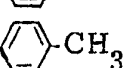
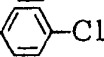
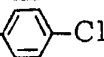
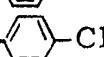
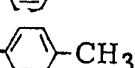
In 50 ml Benzol werden 6,8 g (0,02 Mol) 4-[4-(4-Trifluormethylphenoxy)-phenoxy]-(2)-pentenol und 1,4 g (0,025 Mol) Methylisocyanat aufgelöst und das Gemisch wird 1 h bei Zimmertemperatur gerührt und dann 1 h am Rückfluss gehalten. Das Reaktionsprodukt wird mit Wasser gewaschen. Die Benzolphase wird über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und das Benzol und die niedrigsiedenden Materialien werden bei 120°C unter einem Druck von 0,1 mmHg abdestilliert. Man erhält 7,3 g einer braunen, viskosen Flüssigkeit (n_D^{20} : 1,5447) mit einer Ausbeute von 92,4%.

Nach dem gleichen Verfahren kann man die in der nachfolgenden Tabelle angegebene Verbindung Nr. 9-6 unter Verwendung von Phenylisocyanat herstellen.

Typische Verbindungen, welche nach den vorstehenden Verfahren hergestellt werden können, werden im folgenden in Form einer Tabelle angegeben.



Verbindung Nr.	X	Y	A	Fp (°C) bzw. Kp (mmHg)	n_D^{20}
1 - 1	J	H	OH	Fp 152-155°C	
1 - 2	J	H	OCH ₃		1,5619
1 - 3	J	H	OC ₂ H ₅		1,5877
1 - 4	J	H	OC ₃ H ₇ -i		1,5753
1 - 5	J	H	OC ₄ H ₉ -sec.		1,5667
1 - 6	J	H	NHC ₄ H ₉ -sec.	Fp 165,5-167,5°C	
1 - 7	Br	H	OH	Fp 140-142°C	
1 - 8	Br	H	OCH ₃		1,5822
1 - 9	Br	H	OC ₂ H ₅		1,5708
1 - 10	Br	H	OC ₃ H ₇ -i		1,5724
1 - 11	Br	H	OC ₄ H ₉ -sec.		1,5643
1 - 12	Br	H	NHC ₄ H ₉ -sec.	Fp 127-128°C	
1 - 13	Cl	H	OH	Fp 117°C	
1 - 14	Cl	H	OCH ₃		1,5745
1 - 15	Cl	H	OC ₂ H ₅		1,5514
1 - 16	Cl	H	OC ₄ H ₉		1,5547
1 - 17	Cl	H	OCH ₂ CH=CH ₂		1,5600
1 - 18	Cl	H	NH ₂	Fp 135-137°C	
1 - 19	Cl	H	N(CH ₃) ₂		1,5710
1 - 20	Cl	H	NH- 	Fp 177°C	
1 - 21	Cl	H	NH- 	Fp 150°C	
1 - 22	F	H	OC ₂ H ₅		1,6663
1 - 23	Cl	Cl	OH	Fp 79-81°C	
1 - 24	Cl	Cl	OCH ₃		1,5778
1 - 25	Cl	Cl	OC ₂ H ₅	Kp 180-190°C (0,007 mm)	1,5566
1 - 26	Cl	Cl	OC ₃ H ₇ -i		1,565
1 - 27	Cl	Cl	NH ₂	Fp 105-107°C	

