



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 300 431 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 07 D 239/32 C 07 D 487/04
C 07 D 251/12 C 07 D 491/04
C 07 D 401/12 A 01 N 43/54
C 07 D 403/12 A 01 N 43/66
C 07 D 471/04 A 01 N 43/90

DEUTSCHES PATENTAMT

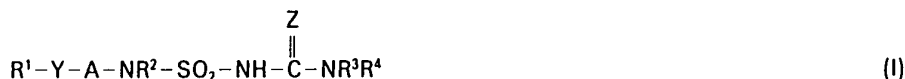
In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 07 D / 342 903 6	(22)	18.07.90	(44)	11.06.92
(31)	P3923819.9 P4017664.9	(32)	19.07.89 01.06.90	(33)	DE

(71) siehe (73)
(72) Löher, Heinz-Josef, Dr.; Willms, Lothar, Dr.; Frey, Michael, Dr.; Bauer, Klaus, Dr.; Bieringer, Hermann, Dr.,
DE
(73) HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, PF 80 03 20, W - 6230 Frankfurt am Main 80, DE

(54) Heterocyclisch substituierte Sulfonylharnstoffe, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als
Herbizide oder Pflanzenwachstumsregulatoren

(55) Pflanzenschutz; Pflanzenschutzmittel; Herbizide; Herbizide Mittel; Selektive Herbizide;
Pflanzenwachstumsregulatoren; Sulfonylharnstoffe und deren Salze; Heterocyclisch substituierte Sulfonylharnstoffe;
N-substituierte N-(Alkoxyaminosulfonyl)-N'-pyrimidinyl(triazinyl)-harnstoffe; Unkrautbekämpfung; Bekämpfung
monokotyle und dikotyle Schädelpflanzen in Nutzpflanzenkulturen; Verfahren zur Herstellung von
Sulfonylharnstoffen; Verwendung spezieller Sulfonylharnstoffderivate als Pflanzenschutzmittel
(57) Sulfonylharnstoffe der Formel (I)



worin

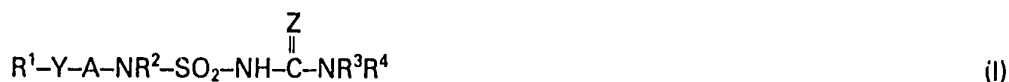
A = eine Bindung oder ein C₁-C₁₀-Kohlenwasserstoffrest,R¹ = ein gegebenenfalls ungesättigter Kohlenwasserstoffrest, oder gegebenenfalls durch Halogen, ggf. ungesättigtes Alkoxy, Alkylthio, Alkylsulfonyl oder -sulfinyl, Cycloalkyl, ggf. substituiertes Phenyl, oder einen Heterocyclus substituiert ist, ggf. substituiertes Phenyl, NRR' mit R, R' = Alkyl, Alkoxy, Alkylen (cyclisch mit N),Y = S, SO, SO₂,R² = ggf. ungesättigtes Alkoxy, das ggf. substituiert ist, oder Cycloalkoxy, Cycloalkenylloxy, Cyclopropylmethoxy, Epoxypropyloxy, Furfuryloxy, Tetrahydrofurfuryloxy oder ggf. substituiertes Phenoxyalkoxy oder Phenoxy,R³ = Alkyl, ggf. ungesättigt, oder Alkoxy,R⁴ = ggf. substituiertes Pyrimidinyl, Pyrimidinylmethyl, Pyrimidinyl mit ankondensiertem Cyclopentan-, Oxolan-, Oxolen-, Oxan-, Pyridin- oder Pyrazinring oder Purinyl oder Triazolyl,

Z = O oder S bedeuten,

haben herbizide und/oder pflanzenwachstumsregulatorische Eigenschaften.

