



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 648 304 A5

⑤ Int. Cl.⁴: C 07 D 269/02
C 07 D 321/00
A 01 N 43/24
A 01 N 43/72

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer: 7667/81

⑦ Inhaber:
Chevron Research Company, San Francisco/CA
(US)

㉑ Anmeldungsdatum: 30.11.1981

③ Priorität(en): 01.12.1980 US 211618

② Erfinder:
Kobzina, John Willian, Walnut Creek/CA (US)

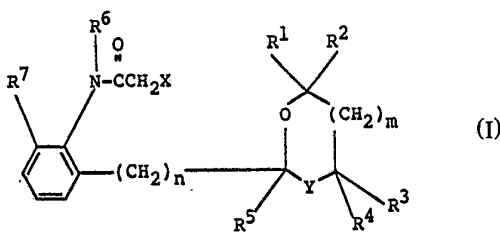
㉒ Patent erteilt: 15.03.1985

④ Patentschrift
veröffentlicht: 15.03.1985

⑦ Vertreter:
E. Blum & Co., Zürich

⑤ Herbizide N-Halogenacetyl-2-substituierte-6-acylaniline und Verfahren zur Abtötung der Vegetation, bzw. zur Verminderung des Pflanzenwachstums.

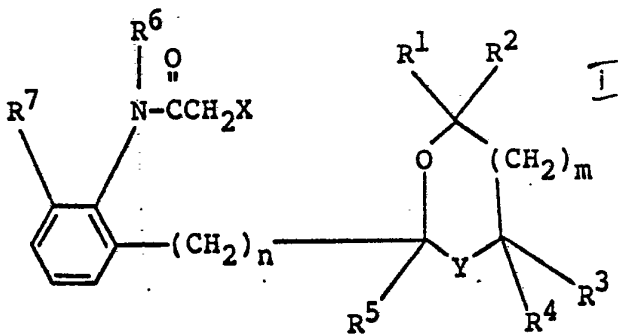
⑥ Die neuen Verbindungen entsprechen der Formel (I)



wobei in dieser Formel X ein Halogenatom; m und n 0 oder 1 und R¹ und R³ Wasserstoff oder Alkylgruppen bedeuten oder sie können miteinander verbunden sein, um einen carbocyclischen Ring zu bilden und R² und R⁴ sind Wasserstoffatome oder Alkylgruppen und R⁵ und R⁶ sind Wasserstoffatome, Alkylgruppen oder Alkoxyalkylgruppen und R⁷ ist ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Nitrogruppe, eine Alkoxygruppe oder eine Alkylgruppe und Y ist Sauerstoff oder eine Gruppe der Formel NR⁸, wobei in dieser Formel R⁸ ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe ist. Diese Verbindungen zeigen herbizide und wachstumsregulierende Aktivität insbesondere gegenüber grasartigen Unkräutern.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verbindung der Formel (I)



wobei in dieser Formel X ein Halogenatom ist; n und m unabhängig voneinander 0 oder 1 sind; R¹ und R³ unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen sind, oder R¹ und R³ zusammen einen carbocyclischen Ring bilden, der 5 bis 10 Kohlenstoffatome aufweist; R² und R⁴ unabhängig voneinander Wasserstoff, eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, eine Phenylgruppe, oder eine substituierte Phenylgruppe, die mit 1-4 Halogenatomen, Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxygruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Nitrogruppen substituiert ist, bedeuten; R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoff, Alkylgruppen mit 1-4 Kohlenstoffatomen oder Alkoxyalkylgruppen mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten; R⁷ ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Nitrogruppe, eine Alkylthiogruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, eine Alkoxygruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist und wobei Y ein Sauerstoffatom ist oder eine Gruppierung der Formel



wobei R⁸ in dieser Formel ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, und wobei gewährleistet ist, dass im Falle dass R⁶ ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe ist und n 0 ist, R⁵ eine Alkylgruppe ist und Y ein Sauerstoffatom ist, dann sind (1) R¹, R², R³ und R⁴ nicht alles Wasserstoffatome und (2) wenn einer der Substituenten R¹ und R² ein Wasserstoff ist und der andere eine Alkylgruppe und einer der Substituenten R³ und R⁴ ein Wasserstoffatom ist, dann ist der andere der beiden Substituenten nicht die gleiche Alkylgruppe wie der eine der Substituenten R¹ und R².

2. Verbindung gemäss Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass m und n 0 sind.

3. Verbindung nach einem der Patentansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass R⁷ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist und Y ein Sauerstoffatom bedeutet.

4. Verbindung nach einem der Patentansprüche 1-3, dadurch gekennzeichnet, dass R¹ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist und R², R³ und R⁴ unabhängig voneinander Wasserstoffatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten.

5. Verbindung gemäss einem der Patentansprüche 1-3, dadurch gekennzeichnet, dass X ein Chloratom ist, R⁷ eine Methylgruppe, R⁵ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R⁶ ein Wasserstoffatom ist.

6. Verbindung gemäss einem der Patentansprüche 1-5, dadurch gekennzeichnet, dass R⁵ eine Methylgruppe ist, R¹ eine Ethylgruppe und R², R³ und R⁴ Wasserstoffatome sind.