Verbindung Nr.	X	Y	A	Fp (°C) bzw. Kp (mmHg)	n _D ²⁰
2 - 1	Br	Cl	OCH ₃		1,5695
2 - 2	Br	Cl	OC ₂ H ₅		1,5794
2 - 3	Br	Cl	OC ₃ H ₇ -i		1,5710
2 - 4	Br	Cl	OCH ₂ CH = CH ₂		1,5735
2 - 5	Br	Cl	OCH ₂ C ≡ CH		1,5930
2 - 6	Br	Cl	OCH ₂ CH ₂ Cl		1,5902
3 - 1	Cl	Cl	ONa	Fp 232-237°C	
3 - 2	Cl	Cl	OF _e 1/3	Fp 108°C	
3 - 3	Cl	H	OK	Fp 244-247°C	
3 - 4	Cl	H	ONH ₂ (CH ₃) ₂	—	
3 - 5	Cl	H	ONH ₂ (C ₂ H ₅) ₂	—	
3 - 6	Br	H	OZn 1/2	Fp 185-188°C	
4 - 1	CF ₃	H	OCH ₂ OCH ₃		1,5208
4 - 2	CF ₃	H	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃		1,5156
4 - 3	Cl	H	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃		1,5495
4 - 4	Br	H	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃		1,5667
4 - 5	CF ₃	H	OCH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅		1,5134
4 - 6	Br	Cl	OCH ₂ CH ₂ OC ₄ H ₉ (n)		1,5108
4 - 7	Br	Cl	OCH ₂ CHOCH ₃		1,5210
4 - 8	Br	Cl	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CHOCH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$		1,5110
5 - 1	CF ₃	H	OH	Fp 129-132°C	
5 - 2	CF ₃	H	ONa	Zersetzung 244°C	
5 - 3	CF ₃	H	OH · NH(CH ₃) ₂	löslich als wässr. Lös.	
5 - 4	CF ₃	H	NH ₂	Fp 140-142°C	
5 - 5	CF ₃	H	NHCH ₃	Fp 105-107°C	
5 - 6	CF ₃	H	NHC ₃ H ₇	Fp 111°C	
5 - 7	CF ₃	H	N(C ₂ H ₅) ₂	Kp 190-192°C (0,05 mm)	
5 - 8	CF ₃	H	NH- 	Fp 144-146°C	
5 - 9	CF ₃	H	NH- 	Fp 149°C	
5 - 10	CF ₃	H	NH- 	Fp 131°C	
5 - 11	CF ₃	Cl	OH	Fp 88-89°C	
6 - 1	CF ₃	H	OCH ₂ CH ₂ CN	Kp > 115°C (0,06 mm)	1,5274
6 - 2	CF ₃	H	OCH ₂ CH ₂ N(CH ₃) ₂	> 115°C (0,095 mm)	1,5178
6 - 3	CF ₃	H	OCH ₂ CH ₂ N(C ₂ H ₅) ₂	> 130°C (0,15 mm)	1,5139
6 - 4	CF ₃	H	OC ₂ H ₄ · O · C ₂ H ₄ OCH ₃	> 110°C (0,06 mm)	1,5168
6 - 5	CF ₃	H	OC ₂ H ₄ · O · C ₂ H ₄ OC ₂ H ₅	> 105°C (0,05 mm)	1,5148
6 - 6	CF ₃	H	O- 	> 110°C (0,05 mm)	1,5471
6 - 7	CF ₃	H	O- 	> 100°C (0,04 mm)	1,5528
6 - 8	CF ₃	H	O- 	> 120°C (0,08 mm)	1,5439
6 - 9	CF ₃	H	Cl OCH ₂ - 	> 125°C (0,09 mm)	1,5459
6 - 10	CF ₃	H	OCH ₂ - 	> 125°C (0,05 mm)	1,5528
6 - 11	CF ₃	H	OCH ₂ - 	> 145°C (0,3 mm)	1,5461

Verbindung Nr.	X	Y	A	Fp (°C) bzw. Kp (mmHg)	n_D^{20}
6 - 12	CF ₃	H		> 165°C (0,28 mm)	1,5430
6 - 13	CF ₃	H		> 85°C (0,05 mm)	1,5472
6 - 14	CF ₃	H		> 125°C (0,05 mm)	1,5503
6 - 15	CF ₃	H		> 120°C (0,1 mm)	1,5574
6 - 16	CF ₃	H		> 105°C (0,22 mm)	1,5240
6 - 17	CF ₃	H		> 100°C (0,12 mm)	1,5224
6 - 18	CF ₃	H		Kp > 110°C (0,08 mm)	
6 - 19	CF ₃	H		> 120°C (0,05 mm)	1,5216
7 - 1	CF ₃	H			1,5522
7 - 2	CF ₃	H			1,5455
7 - 3	Br	H			
7 - 4	CF ₃	H			1,5355
7 - 5	CF ₃	H		Kp > 122°C (0,03 mm)	1,5870
7 - 6	CF ₃	H		> 125°C (0,03 mm)	1,5962
7 - 7	CF ₃	H		> 110°C (0,37 mm)	
7 - 8	CF ₃	H		> 110°C (0,1 mm)	1,5818
7 - 9	CF ₃	H		> 115°C (0,14 mm)	1,5731
8 - 1	CF ₃	H	CH ₂ OH		1,5330
8 - 2	Br	H	CH ₂ OH		1,5978
8 - 3	Cl	H	CH ₂ OH		
8 - 4	Cl	Cl	CH ₂ OH		
8 - 5	Br	Cl	CH ₂ OH		
8 - 6	CF ₃	Br	CH ₂ OH		
9 - 1	CF ₃	H	CH ₂ OCOCH ₃	Kp > 120°C (0,1 mm)	1,5359
9 - 2	CF ₃	H	CH ₂ OCOCH ₂ Cl	> 130°C (0,1 mm)	1,5446
9 - 3	CF ₃	H	CH ₂ OCO-	> 140°C (0,1 mm)	1,5499
9 - 4	CF ₃	H	CH ₂ OCOOC ₂ H ₅	> 140°C (0,1 mm)	1,5383
9 - 5	CF ₃	H	CH ₂ OCONHCH ₃	> 120°C (0,1 mm)	1,5447
9 - 6	CF ₃	H	CH ₂ OCONH-	> 140°C (0,1 mm)	1,5548

Im folgenden werden Beispiele der erfindungsgemässen herbiziden Mittel angegeben.