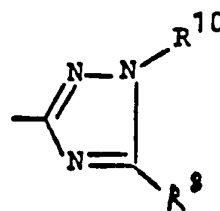
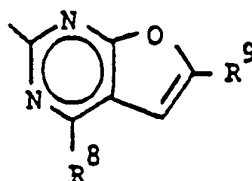
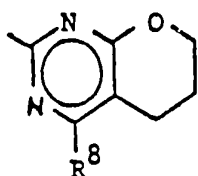
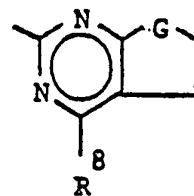
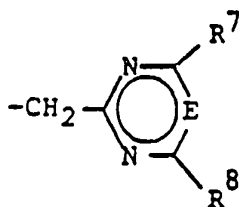
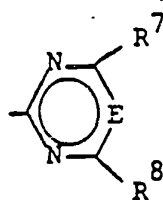
Patentansprüche:

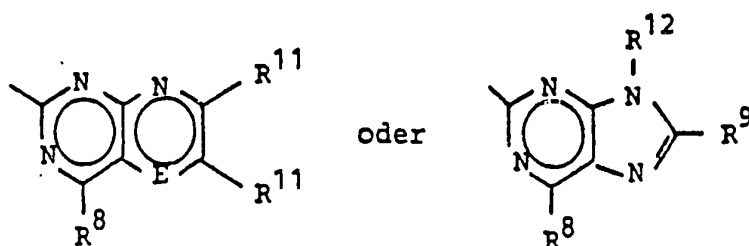
1. Herbizide und pflanzenwachstumsregulierende Mittel, dadurch gekennzeichnet, daß sie Verbindungen der allgemeinen Formel (I) oder deren Salze



worin

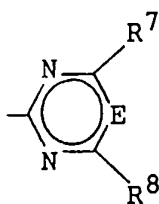
- A eine direkte Bindung oder einen gesättigten oder ungesättigten, unverzweigten oder verzweigten C₁-C₁₀-Kohlenwasserstoffrest,
- R¹ C₁-C₈-Alkyl, C₂-C₈-Alkenyl, C₂-C₈-Alkynyl, C₃-C₈-Cycloalkyl, C₅-C₈-Cycloalkenyl oder einen der vorstehenden fünf Reste, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch solche Reste substituiert ist, die aus der Gruppe aus C₁-C₆-Alkoxy, C₂-C₆-Alkenyloxy, C₂-C₆-Alkinyloxy, C₁-C₆-Alkylthio, C₁-C₆-Alkylsulfinyl, C₁-C₆-Alkylsulfonyl, C₃-C₆-Cycloalkyl, einem Rest eines drei- bis sechsgliedrigen gesättigten Heterozyklus mit einem Sauerstoffatom im Ring, Furyl, Phenyl und einem Phenylrest, der ein- oder mehrfach durch Reste aus der Gruppe aus Halogen, CN, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Halogenalkyl, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, ausgewählt sind, oder Phenyl oder einen Phenylrest, der ein- oder mehrfach durch Reste aus der Gruppe bestehend aus Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Halogenalkyl, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, oder einen Rest der Formel -NR⁵R⁶, wobei R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₈-Alkyl oder einer der Reste R⁵ bzw. R⁶ C₁-C₄-Alkoxy bedeuten oder R⁵ und R⁶ gemeinsam eine Alkylkette -(CH₂)_n- mit n = 2 bis 7 bilden;
- Y S, SO oder SO₂,
- R² C₁-C₈-Alkyloxy, C₂-C₈-Alkenyloxy, C₂-C₈-Alkinyloxy oder einen der vorstehenden 3 Reste, der ein oder mehrfach durch Halogen oder durch Reste aus der Gruppe aus C₁-C₆-Alkoxy, C₂-C₆-Alkenyloxy, C₂-C₆-Alkinyloxy, C₁-C₆-Alkylthio, C₁-C₆-Alkylsulfinyl, C₁-C₆-Alkylsulfonyl, (C₁-C₆-Alkoxy)-carbonyl, Phenoxy-carbonyl, Benzyloxy-carbonyl und Phenyl substituiert ist, C₃-C₈-Cycloalkyloxy, das unsubstituiert ist oder ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy oder C₁-C₄-Alkylthio substituiert ist, C₅-C₈-Cycloalkenyloxy, Cyclopropylmethyloxy, Epoxypropyloxy, Furfuryloxy, Tetrahydrofurfuryloxy, Phenoxy-C₁-C₆-alkyloxy, Phenoxy oder einen der letzten zwei vorstehenden Reste, der im Phenylring durch Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Nitro substituiert ist,
- R³ H, C₁-C₈-Alkyl, C₂-C₈-Alkenyl, C₂-C₈-Alkynyl oder C₁-C₄-Alkoxy,
- R⁴ einen Rest der Formel