7. Verbindung nach einem der Patentansprüche 1-5, dadurch gekennzeichnet, dass R⁵ und R¹ Methylgruppen sind und dass R², R³ und R⁴ Wasserstoffatome sind.

8. Verbindung gemäss einem der Patentansprüche 1-5, dadurch gekennzeichnet, dass R⁵, R¹, R² und R³ Ethylgruppen sind und dass R⁴ ein Wasserstoffatom ist.

9. Herbizide Zusammensetzung enthaltend einen biologisch inerten Träger und eine herbizid wirksame Menge einer Verbindung gemäss Patentanspruch 1.

10. Verfahren zur Abtötung von Vegetation, dadurch gekennzeichnet, dass man auf die genannte Vegetation und seine Wachstumsumwelt eine herbizid wirksame Menge einer Verbindung gemäss Patentanspruch 1 anwendet.

11. Verfahren zur Verminderung des Pflanzenwachstums, dadurch gekennzeichnet, dass man auf Pflanzen oder ihre Wachstumsumwelt eine pflanzenwachstumsvermindernde Menge einer Verbindung gemäss der Formel in Patentanspruch 1 anwendet.

12. Verfahren nach Patentanspruch 11 zur Verminderung des Wachstums von Wiesenschwingel, Riedgras oder Rispengras, *Digitaria sanguinalis*, dadurch gekennzeichnet, dass man auf die genannten Pflanzen oder ihre Wachstumsumwelt eine pflanzenwachstumsvermindernde Menge einer Verbindung der im Patentanspruch 1 definierten Formel anwendet.

Die vorliegende Erfindung betrifft in der 2-Stellung substituierte Anilinverbindungen, deren Stickstoffatom mit einer Halogenessigsäure acyliert ist. Die fraglichen Verbindungen besitzen eine herbizide Wirksamkeit.

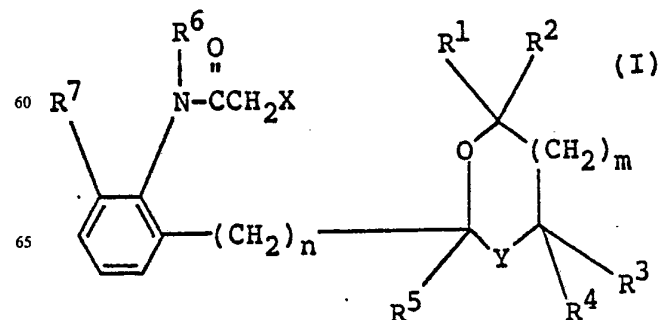
In der US-Patentschrift Nr. 4 141 989 werden die 3-(N-Chlor-acetyl)-N-(2,6-dialkylphenylamino)-gamma-butyrolactone als Fungizide beschrieben.

In der US-Patentschrift Nr. 4 055 410 werden substituierte Brom- und Chloracetamide als Herbizide beschrieben.

In der Zeitschrift Chem. Abstr., 92:58400 (1980) werden herbizide 3-[3'-Alkyl-2'-(N-haloacetylalkoxy-methylamino)phenyl]-propionaldehyd O,O-dialkylacetale beschrieben.

Ziel der vorliegenden Erfindung war es, neue Verbindungen mit herbizider Wirksamkeit zur Verfügung zu stellen, die zur Verminderung des Pflanzenwachstums oder zur Abtötung der Vegetation eingesetzt werden können. Insbesondere war man bestrebt, neue Verbindungen zu entwickeln, die zur Bekämpfung von grasartigen Unkräutern geeignet sind.

Es hat sich überraschenderweise herausgestellt, dass die Einführung von bestimmten Acyl-, Ketal-, Oxim-, Hydroxyalkyl- und Alkoxyalkyl-Substituenten an der 6-Stellung von N-haloacetyl-2-substituierten Anilinen zu Verbindungen führt, welche herbizide und pflanzenwachstumsregulierende Eigenschaften aufweisen. Die erfindungsgemässen Verbindungen sind N-Haloacetyl-2-substituierte-6-acylanilin-Verbindungen, welche die folgende Formel I



aufweisen, wobei in dieser Formel X ein Halogenatom ist, n und m unabhängig voneinander 0 oder 1 sind; R¹ und R³ unabhängig voneinander Wasserstoffatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten oder R¹ und R³ ergeben gemeinsam einen carbocyclischen Ring enthaltend 5 bis 10 Kohlenstoffatome; R² und R⁴ sind unabhängig voneinander Wasserstoffatome, Alkylgruppen von 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Phenylgruppen oder substituierte Phenylgruppen, die mit 1 bis 4 Halogenatomen, Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxygruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, oder Nitrogruppen substituiert sind, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoffatome, Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Alkoxyalkylgruppen mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten; R⁷ bedeutet ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Nitrogruppe, eine Alkylthiogruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, eine Alkyloxygruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und Y ist ein Sauerstoffatom oder eine Gruppierung der Formel NR⁸, wobei R⁸ ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, wobei gewährleistet ist, wenn R⁶ die Bedeutung eines Wasserstoffatoms oder einer Alkylgruppe aufweist und n 0 ist und R⁵ eine Alkylgruppe bedeutet und Y ein Sauerstoffatom ist, dann sind (1) R¹, R², R³ und R⁴ nicht alle Wasserstoffatome und (2) wenn einer der Substituenten R¹ und R² ein Wasserstoffatom und der andere eine Alkylgruppe ist und einer der Substituenten R³ und R⁴ ein Wasserstoffatom ist, so ist dann der andere dieser beiden Substituenten nicht die gleiche Alkylgruppe wie im Falle von R¹ und R².