Mittel Nr. 1: Benetzbares Pulver

Wirkstoff	30 Gew.-%
Natriumsalz eines höheren Alkoholsulfats	5 Gew.-%
Ton	65 Gew.-%

Diese Verbindungen werden gleichförmig vermischt und pulverisiert, wobei ein benetzbares Pulver erhalten wird.

Mittel Nr. 2: Emulgierbares Konzentrat

Wirkstoff	25 Gew.-%
Polyoxyäthylenalkylaryläther	10 Gew.-%
Calciumdinaphthylmethansulfonat	5 Gew.-%
Xylol	60 Gew.-%

Diese Verbindungen werden gleichförmig vermischt, wobei man ein emulgierbares Konzentrat erhält.

Mittel Nr. 3: Granulat

Wirkstoff	3 Gew.-%
Bentonit	40 Gew.-%
Ton	50 Gew.-%
Natriumligninsulfonat	7 Gew.-%

Diese Verbindungen werden gleichförmig vermischt und pulverisiert, dann mit Wasser geknetet, granuliert und getrocknet, wobei man ein Granulat erhält.

Mittel Nr. 4: Stäubemittel

Wirkstoff	2 Gew.-%
Ton	98 Gew.-%

Die Komponenten werden vermischt und pulverisiert, wobei ein Stäubemittel erhalten wird.

Mittel Nr. 5: Benetzbares Pulver

Wirkstoff	30 Gew.-%
Kaolin	43 Gew.-%
weisser Kohlenstoff	20 Gew.-%
Polyvinylalkohol	5 Gew.-%
Polyoxyäthylennonylphenol	2 Gew.-%

Diese Komponenten werden gleichförmig vermischt und pulverisiert, wobei man ein benetzbares Pulver erhält.

Mittel Nr. 6: Emulgierbares Konzentrat

Wirkstoff	50 Gew.-%
Polyoxyäthylennonylphenol	5 Gew.-%
Alkylarylsulfonat	5 Gew.-%
Xylol	40 Gew.-%

Diese Komponenten werden gleichförmig durchmischt, wobei man ein emulgierbares Konzentrat erhält.

Mittel Nr. 7: Granulat

Wirkstoff	5 Gew.-%
Kieselsand	92 Gew.-%
weisser Kohlenstoff	3 Gew.-%

Diese Komponenten werden gleichförmig durchmischt und pulverisiert, dann mit Wasser geknetet, granuliert und getrocknet, wobei man ein Granulat erhält.

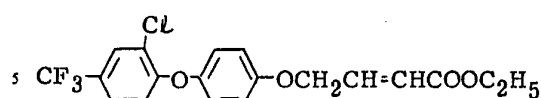
Mittel Nr. 8: Stäubemittel

Wirkstoff	3 Gew.-%
weisser Kohlenstoff	2 Gew.-%
Kaolin	95 Gew.-%

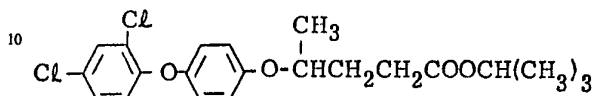
Diese Komponenten werden durchmischt und pulverisiert, wobei man ein Stäubemittel erhält.

Im folgenden soll die herbizide Wirksamkeit dieser Verbindungen anhand von Testbeispielen erläutert werden. In diesen Beispielen werden die folgenden Vergleichsverbindungen eingesetzt:

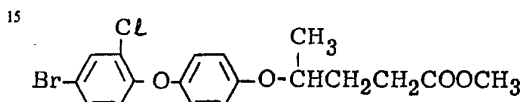
Vergleichsverbindung (I)



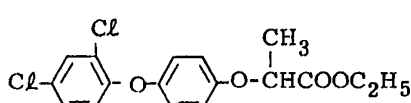
Vergleichsverbindung (II)



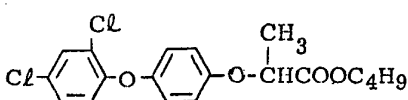
Vergleichsverbindung (III)