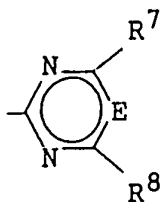
- R^7 und R^8 unabhängig voneinander H, Halogen, C_1 - C_6 -Alkyl, C_1 - C_6 -Alkoxy, C_1 - C_6 -Alkylthio oder einen der letzten drei vorstehenden Reste, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy oder C_1 - C_4 -Alkylthio substituiert ist, oder einen Rest $NR^{13}R^{14}$, C_3 - C_6 -Cycloalkyl, $-OCHR^{15}COOR^{16}$, C_3 - C_5 -Alkenyl, C_2 - C_4 -Alkynyl, C_3 - C_5 -Alkenyloxy oder C_3 - C_5 -Alkinyloxy,
- R^9 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl,
- R^{10} C_1 - C_4 -Alkyl, $-CHF_2$ oder $-CH_2CF_3$,
- R^{11} unabhängig voneinander H, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy oder Halogen,
- R^{12} Wasserstoff, C_1 - C_4 -Alkyl, CHF_2 oder CH_2CF_3 ,
- R^{13} und R^{14} unabhängig voneinander H, C_1 - C_4 -Alkyl, C_2 - C_4 -Alkenyl oder C_3 - C_4 -Alkynyl,
- R^{15} Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl,
- R^{16} Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl,
- E CH oder N,
- G CH_2 oder O und
- Z O oder S bedeuten, sowie übliche inerte Trägerstoffe oder Formulierungshilfsmittel enthalten

2. Mittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß A eine direkte Bindung oder einen divalenten Rest der Formel CH_2CH_2 , CRR' , CH_2CHR oder CH_2CRR' bedeutet, wobei R und R' unabhängig voneinander C_1 - C_4 -Alkyl oder C_2 - C_4 -Alkenyl bedeutet.
3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß R^1 C_1 - C_4 -Alkyl, einen C_1 - C_4 -Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy, C_2 - C_3 -Alkenyloxy, C_2 - C_3 -Alkinyloxy, C_1 - C_4 -Alkylthio, C_1 - C_4 -Alkylsulfinyl, C_1 - C_4 -Alkylsulfonyl, Phenyl oder einen Phenylrest, der ein- bis dreifach durch Reste aus der Gruppe aus Halogen, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy, CF_3 , $(C_1$ - C_4 -Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, oder C_3 - C_8 -Cycloalkyl oder ein C_3 - C_8 -Cycloalkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- bis zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy oder C_1 - C_4 -Alkylthio substituiert ist, oder C_5 - C_8 -Cycloalkenyl, Cyclopropylmethyl, Epoxypropyl, Furfuryl, Tetrahydrofurfuryl, Benzyl, Phenyl, oder einen Benzyl- oder Phenylrest, der im Phenylring durch einen oder mehrere Reste aus der Gruppe aus Halogen, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy, CF_3 , $(C_1$ - C_4 -Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, einen Rest der Formel NR^5R^6 , worin R^5 C_1 - C_4 -Alkyl und R^6 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl bedeuten oder R^5 und R^6 gemeinsam eine Alkylkette $-(CH_2)_n-$ mit $n = 4$ oder 5 bilden, bedeutet.
4. Mittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß R^2 C_1 - C_4 -Alkyloxy, einen C_1 - C_4 -Alkyloxyrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy, C_2 - C_4 -Alkenyloxy, Propargyloxy, C_1 - C_4 -Alkylthio, C_1 - C_4 -Alkylsulfinyl, C_1 - C_4 -Alkylsulfonyl, $(C_1$ - C_4 -Alkoxy)-carbonyl, Phenoxycarbonyl, Benzoyloxycarbonyl oder Phenyl substituiert ist, oder C_3 - C_8 -Cycloalkyloxy bedeutet.
5. Mittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß R^4 einen Rest der Formel