Typische Beispiele für R¹, R², R³, R⁴, R⁵, R⁶ und R⁸ Alkylgruppen sind Methyl, Ethyl, 1-Propyl, n-Propyl, n-Butyl, sec-Butyl, i-Butyl. Typische carbocyclische Verknüpfungen von R¹ und R³ sind -CH₂CH₂-, -(CH₂)₃-, -(CH₂)₄-, -(CH₂)₆-, und -(CH₂)₈-. Typische Phenylgruppen für R² und R⁴ sind Phenyl, p-Chlorphenyl, 3,5-Dichlorphenyl, 4-Methylphenyl und 4-Methoxyphenyl. Vorzugsweise ist R¹ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R², R³ und R⁴ sind Wasserstoffatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen.

Typische Beispiele von Alkoxyalkylgruppen der Substituenten R⁵ und R⁶ sind Methoxymethyl, Methoxyethyl, Ethoxymethyl, Methoxypropyl, Ethoxybutyl und Methoxypropyl.

Vorzugsweise ist R⁵ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und insbesondere bevorzugt ist Methyl für R⁵.

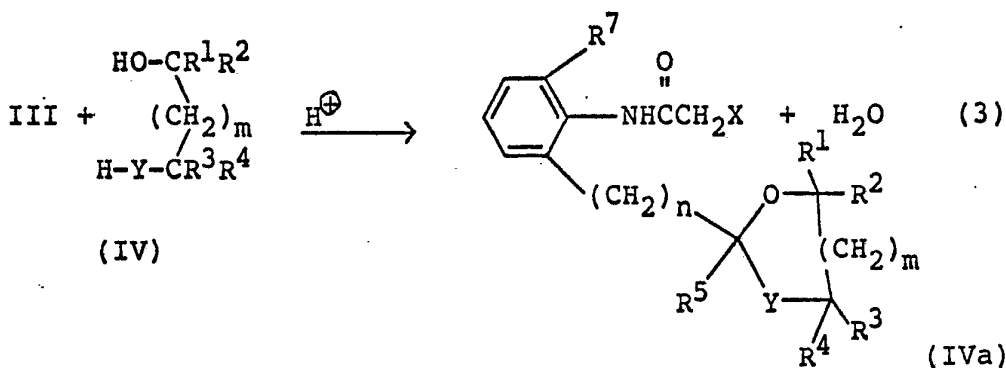
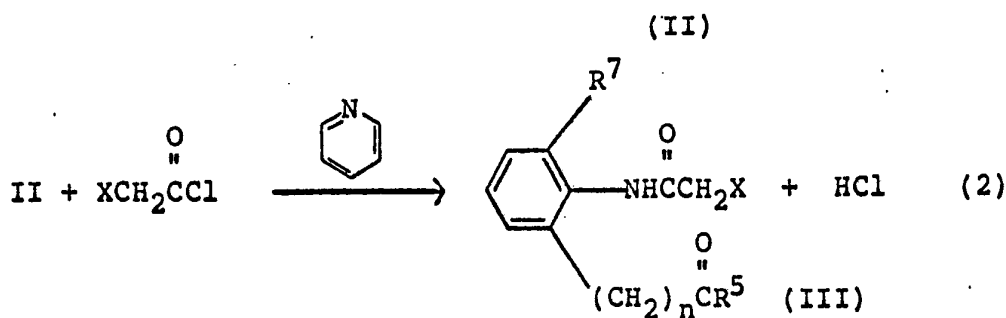
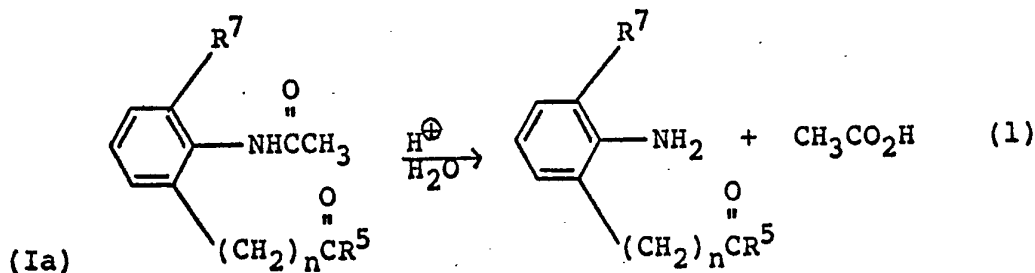
R⁶ ist vorzugsweise Wasserstoff.

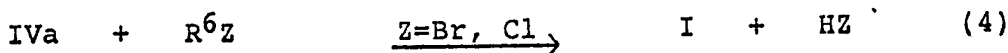
Andere typische Beispiele für R⁷ sind Chlor, Brom, Fluor, Nitrogruppe, Methoxymethylthiogruppe, Ethoxygruppe, Propoxygruppe, Propylthiogruppe und die Butoxygruppe. R⁷ ist vorzugsweise eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen.