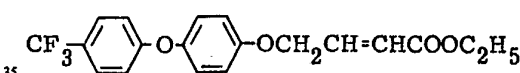
20 Vergleichsverbindung (IV)



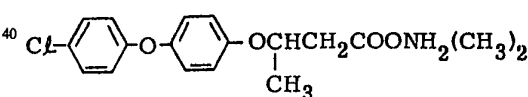
25 Vergleichsverbindung (V)



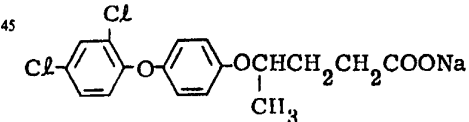
Vergleichsverbindung (VI)



Vergleichsverbindung (VII)

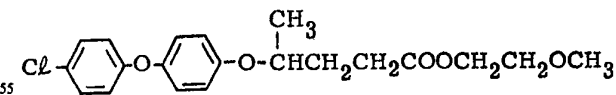


Vergleichsverbindung (VIII)

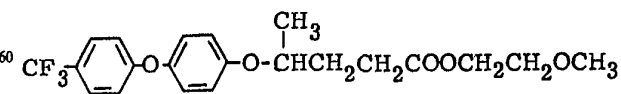


50

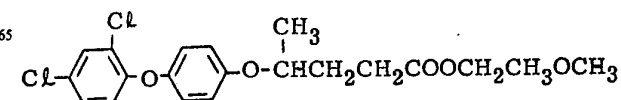
Vergleichsverbindung (IX)



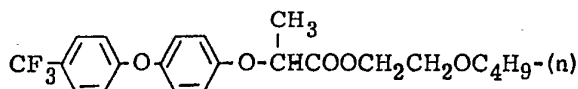
Vergleichsverbindung (X)



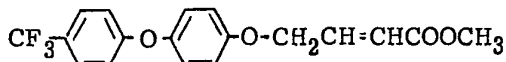
Vergleichsverbindung (XI)



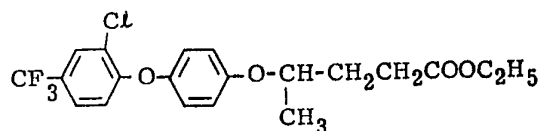
Vergleichsverbindung (XII)



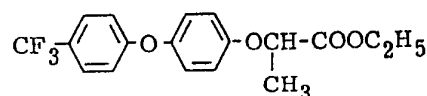
Vergleichsverbindung (XIII)



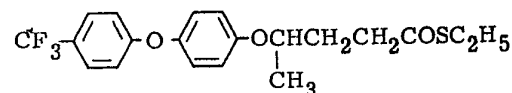
Vergleichsverbindung (XIV)



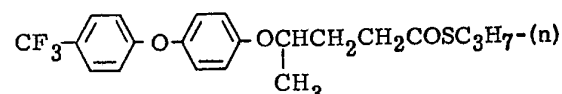
Vergleichsverbindung (XV)



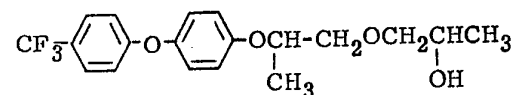
Vergleichsverbindung (XVI)



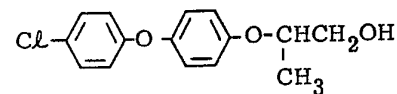
Vergleichsverbindung (XVII)



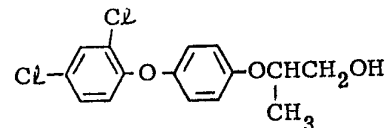
Vergleichsverbindung (XVIII)



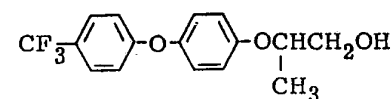
Vergleichsverbindung (XIX)



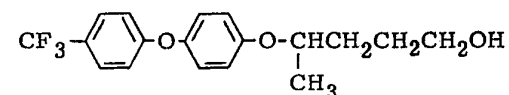
Vergleichsverbindung (XX)



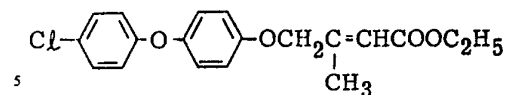
Vergleichsverbindung (XXI)



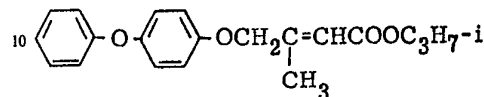
Vergleichsverbindung (XXII)



Vergleichsverbindung (XXIII)



Vergleichsverbindung (XXIV)