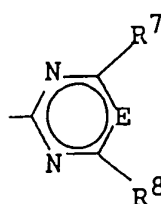
und
 R^7 und R^8 unabhängig voneinander Halogen, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy, C_1 - C_4 -Alkylthio oder einen der letzten drei vorstehenden Reste, die ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy, C_1 - C_4 -Alkylthio substituiert sind, oder einen Rest N: $^3R^{14}$, C_3 - C_6 -Cycloalkyl, $-OCHR^{15}COOR^{16}$, Allyl, Propargyl, Allyloxy oder Propargyloxy bedeuten,
 R^{13} und R^{14} unabhängig voneinander H oder C_1 - C_4 -Alkyl,
 R^{15} H oder C_1 - C_4 -Alkyl,
 R^{16} C_1 - C_4 -Alkyl und
 E CH oder N bedeuten.

6. Mittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß
 A eine direkte Bindung,
 R^1 C_1 - C_4 -Alkyl, einen C_1 - C_4 -Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- bis zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy substituiert ist, einen Rest der Formel NR^5R^6 , worin R^5 C_1 - C_4 -Alkyl und R^6 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl bedeuten oder R^5 und R^6 gemeinsam eine Alkylkette $-(CH_2)_n-$ mit $n = 4$ oder 5 bilden,
 R^2 C_1 - C_4 -Alkoxy, das unsubstituiert ist oder ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch (C_1 - C_4 -Alkoxy)-carbonyl, Phenyloxy-carbonyl, Benzyloxy-carbonyl oder Phenyl substituiert ist,
 R^3 1 , C_1 - C_4 -Alkyl oder Allyl,
 R^4 einen Rest der Formel



R^7 und R^8 unabhängig voneinander Halogen, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy oder einen der letzten beiden vorstehenden Reste, der halogeniert ist,
 E CH oder N und
 Z ein Sauerstoffatom
 bedeuten.

7. Mittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß
 A einen Rest der Formel $-CH_2-CH_2-$,
 R^1 C_1 - C_4 -Alkyl, einen C_1 - C_4 -Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- bis zweifach durch C_1 - C_4 -Alkoxy substituiert ist, C_3 - C_6 -Cycloalkyl, das ein- oder mehrfach durch Halogen substituiert ist oder unsubstituiert ist, Benzyl, Phenyl oder einen Benzyl- oder Phenylrest, der im Phenylring ein- oder mehrfach durch Halogen, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy, CF_3 , (C_1 - C_4 -Alkoxy)-carbonyl oder Nitro substituiert ist,
 R^2 C_1 - C_4 -Alkoxy, das unsubstituiert ist oder ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch (C_1 - C_4 -Alkoxy)-carbonyl, Phenyloxy-carbonyl, Benzyloxy-carbonyl oder Phenyl substituiert ist,
 R^3 H, C_1 - C_4 -Alkyl oder Allyl,
 R^4 einen Rest der Formel



R ⁷ und R ⁸	unabhängig voneinander Halogen, C ₁ -C ₄ -Alkyl, C ₁ -C ₄ -Alkoxy, oder einen der letzten beiden vorstehenden Reste, der halogeniert ist,
E	CH oder N und
Z	O oder S bedeuten.

8. Mittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 oder 1 bis 5 und 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß es 0,1 bis 99 Gew.-% Wirkstoff der Formel (I) und 99,9 bis 1 Gew.-% Formulierungshilfsmittel und/oder Trägerstoffe enthält.
9. Verfahren zur Herstellung von in Anspruch 1 definierten Verbindungen der allgemeinen Formel (I) oder deren Salzen, **dadurch gekennzeichnet**, daß man

(a) eine Verbindung der Formel (II)



mit einer Verbindung der Formel (III)



umsetzt, wobei in den Formeln (II) und (III) A, Y, Z, R¹, R², R³ und R⁴ die bei Formel (I) angegebenen Bedeutungen haben, oder

(b) eine Verbindung der Formel (IV)



mit einem Carbamat bzw. Thiocarbamat der Formel (V)



umsetzt,

wobei in den Formeln (IV) und (V) R¹, R², R³, R⁴, A, Y und Z die bei Formel (I) angegebenen Bedeutungen haben und R* C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₄-Halogenalkyl, Phenyl oder einen Phenylrest bedeutet, der ein- oder mehrfach durch Halogen, C₁-C₄-Alkyl oder Nitro substituiert ist, oder

(c) ein Carbamat bzw. Thiocarbamat der Formel (VI)



mit einer Verbindung der unter (a) genannten Formel (III) umsetzt, wobei R¹, R², R*, Y, A und Z die genannten Bedeutungen haben, oder

(d) eine Verbindung der Formel (VII) oder (VIII)



mit einer Verbindung der Formel (IX)



umsetzt, wobei in den Formeln (VII) bis (IX) A, Y, Z, R¹, R², R³ und R⁴ die oben angegebenen Bedeutungen haben.

10. Verfahren zur Bekämpfung von unerwünschtem Pflanzenwuchs, **dadurch gekennzeichnet**, daß man eine wirksame Menge einer oder mehrerer Verbindungen, wie sie in einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 oder 1 bis 5 und 7 definiert sind, auf die Pflanzen, Pflanzensamen oder die Anbaufläche appliziert.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß man monokotyle und/oder dikotyle Schadpflanzen in Nutzpflanzenkulturen bekämpft.
 12. Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel (II)



worin

R^1 , R^2 , A und Z die bei Formel (I) nach Anspruch 1 definierten Bedeutungen haben, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der Formel (VII),



worin

R^1-Y-A und R^2 die in Anspruch 9 definierte Bedeutung haben, mit Chlorsulfonylisocyanat umgesetzt.

13. Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel (VI),

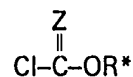


worin

R^1 , Y, A, R^2 und Z die bei Formel (I) nach Anspruch 1 definierten Bedeutungen haben und R^* C_1-C_6 -Alkyl, C_1-C_4 -Halogenalkyl, Phenyl oder einen Phenylrest, der ein oder mehrfach durch Halogen C_1-C_4 -Alkyl oder Nitro substituiert ist, bedeutet, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der Formel (IV)



mit Chlorameisensäureestern der Formel



umsetzt.

Es ist bekannt, daß heterocyclisch substituierte Alkylsulfonylharnstoffe herbizide und pflanzenwachstumsregulierende Eigenschaften aufweisen (s. EP-A 061661, EP-A 071958, EP-A 131258, DE-OS 3243533). Diese weisen jedoch zum Teil bei ihrer Anwendung Nachteile auf, wie beispielsweise eine hohe Persistenz oder unzureichende Selektivität in wichtigen Nutzkulturen. Es wurden nun neue heterocyclische Sulfonylharnstoffe mit vorteilhaften herbiziden Eigenschaften gefunden. Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Verbindungen der allgemeinen Formel (I)