Typische Beispiele für die Gruppe X sind Chlor, Brom, Fluor und Jod. Vorzugsweise ist X ein Chloratom.

Vorzugsweise ist Y ein Sauerstoffatom und n und m sind beide 0.

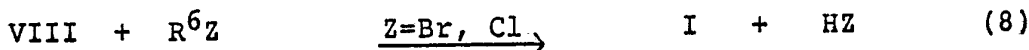
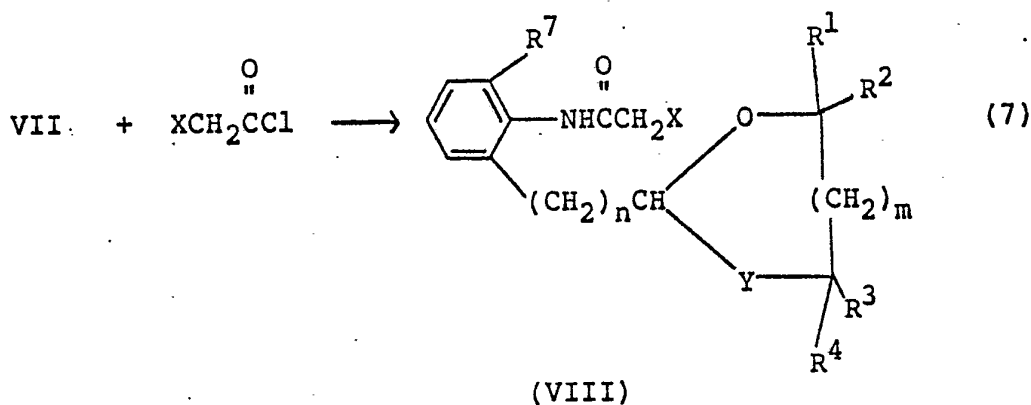
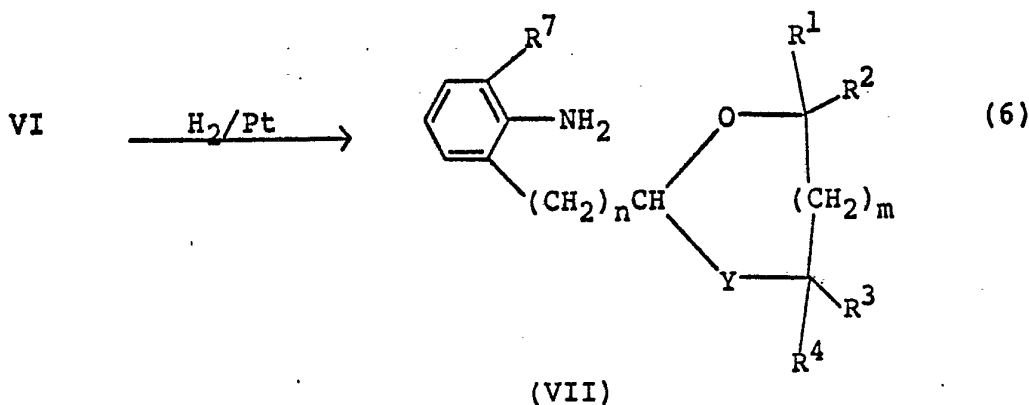
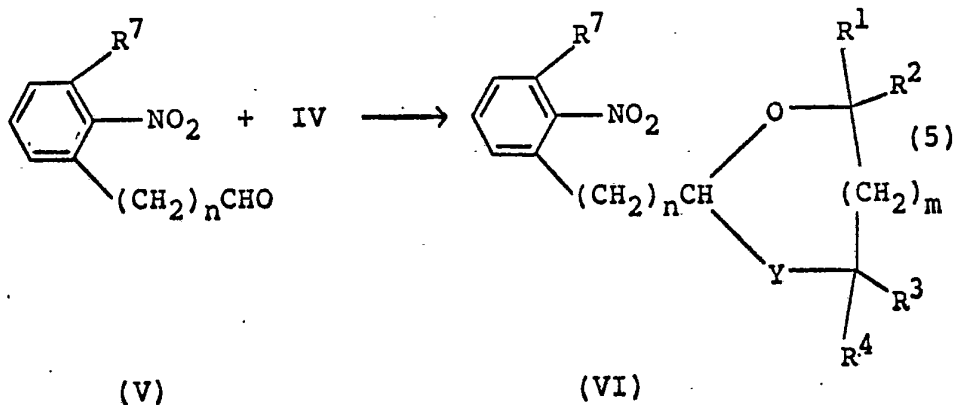
Die erfindungsgemässen Verbindungen können gemäss folgenden Formelschema hergestellt werden:





Obige Reaktionen sind eine übliche Deacetylierung (1), eine Acetylierung (2), eine Ketalisierung (3) und eine Alkylierungsreaktion (4) und sie können nach bekannten Verfahrenswegen ausgeführt werden.