Testbeispiel 1

Versuch mit Nutzpflanzen und Hochlandunkräutern bei Prä-Emergenz-Bodenbehandlung (vor der Keimung). Jeder Topf mit einer Grösse von 600 cm² wird mit Hochlanderde gefüllt und Samen von Weizen, Gerste, Sojabohnen, Rettich, Panicum crus-galli L. und Digitaria sanguinalis scopoli werden in einer Tiefe von 0,5 cm eingesät. Es wird jeweils ein emulgierbares Konzentrat nach den Angaben des Mittels Nr. 2 hergestellt und mit Wasser verdünnt, so dass die angegebene spezifische Dosis des Wirkstoffes erreicht wird, und zwar bei gleichförmiger Aufsprühung der verdünnten Lösung in einer Menge von 1 Klit/ha auf die Oberfläche des Erdbodens. 20 Tage nach der Behandlung werden die herbiziden Effekte und die Phytotoxizität in bezug auf die Nutzpflanzen untersucht und folgendermassen bewertet. Die Ergebnisse werden getrennt ermittelt.

Herbizider Effekt oder Phytotoxizität

10	= vollständige Wachstumsunterdrückung
9	= 90 bis 100% Wachstumsunterdrückung
8	= 80 bis 90% »
7	= 70 bis 80% »
6	= 60 bis 70% »
5	= 50 bis 60% »
4	= 40 bis 50% »
3	= 30 bis 40% »
2	= 20 bis 30% »
1	= 0 bis 20% »
0	= kein herbizider Effekt.

In den folgenden Tabellen haben die Abkürzungen folgende Bedeutung:

Wh	= Weizen
So	= Sojabohnen
B.G.	= Panicum crus-galli L.
Ba	= Gerste
Ra	= Rettich
Cr.G.	= Digitaria sanguinalis scopoli
VgIV.	= Vergleichsverbindung.

Testergebnisse bei Prä-Emergenz-Bodenbehandlung

TABELLE I (Test 1-1)

Verbindung Nr.	Wirkstoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
60 1-1	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
65 1-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10

TABELLE I (Fortsetzung)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
1-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-5	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-6	0,5	0	0	0	0	8	10
	0,25	0	0	0	0	4	7
1-7	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-8	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-9	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-10	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-11	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-12	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-13	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-14	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-15	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-16	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-17	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-18	0,5	0	0	0	0	9	10
	0,25	0	0	0	0	5	6
1-19	0,5	0	0	0	0	9	10
	0,25	0	0	0	0	6	6
1-20	0,5	0	0	0	0	8	9
	0,25	0	0	0	0	4	6
1-21	0,5	0	0	0	0	7	8
	0,25	0	0	0	0	3	4
1-22	0,5	0	0	0	0	8	9
	0,25	0	0	0	0	7	7
1-23	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-24	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-25	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-26	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
1-27	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	8	8
VglV. (I)	0,5	0	0	0	0	6	6
	0,25	0	0	0	0	1	3

TABELLE II (Test 1-2)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
2-1	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
2-2	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
2-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
2-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
2-5	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
2-6	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
VglV. (II)	0,5	0	0	0	0	2	2
	0,25	0	0	0	0	1	1
VglV. (III)	0,5	0	0	0	0	3	2
	0,25	0	0	0	0	0	1
VglV. (IV)	0,5	0	0	0	0	1	1
	0,25	0	0	0	0	0	0
VglV. (V)	0,5	0	0	0	0	0	0
	0,25	0	0	0	0	0	0

TABELLE III (Test 1-3)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
3-1	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	9	10
3-2	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	9	10
3-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	9	10
3-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	8	10
3-5	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
3-6	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	9	10
VglV. (VI)	0,5	0	0	0	0	4	5
	0,25	0	0	0	0	1	3
VglV. (VII)	0,5	0	0	0	0	3	4
	0,25	0	0	0	0	1	2
VglV. (VIII)	0,5	0	0	0	0	4	4
	0,25	0	0	0	0	1	2

TABELLE IV (Test 1-4)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
4-1	0,5	3	4	0	0	10	10
	0,25	1	2	0	0	10	10

TABELLE IV (Fortsetzung)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
4-2	0,5	4	3	0	0	10	10
	0,25	1	0	0	0	10	10
4-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
4-4	0,5	0	2	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
4-5	0,5	3	4	0	0	10	10
	0,25	2	2	0	0	10	10
4-6	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
4-7	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
4-8	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
VglV. (IX)	0,5	2	4	0	0	4	3
	0,25	0	2	0	0	0	0
VglV. (X)	0,5	2	3	0	0	2	4
	0,25	0	2	0	0	0	1
VglV. (XI)	0,5	2	4	0	0	1	2
	0,25	1	1	1	0	0	0
VglV. (XII)	0,5	0	2	0	0	3	4
	0,25	0	0	0	0	0	1