worin

- A eine direkte Bindung oder einen gesättigten oder ungesättigten, unverzweigten oder verzweigten C_1-C_{10} -Kohlenwasserstoffrest, vorzugsweise eine direkte Bindung oder einen C_2-C_{10} -Kohlenwasserstoffrest, wie insbesondere einen Rest der Formel CH_2CH_2 , CRR' , CH_2CHR oder CH_2CRR' , wobei R und R' unabhängig voneinander C_1-C_4 -Alkyl oder C_2-C_4 -Alkenyl bedeuten,
 R^1 C_1-C_6 -Alkyl, C_2-C_6 -Alkenyl, C_2-C_6 -Alkynyl, C_3-C_6 -Cycloalkyl, C_5-C_6 -Cycloalkenyl oder einen der vorstehenden fünf Reste, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch solche Reste substituiert ist, die aus der Gruppe aus C_1-C_6 -Alkoxy, C_2-C_6 -Alkenyloxy, C_2-C_6 -Alkinyloxy, C_1-C_6 -Alkylthio, C_1-C_6 -Alkylsulfinyl, C_1-C_6 -Alkylsulfonyl, C_3-C_6 -Cycloalkyl, einem Rest eines drei- bis sechsgliedrigen gesättigten Heterozyklus mit einem Sauerstoffatom im Ring, Furyl, Phenyl und einem Phenylrest, der ein- oder mehrfach durch Reste aus der Gruppe aus Halogen, CN, C_1-C_4 -Alkyl, C_1-C_4 -Alkoxy, C_1-C_4 -Halogenalkyl wie CF_3 , (C_1-C_4 -Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, ausgewählt sind, oder

Phenyl oder einen Phenylrest, der ein- oder mehrfach durch Reste aus der Gruppe bestehend aus Halogen, CN, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Halogenalkyl wie CF₃, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, oder einen Rest der Formel

-NR⁵R⁶, wobei R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₈-Alkyl oder einer der Reste R⁵ bzw. R⁶ C₁-C₄-Alkoxy bedeuten oder R⁵ und R⁶ gemeinsam eine Alkylkette -(CH₂)_n- mit n = 2 bis 7 bilden;

Y

S, SO oder SO₂, vorzugsweise SO₂,

R²

C₁-C₈-Alkyloxy, C₂-C₈-Alkenyloxy, C₂-C₈-Alkinyloxy oder einen der vorstehenden 3 Reste, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch Reste aus der Gruppe aus C₁-C₆-Alkoxy, C₂-C₆-Alkenyloxy, C₂-C₆-Alkinyloxy, C₁-C₆-Alkylthio, C₁-C₆-Alkylsulfinyl, C₁-C₆-Alkylsulfonyl, (C₁-C₆-Alkoxy)-carbonyl, Phenoxy-carbonyl, Benzyloxycarbonyl und Phenyl substituiert ist,

C₃-C₈-Cycloalkyloxy, das unsubstituiert ist oder ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy oder C₁-C₄-Alkylthio substituiert ist, C₅-C₈-Cycloalkenyloxy, Cyclopropylmethyloxy, Epoxypropyloxy, Furfuryloxy, Tetrahydrofurfuryloxy, Phenoxy-C₁-C₆-alkyloxy, Phenoxy oder einen der letzten zwei vorstehenden

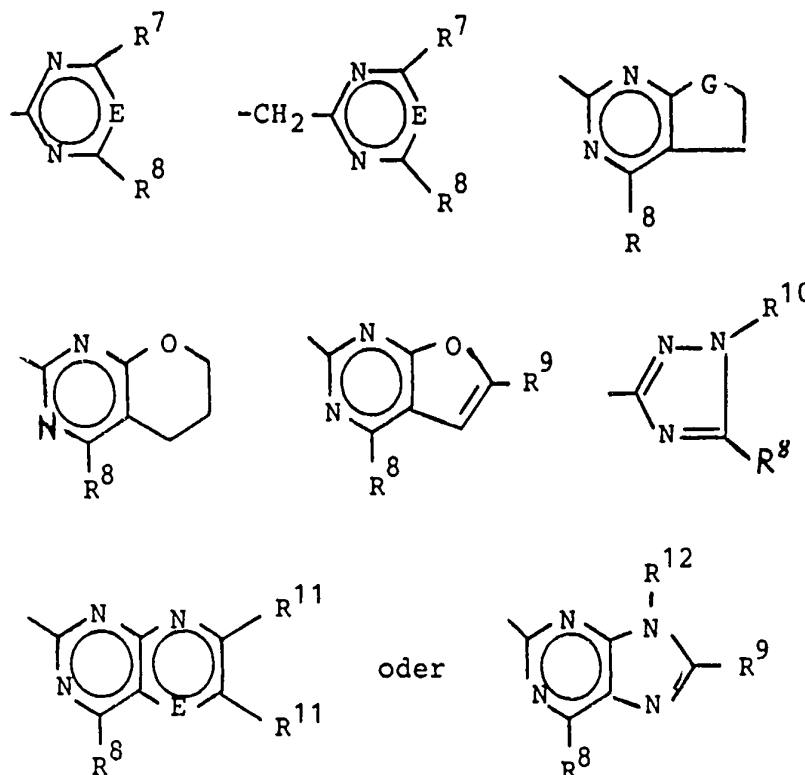
Reste, der im Phenylring durch Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Nitro substituiert ist,