Im Falle, dass R^5 ein Wasserstoffatom ist, besteht die bevorzugte Verfahrensweise in einem Reaktionsablauf wie folgt:



Die Reaktionsbedingungen für die Reaktionen 5, 7 und 8 sind ähnlich zu denjenigen der Reaktionen 3, 2 und 4. Die Reaktion 6 kann unter üblichen Hydrierungsbedingungen mit einem Platinkatalysator ausgeführt werden.

Die erfindungsgemässen Verbindungen sind im allgemeinen herbizid wirksame und pflanzenwachstumsregulierende Substanzen, und zwar bei Anwendung sowohl vor als auch nach Auflaufen, aber sie sind insbesondere wirksam bei Anwendung vor Auflaufen.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Abtötung von Vegetation, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man auf die genannte Vegetation und ihre Wachstumsumwelt eine herbizid wirksame Menge einer erfindungsgemässen Verbindung der Formel I anwendet.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Verminderung des Pflanzenwachstums, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man auf Pflanzen oder

ihre Wachstumsumwelt eine pflanzenwachstumsvermindernde Menge einer erfindungsgemässen Verbindung der Formel I anwendet.

Dieses Verfahren kann beispielsweise zur Verminderung des Wachstums von Wiesenschwingel, Riedgras oder Rispengras, *Digitaria sanguinalis* angewandt werden, indem man auf die genannten Pflanzen oder ihre Wachstumsumwelt eine pflanzenwachstumsvermindernde Menge einer erfindungsgemässen Verbindung der Formel I anwendet.

Wenn man diese erfindungsgemässen Verbindungen zur Bekämpfung von unerwünschten Pflanzen vor dem Auflaufen einsetzt, dann kann man die erfindungsgemässen Verbindungen in herbizidwirksamen Mengen auf den Wachstumsplatz, bzw. auf das Vegetationsmedium aufbringen, beispielsweise auf die Erde, die Samen und/der Sämlinge von Pflanzen enthält, deren Wachstum unerwünscht ist. Bei dieser Anwendung wird das Wachstum der Sämlinge oder auskeimenden Samen verhindert oder die Sämlinge werden abgetötet.

Wenn man die erfindungsgemässen Verbindungen zur Bekämpfung von Pflanzen nach dem Auflaufen verwendet, dann werden diese Verbindungen direkt auf die Blätter oder andere Pflanzenteile derjenigen Pflanzen aufgebracht, deren Wachstum unerwünscht ist.

Im allgemeinen sind die erfindungsgemässen herbizidwirksamen Verbindungen sowohl gegenüber grasartigen Unkräutern als auch gegenüber breitblättrigen Unkräutern wirksam. Einige der erfindungsgemässen Verbindungen können selektiv bezüglich der Anwendungsart und/oder der Art des Unkrautes sein. Besonders wirksam erwiesen sich die erfindungsgemässen Verbindungen als Herbizide bei der Bekämpfung von grasartigen Unkräutern bei einer Anwendung vor dem Auflaufen.

Wenn man die erfindungsgemässen Verbindungen auf wachsende Pflanzen oberhalb des Erdbodens in solchen Mengen anwendet, dass die Kulturpflanzen nicht abgetötet werden, dann zeigen die erfindungsgemässen Verbindungen wirksame pflanzenwachstumsregulierungs- oder pflanzenwachstumshemmende Effekte. So können die erfindungsgemässen Verbindungen beispielsweise vorteilhafterweise eingesetzt werden, um das Weiterwachsen von Gräsern im Rasen zu verhindern oder zu vermindern.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine herbizide Zusammensetzung, die dadurch gekennzeichnet ist, dass sie einen biologisch inerten Träger und eine herbizid wirksame Menge einer erfindungsgemässen Verbindung der Formel I enthält.

Die erfindungsgemässen Verbindungen können allerdings auch ohne Anwendung von Verdünnungsmitteln direkt eingesetzt werden. Im allgemeinen werden sie jedoch in Zusammensetzungen eingesetzt, in denen die erfindungsgemässen Verbindungen mit Trägermaterialien verdünnt sind. Als Trägermaterialien können solche eingesetzt werden, wie sie auf diesem Arbeitsgebiet üblich sind, wie zum Beispiel inerte Feststoffe, Wasser und organische Flüssigkeiten.

Herbizide Zusammensetzungen, welche als Wirkstoff erfindungsgemässe Verbindungen enthalten, sollen diese zweckmässigerweise in einer ausreichenden Menge enthalten, sodass die fraglichen Verbindungen ihre herbizide Wirkung oder wachstumsregulierende Wirkung ausüben.

Üblicherweise sind die erfindungsgemässen Verbindungen in entsprechenden herbiziden Zusammensetzungen in einer Menge von 0,5 bis 95 Gew.-% der erfindungsgemässen Verbindungen der Formel I, bezogen auf die Gesamtmenge der herbiziden Zusammensetzung enthalten.