TABELLE V (Test 1-5)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
5-1	0,5	0	0	0	0	9	10
	0,25	0	0	0	0	8	10
5-2	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	9	10
5-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	8	10
5-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	8	10
5-5	0,5	0	0	0	0	8	10
	0,25	0	0	0	0	7	10
5-6	0,5	0	0	0	0	8	10
	0,25	0	0	0	0	7	10
5-7	0,5	0	0	0	0	8	10
	0,25	0	0	0	0	8	10
5-8	0,5	0	0	0	0	8	7
	0,25	0	0	0	0	4	5
5-9	0,5	0	0	0	0	8	7
	0,25	0	0	0	0	6	5
5-10	0,5	0	0	0	0	8	6
	0,25	0	0	0	0	6	4
5-11	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
VglV. (I)	0,5	0	0	0	0	4	5
	0,25	0	0	0	0	1	3

TABELLE VI (Test 1-6)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
6-1	0,5	6	7	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-2	0,5	5	5	0	0	10	10
	0,25	2	2	0	0	10	10
6-3	0,5	6	6	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-4	0,5	4	6	0	0	10	10
	0,25	2	3	0	0	10	10
6-5	0,5	3	4	0	0	10	10
	0,25	1	2	0	0	10	10
6-6	0,5	4	7	0	0	10	10
	0,25	2	3	0	0	10	10
6-7	0,5	5	6	0	0	10	10
	0,25	2	3	0	0	10	10
6-8	0,5	3	4	0	0	10	10
	0,25	1	2	0	0	10	10
6-9	0,5	7	7	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-10	0,5	7	6	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-11	0,5	5	4	0	0	10	10
	0,25	2	2	0	0	10	10
6-12	0,5	4	6	0	0	10	10
	0,25	2	3	0	0	10	10
6-13	0,5	7	7	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-14	0,5	6	5	0	0	10	10
	0,25	3	2	0	0	10	10
6-15	0,5	6	4	0	0	10	10
	0,25	2	1	0	0	10	10
6-16	0,5	6	6	0	0	10	10
	0,25	3	3	0	0	10	10
6-17	0,5	6	5	0	0	10	10
	0,25	3	2	0	0	10	10
6-18	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
VglV. (XIII)	0,5	0	0	0	0	0	0
	0,25	0	0	0	0	0	0
VglV. (I)	0,5	0	0	0	0	0	0
	0,25	0	0	0	0	0	0
VglV. (VI)	0,5	0	0	0	0	5	6
	0,25	0	0	0	0	1	2
VglV. (XIV)	0,5	0	0	0	0	4	4
	0,25	0	0	0	0	0	1
VglV. (XV)	0,5	2	1	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	6	5

TABELLE VII (Test 1-7)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
7-1	0,5	10	10	0	0	10	10
	0,25	10	7	0	0	10	10
7-2	0,5	10	10	0	0	10	10
	0,25	10	6	0	0	10	10
7-3	0,5	10	10	0	0	10	10
	0,25	8	5	0	0	10	10
7-4	0,5	10	10	0	0	10	10
	0,25	10	7	0	0	10	10
VglV. (XVI)	0,5	2	3	0	0	2	3
	0,25	0	0	0	0	0	1
VglV. (XVII)	0,5	0	0	0	0	0	1
	0,25	0	0	0	0	0	0

TABELLE VIII (Test 1-8)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
8-1	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
8-2	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
8-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
8-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
8-5	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
8-6	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10

TABELLE IX (Test 1-9)

Ver- bindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
9-1	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
9-2	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
9-3	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
9-4	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
9-5	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10
9-6	0,5	0	0	0	0	10	10
	0,25	0	0	0	0	10	10

Testbeispiel 2

Es wird die Wirkung der Wirkstoffe auf Nutzpflanzen und Hochlandunkräuter bei Prä-Emergenz-Bodenbehandlung untersucht. Es wird jeweils ein Polyäthylentopf von 2000 cm² mit Hochlanderde gefüllt und Samen von Reis, Mais, Weizen, Sojabohnen, Baumwolle, Rettich, *Panicum crus-galli* L., *Digitaria sanguinalis* Scopoli, *Alopecurus aequalis* Sobolewski var. *amurensis* ohwi, *Sorghum halepense* und *Chenopodium album* L. var. *centrorubrum* makino in einer Tiefe von 0,5 cm eingesät, und zwar 25 Samen jeder Pflanze. Es wird jeweils ein emulgierbares Konzentrat gemäss der Zusammensetzung des Mittels Nr. 2 hergestellt und mit Wasser auf 0,25; 0,125 und 0,625 kg/ha des Wirkstoffs verdünnt, und die verdünnte Lösung wird gleichförmig auf die Bodenoberfläche gesprüht, und zwar in einer Menge von 20 ml/Topf. 20 Tage nach der Behandlung werden der herbizide Effekt und die Phytotoxizität gegenüber Nutzpflanzen untersucht und gemäss obiger Bewertungstabelle bewertet. Die Abkürzungen haben folgende Bedeutung:

- Ric. = Reis
 Mai. = Mais
 Wh. = Weizen
 So. = Sojabohnen
 Cot. = Baumwolle
 Ra. = Rettich
 B.G. = *Panicum crus-galli* L.
 Cr.G. = *Digitaria sanguinalis* Scopoli
 D.F. = *Alopecurus aequalis* Sobolewski var. *amurensis* ohwi
 J.G. = *Sorghum halepense*
 G.F. = *Chenopodium album* L. var. *centrorubrum* makino.

Die Versuche wurden getrennt durchgeführt und sind in den Tabellen einzeln angegeben.

Tabelle X (Test 2-1)

[illegible]

Tabelle XI (Test 2-2)

[illegible]

Tabelle XII (Test 2-3)

Verbindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Ric.	Mai.	Wh.	So.	Cot.	Ra.	B.G.	Cr.G.	D.F.	J.G.	G.F.
4-1	0,25	5	8	3	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	3	6	2	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	2	0	0	0	0	10	10	10	7	0
4-2	0,25	6	8	3	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	3	7	1	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	3	0	0	0	0	10	10	10	5	0
4-3	0,25	2	3	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	10	10	10	6	0
4-4	0,25	1	1	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	10	10	10	8	0
4-5	0,25	6	7	3	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	2	5	1	0	0	0	10	10	10	9	0
	0,0625	0	1	0	0	0	0	7	8	7	7	0
4-6	0,25	1	1	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	8	7	7	6	0
4-7	0,25	1	1	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	7	10	8	6	0
4-8	0,25	0	1	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	10	10	8	6	0
VglV. (IX)	0,25	0	0	0	0	0	0	1	3	2	1	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
VglV. (XI)	0,25	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0
	0,125	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0,0625	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Testbeispiel 3

Es wird jeweils die Wirksamkeit des Wirkstoffs bei Nutzpflanzen und Hochlandunkräutern bei Post-Emergenz-Blattbehandlung (nach der Keimung) untersucht. Ein Topf von jeweils 600 cm² wird mit Hochlanderde gefüllt und Samen von Mais, Gerste, Sojabohnen, Rettich, *Panicum crus-galli* L., und *Digitaria sanguinalis* Scopoli werden eingesät. Es wird jeweils ein emulgierbares Konzentrat aus einem Mittel der Zusammensetzung des Mittels Nr. 2 mit Wasser bis zur angegebenen spezifischen Endkonzentration der Verbindung verdünnt, und die verdünnte Lösung wird gleichförmig aufgesprüht, und zwar in einer Menge von 1 kl/ha. Das Aufsprühen erfolgt in dem 2- bis 2,5blättrigen Stadium der Gramineen-Unkräuter und im ersten Verzweigungsstadium der breitblättrigen Unkräuter. 15 Tage nach der Behandlung werden der herbizide Effekt und die Phytotoxizität gegenüber den Nutzpflanzen untersucht und gemäss obiger Bewertungstabelle bewertet. Die Abkürzungen haben folgende Bedeutung:

Wh. = Weizen
Ba. = Gerste
So. = Sojabohnen
Ra. = Rettich
B.G. = *Panicum crus-galli* L.
Cr.G. = *Digitaria sanguinalis* Scopoli.

TABELLE XIII (Test 3-1)

Ver- bindung Nr.	Konzen- tration (TpM)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
45 1-1	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
50 1-2	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-3	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
55 1-4	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-5	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
60 1-6	500	0	0	0	0	8	7
	250	0	0	0	0	5	5
1-7	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
65 1-8	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10

Die Versuche wurden getrennt durchgeführt und sind in den Tabellen einzeln angegeben.