Feste herbizide Zusammensetzungen können hergestellt werden, indem man die erfindungsgemässen Verbindungen als Pulver einsetzt. Derartige Zusammensetzungen können

dementsprechend homogene Pulver sein, welche als solche verwendet werden können oder mit inerten Feststoffen verdünnt werden können, um Stäubemittel zu erhalten, oder sie können in einem geeigneten flüssigen Medium für die Sprüh-
5 anwendung suspendiert werden. Die Pulver enthalten üblicherweise den aktiven Bestandteil, vermischt mit kleineren Mengen an Konditionierungsmitteln. Natürliche Tone, entweder mit Absorptionscharakter wie zum Beispiel Attapulgit oder relativ schwach absorbierende Tone wie zum Beispiel
10 Kaolin, Diatomeen-Erde, synthetisches feines Siliciumoxid, Calciumsilicat und andere inerte Feststoffträgermaterialien wie sie üblicherweise bei pulverförmigen herbiziden Zusammensetzungen angewandt werden, können verwendet werden. Der aktive Bestandteil macht üblicherweise von 0,5 bis
15 90% dieser Pulverzusammensetzungen aus. Die Feststoffe sollten üblicherweise sehr fein verteilt vorliegen. Für die Umwandlung von Pulvern in Stäubemittel werden Talk, Pyrophyllit und ähnliche üblicherweise angewandt.

Flüssige Zusammensetzungen, welche die obenbeschriebenen aktiven Verbindungen enthalten, können hergestellt werden, indem man die Verbindung mit einem geeigneten flüssigen Verdünnungsmittel vermischt. Typische flüssige Medien, die üblicherweise angewandt werden, sind Methanol, Benzol, Toluol und ähnliche. Der aktive Bestandteil
25 wird üblicherweise in einer Menge von 0,5 bis 50% dieser flüssigen Zusammensetzungen angewandt. Manche dieser Zusammensetzungen werden als solche verwendet und andere sollten mit grossen Mengen Wasser gestreckt werden.

Zusammensetzungen in Form von benetzbaren Pulvern
30 oder Flüssigkeiten können ebenso eine oder mehrere oberflächenaktive Mittel enthalten wie zum Beispiel Netzmittel, Dispergierungsmittel oder Emulsionsmittel. Die oberflächenaktiven Mittel bewirken, dass die Zusammensetzungen von benetzbaren Pulvern oder Flüssigkeiten sich leicht dispergieren oder emulgieren lassen, um wässrige Sprühflüssigkeiten zu
35 ergeben.

Die oberflächenaktiven Mittel, welche angewandt werden, können anionischen, kationischen oder nichtionischen Charakter haben. Sie schliessen beispielsweise langkettige
40 Natriumcarboxylate, Alkylarylsulphonate, Natriumlaurylsulphonat, Polyethylenoxide, Ligninsulphonate und andere oberflächenaktive Mittel ein.

Wenn die erfindungsgemässen Substanzen bei der Behandlung vor dem Auflaufen angewandt werden, ist es erwünscht, ein Düngemittel, ein Insektizid, ein Fungizid oder
45 ein anderes Herbizid zusammen mit den erfindungsgemässen Substanzen zu verwenden.

Die Menge der erfindungsgemässen Verbindung oder Zusammensetzung, welche verabreicht wird, hängt vom jeweils zu behandelnden Pflanzenteil oder vom jeweiligen
50 Nährboden des Pflanzenwachstums ab, welcher behandelt werden soll, sowie von der allgemeinen Lage der Anwendung d. h. entweder in geschützten Flächen wie zum Beispiel in Treibhäusern im Vergleich zu exponierten Flächen wie
55 zum Beispiel Feldern, als auch von der erwünschten Art der Wachstumsbeeinflussung bzw. Unkrautbekämpfung. Im allgemeinen liegen für sowohl die herbizide Kontrolle vor und nach Auflaufen die Dosierungen der erfindungsgemässen Verbindungen im Bereich von 0,2 bis 60 kg/ha und bevorzugte Dosierungen liegen im Bereich von 0,5 bis 40 kg/ha. Für Pflanzenwachstumsregulierung oder Wachstumshemmungsaktivität ist es notwendig, die erfindungsgemässen Oximverbindungen mit Konzentrationen anzuwenden, die nicht so hoch sind, dass die Pflanzen getötet werden können.
65 Dementsprechend sind die Applikationsdosen für Pflanzenwachstumsregulierung oder -Hemmung im allgemeinen niedriger als diejenigen Dosierungen, welche benützt werden, um Pflanzen abzutöten. Im allgemeinen liegen derartige

Dosierungen im Bereich von 0,1 bis 5 kg/ha und vorzugsweise im Bereich von 0,1 bis 3 kg/ha.

Die Herbizidwirksamkeitstests für repräsentative Verbindungen der vorliegenden Erfindung wurden ausgeführt unter Anwendung der folgenden Verfahrensweisen:

Herbizidtest vor Auflaufen:

Eine Acetonlösung der Testverbindung wurde hergestellt, indem man 375 mg der Verbindung, 118 mg eines nicht-ionischen oberflächenaktiven Mittels und 18 ml Aceton mischte. 10 ml dieser Lösung wurden zu 40 ml Wasser zugegeben, wodurch man die Testlösung erhielt.

Samen der Testpflanzen wurden in einem Topf mit Erde eingepflanzt, und die Testlösung wurde gleichmässig auf die Erdoberfläche mit einer Dosierung von 27,5 Mikrogramm/cm² aufgesprüht. Der Topf wurde sodann gewässert und in ein Treibhaus gestellt. Der Topf wurde immer wieder gewässert, und man beobachtete das Auflaufen der Sämlinge, den Gesundheitszustand der auflaufenden Sämlinge usw. während einer dreiwöchigen Zeitspanne. Am Ende dieser Zeitspanne wurde die herbizide Wirksamkeit der erfindungsgemässen Verbindungen ermittelt, aufgrund der physiologischen Beobachtungen. Es wurde eine Skala von 0 bis 100 benützt, wobei 0 keinerlei Phytotoxizität bezeichnet und 100 eine vollständige Abtötung der Pflanzen bedeutet. Die Resultate dieser Tests erscheinen in der Tabelle I. Die Verbindungen wurden ebenso bei niedrigeren Dosierungen gegenüber Unkräutern und Getreide getestet. Die Resultate dieser Tests erscheinen in der Tabelle II.

Herbizidtest nach Auflaufen:

Die Testverbindungen wurden in der gleichen Weise wie oben beschrieben für den Test vor Auflaufen formuliert. Die Formulierung wurde gleichmässig auf zwei ähnliche Töpfe von 24 Tage alten Pflanzen (etwa 15 bis 25 Pflanzen pro Topf) mit einer Dosierung von 27,5 Mikrogramm/cm² aufgesprüht. Nachdem die Pflanzen getrocknet waren, wurden sie in ein Treibhaus verbracht und sodann immer wieder vom Grund her bewässert wie dies nötig war. Die Pflanzen wurden periodisch bezüglich der Phytotoxischen Effekte und der physiologischen und morphologischen Verhaltensweise gegenüber der Behandlung beobachtet. Nach drei Wochen wurde die herbizide Wirksamkeit der erfindungsgemässen Verbindungen aufgrund dieser Beobachtungen bestimmt. Es wurde eine Skala von 0 bis 100 benützt, wobei 0 keinerlei Phytotoxizität bedeutet und 100 eine vollständige Abtötung der Pflanzen. Die Resultate dieser Tests erscheinen in der Tabelle I.

Test für die Regulierung des Pflanzenwachstums:

Vier Rasengrasarten, welche in der Tabelle III angegeben sind, wurden in Reihen in Töpfen von ca. 16 × 24 cm bei einer Höhe von 10 bis 15 cm gezogen, und sodann wurden sie auf eine Höhe von 2,5 cm geschnitten. Jede Testverbindung wurde gleichmässig auf die Rasengrasarten mit den angegebenen Testkonzentrationen aufgesprüht. Nach 20 Tagen im Treibhaus unter normalen Bewässerungs- und Düngebedingungen wurde jede Art auf eine Höhe von 2,5 cm oberhalb der Erdoberfläche geschnitten und gewogen. Die Gewichte sind angegeben als % Wachstumsverhinderung, verglichen mit unbehandelten Prüfproben. Es wurden pro Behandlung vier wiederholte Versuche ausgeführt.

Beispiel 1:

Herstellung von N-Chloracetyl-2-methyl-6-acetylanilin

A: N-Acetyl-2-methyl-6-acetylanilin (76,1 g) in Wasser (300 ml), Ethanol (300 ml), konzentrierte Chlorwasserstoffsäure (300 ml) und konzentrierte Schwefelsäure (15 ml) wurde während 24 Stunden auf Rückflusstemperatur erhitzt. Die Lösung wurde gekühlt, und es wurde konzentriertes Ammoniumhydroxid zugegeben, um auf pH 10 einzustellen. Die Lösung wurde mit Dichlormethan extrahiert.

Die Extrakte wurden über Magnesiumsulfat getrocknet und vom Lösungsmittel befreit. 2-Methyl-6-acetylanilin (49,3 g) wurde in Form eines gelbbraunlichen Feststoffes erhalten.

B: 2-Methyl-6-acetylanilin (25 g) und Pyridin (26,5 g) wurden in 1 Liter Methylenchlorid eingebracht und in einem Eis-Acetonbad gekühlt. Eine Lösung aus Chloracetylchlorid (37,9 g) in 100 ml Methylenchlorid wurde langsam eingetropft. Die Lösung wurde bei Zimmertemperatur während zwei Stunden gerührt, mit 10%-iger Chlorwasserstoffsäure und 10%-iger Natronlauge gewaschen, über Magnesiumsulfat getrocknet und vom Lösungsmittel befreit. Die Ausbeute ergab die erwünschte Verbindung in Form eines weissen Feststoffes mit einem Schmelzpunkt von 88 bis 89 °C.

Beispiel 2:

Herstellung von 2,4-Dimethyl-2-(3'-methyl-2'-chloracetamidophenyl)-dioxolan:

4,51 g N-Chloracetyl-2-methyl-6-acetylanilin (aus Beispiel 1), 1,2-Propandiol (3,7 ml) und etwas Toluolsulfonsäure wurden mit 50 ml Toluol vermischt, und man erwärmte auf Rückflusstemperatur. Das abdestillierende Wasser als Nebenprodukt wurde in einem Dean-Stark-Wasserabscheider gesammelt. Nachdem kein Wasser mehr abdestillierte, wurde Methylenchlorid zugefügt, und die Mischung wurde nacheinander mit Bicarbonatlösung und Wasser extrahiert und sodann über Magnesiumsulfat getrocknet, und man dampfte ein, wodurch man 3,3 g eines braunen Öles erhielt. Das Öl wurde auf einer Silikagel-Säule (Hexan/Essigsäure-ethylester als Elutionsmittel) gereinigt, wodurch man die erwünschte Verbindung erhielt (Verbindung No. 2 in Tabelle A).