TABELLE XIII (Fortsetzung)

Ver- bindung Nr.	Konzen- tration (TpM)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
1-9	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-10	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-11	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-12	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-13	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-14	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-15	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-16	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-17	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-18	500	0	0	0	0	7	7
	250	0	0	0	0	4	5
1-19	500	0	0	0	0	7	7
	250	0	0	0	0	4	5
1-20	500	0	0	0	0	7	6
	250	0	0	0	0	3	4
1-21	500	0	0	0	0	7	6
	250	0	0	0	0	3	4
1-22	500	0	0	0	0	7	7
	250	0	0	0	0	6	6
1-23	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-24	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-25	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-26	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
1-27	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	7	6
VglV. (I)	500	0	0	0	0	4	5
	250	0	0	0	0	1	2

TABELLE XIV (Test 3-2)

Ver- bindung Nr.	Konzen- tration (TpM)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
2-1	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
2-2	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10

TABELLE XIV (Test 3-2)

Ver- bindung Nr.	Konzen- tration (TpM)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
2-3	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
2-4	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
2-5	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
2-6	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
VglV. (II)	500	0	0	0	0	4	2
	250	0	0	0	0	1	1
VglV. (III)	500	0	0	0	0	2	0
	250	0	0	0	0	0	0
VglV. (IV)	500	0	0	0	0	4	2
	250	0	0	0	0	1	0
VglV. (V)	500	0	0	0	0	0	0
	250	0	0	0	0	0	0

Die verdünnte Lösung wurde im 3,0- bis 3,5blättrigen Stadium der Gramineen-Unkräuter angewandt. Im übrigen waren die Bedingungen unverändert.

TABELLE XV (Test 3-3)

Ver- bindung Nr.	Konzen- tration (TpM)	Wh.	Ba.	So.	Ra.	B.G.	Cr.G.
4-1	500	2	2	0	0	10	10
	250	0	1	0	0	10	10
4-2	500	10	9	0	0	10	10
	250	6	8	0	0	10	10
4-3	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
-	500	0	1	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
4-5	500	4	6	0	0	10	10
	250	3	4	0	0	10	10
4-6	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	9	10
4-7	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	10
4-8	500	0	0	0	0	10	10
	250	0	0	0	0	10	9
VglV. (IX)	500	0	0	0	0	2	3
	250	0	0	0	0	0	0
VglV. (X)	500	0	0	0	0	3	4
	250	0	0	0	0	1	2
VglV. (XI)	500	0	0	0	0	0	0
	250	0	0	0	0	0	0
VglV. (XII)	500	0	0	0	0	1	2
	250	0	0	0	0	0	0

Die verdünnte Lösung wurde im 3,0- bis 3,5blättrigen Stadium der Gramineen-Unkräuter angewandt. Im übrigen waren die Bedingungen unverändert.

TABELLE XVII (Fortsetzung)

Verbindung Nr.	Wirk- stoffdosis (kg/ha)	Ric.	Mai.	Wh.	So.	Cot.	Ra.	B.G.	Cr.G.	D.F.	J.G.	G.F.
VglV. (XXIV)	125	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	62,5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	31,25	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabelle XVIII (Test 4-2)

Verbindung Nr.	Kon- zentration (TpM)	Ric.	Mai.	Wh.	So.	Cot.	Ra.	B.G.	Cr.G.	D.F.	J.G.	G.F.
2-1	125	7	8	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	1	3	0	0	0	0	10	10	10	10	0
2-2	125	7	8	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	2	3	0	0	0	0	10	10	10	10	0
2-3	125	7	7	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	2	2	0	0	0	0	10	10	10	10	0
2-4	125	6	3	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
2-5	125	5	2	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0
2-6	125	5	2	0	0	0	0	10	10	10	10	0
	62,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	0

Tabelle XVIII (Test 4-3)

Verbindung Nr.	Kon- zentration (TpM)	Ric.	Mai.	Wh.	So.	Cot.	Ra.	B.G.	Cr.G.	D.G.	J.G.
8-1	125	3	2	0	0	0	0	10	10	10	10
	62,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10
	31,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10
8-2	125	2	1	0	0	0	0	10	10	10	10
	62,5	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10
	31,25	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10
VglV. (XVIII)	125	5	4	3	0	0	0	7	4	6	1
	62,5	2	2	2	0	0	0	2	0	3	0
	31,25	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
VglV. (XIX)	125	7	2	3	0	0	0	7	6	5	4
	62,5	3	0	1	0	0	0	3	4	3	0
	31,25	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
VglV. (XX)	125	4	2	4	0	0	0	6	5	5	4
	62,5	1	0	2	0	0	0	2	2	1	1
	31,25	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
VglV. (XXI)	125	5	3	3	0	0	0	6	6	5	5
	62,5	2	1	1	0	0	0	4	2	4	2
	31,25	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1
VglV. (XXII)	125	4	2	3	0	0	0	7	6	6	6
	62,5	1	1	0	0	0	0	4	3	4	2
	31,25	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1

Ende der Beschreibung.