Beispiel 3:

Herstellung von 2,4,4,5-Tetramethyl-2-(3'-methyl-2'-chloracetamido-phenyl)dioxolan.

Es wurde das Verfahren von Beispiel 2 angewandt, jedoch mit der Ausnahme, dass man 2-Methyl-butan-2,3-diol anstelle von 1,2 Propandiol anwandte.

Das Produkt wurde auf einer Silikagel-Säule gereinigt, wodurch man die erwünschte Verbindung (Verbindung Nr. 3 in Tabelle A) erhielt.

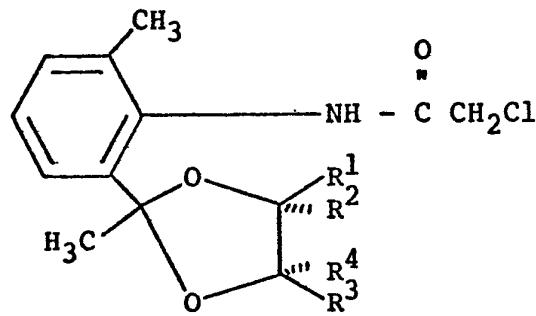
Beispiel 4:

Herstellung von 2-Methyl-4-ethyl-2-(3'-methyl-2'-chloracetamido-phenyl)-dioxolan:

Es wurde die Verfahrensweise von Beispiel 2 angewandt, indem man 1,2-Butandiol anstelle von 1,2-Propandiol anwandte.

Das Produkt wurde gereinigt, indem man eine Silikagel-Säule anwandte, und man erhielt so die erwünschte Verbindung (Verbindung No. 1 in Tabelle A).

Tabelle A
Verbindungen der Formel



No.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	m.p. °C.	Analyse		H		N	
						Ber.	Gef.	Ber.	Gef.	Ber.	Gef.
1	C ₂ H ₅	H	H	H	Öl	60,5	61,4	6,8	7,5	4,7	4,5
2	CH ₃	H	H	H	Öl	59,26	57,93	6,39	6,58	4,94	5,16
3	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	Öl	61,6	60,1	7,1	7,2	4,5	4,5
4	C ₂ H ₅	H	H	C ₂ H ₅	Öl	62,7	67,3	7,4	8,0	4,3	4,4
5	CH ₃	H	CH ₃	H	55-57	60,50	58,94	6,77	6,63	4,7	4,58
6	H	H	H	H	Öl	-	-	-	-	13,1*	11,7*

*Chlor

Tabelle I
Herbizide Aktivität etwa 27,5 Mikrogramm/cm²
Wirksamkeit vor/nach Auflaufen; prozentuelle Bekämpfung

No.	L	M	P	C	W	O
1	60/0	70/0	55/0	-/10	100/65	75/0
2	100/0	75/0	75/0	100/20	100/35	100/10
3	85/0	95/0	85/0	100/0	100/0	90/0

L = Lambsquarter (*Chenopodium album*)
M = Mustard (*Brassica arvensis*), Senf
P = Pigweed (*Amaranthus retroflexus*)
C = Crabgrass (*Digitaria sanguinalis*)
W = Watergrass (*Echinochola crusgalli*)
O = Wild Oats (*Avena fatua*), Wildhafer

Tabelle II
Herbizide Aktivität vor Auflaufen prozentuelle Phytotoxizität

No.	mg/cm ²	Soya- bohnen	Reis	L	M	P	C	W	O
1	4,4	0	62	20	53	0	100	98	68
	1,8	0	7	0	0	0	88	95	7
	0,7	0	0	0	0	0	37	37	0
2	4,4	25	90	47	73	25	100	100	83
	1,8	10	38	0	53	0	100	95	60
	0,7	0	2	0	0	0	70	92	0

No.	mg/cm ²	Soya- bohnen	Reis	L	M	P	C	W	O
3	4,4	5	63	85	85	0	100	100	77
	1,8	0	3	53	10	0	94	90	0
	0,7	0	0	0	0	0	33	60	0
40 A*	4,4	0	100	100	47	100	100	100	93
	1,8	0	97	35	0	96	95	100	72
	0,7	0	23	0	0	52	78	99	42
	0,28	0	0	0	0	0	58	62	0

45 * Alachlor[®] - 2-Chlor-2',6'-diethyl-N-(methoxymethyl)acetanilid.

Tabelle III
Wachstumsverhinderung bei Rasengras
Prozentuelle Wachstumsverminderung

No.	ppm	R	F	B	C
5	400	0	56	56	21
	160	0	27	54	0
	64	0	0	21	0
6	400	15	52	65	30
	160	0	0	0	0
	64	0	0	0	16

60 R = Ryegrass, Lolch
F = Creeping Red Fescue, kriechender roter Wiesenschwingel
B = Bluegrass, Riedgras oder Rispengras
C = Crabgrass, *Digitaria sanguinalis*