R³

H, C₁-C₈-Alkyl, C₂-C₈-Alkenyl, C₂-C₈-Alkynyl oder C₁-C₄-Alkoxy,

R⁴

einen Rest der Formel



R⁷ und R⁸ unabhängig voneinander H, Halogen, C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₆-Alkoxy, C₁-C₆-Alkylthio oder einen der letzten drei vorstehenden Reste, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy oder C₁-C₄-Alkylthio substituiert ist, oder einen Rest NR¹³R¹⁴, C₃-C₆-Cycloalkyl, -OCHR¹⁵COOR¹⁶, C₃-C₅-Alkenyl, C₂-C₄-Alkynyl, C₃-C₅-Alkenyloxy oder C₃-C₅-Alkinyloxy,

R⁹ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl,

R¹⁰ C₁-C₄-Alkyl, -CHF₂ oder -CH₂CF₃,

R¹¹ unabhängig voneinander H, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Halogen,

R¹² Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, CHF₂ oder CH₂CF₃,

R¹³ und R¹⁴ unabhängig voneinander H, C₁-C₄-Alkyl, C₂-C₄-Alkenyl oder C₃-C₄-Alkynyl,

R¹⁵ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl,

R¹⁶ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl,

E CH oder N,

G CH₂ oder O und

Z O oder S, vorzugsweise ein Sauerstoffatom,

bedeuten, sowie ihre Salze.

Die Verbindungen der Formel (I) können Salze bilden, bei denen der Wasserstoff der -SO₂-NH-Gruppe durch ein für die Landwirtschaft geeignetes Kation ersetzt wird. Diese Salze sind beispielsweise Metallsalze, insbesondere Alkali- und Erdalkalimetallsalze, sowie gegebenenfalls alkylierte Ammonium- oder organische Aminalsalze. Sie werden vorzugsweise in unter den Reaktionsbedingungen inerten Lösungsmitteln, wie Wasser, Methanol oder Aceton, bei Temperaturen von 0 bis 100°C aus den Verbindungen der Formel (I) hergestellt. Geeignete Basen zur Herstellung der erfindungsgemäßen Salze sind beispielsweise Alkalicarbonate, wie Kaliumcarbonat, sowie Alkali- und Erdalkalihydroxide, sowie Ammoniak und Ethanolamin.

Von besonderem Interesse sind erfindungsgemäße Verbindungen der Formel (I), in der

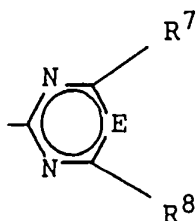
R¹ C₁-C₄-Alkyl, einen C₁-C₄-Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy, C₂-C₃-Alkenyloxy, C₂-C₃-Alkinyloxy, C₁-C₄-Alkylthio, C₁-C₄-Alkylsulfinyl, C₁-C₄-Alkylsulfonyl, Phenyl oder einen Phenylrest, der ein- bis dreifach durch Reste aus der Gruppe Halogen, C₁-C₃-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, CF₃, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist oder C₃-C₈-Cycloalkyl oder ein C₃-C₈-Cycloalkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- bis zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy oder C₁-C₄-Alkylthio substituiert ist, oder C₅-C₈-Cycloalkenyl, Cyclopropylmethyl, Epoxypropyl, Furfuryl, Tetrahydrofurfuryl, Benzyl, Phenyl, oder einen Benzyl- oder Phenylrest, der im Phenylring durch einen oder mehrere Reste aus der Gruppe aus Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, CF₃, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl und Nitro substituiert ist, einen Rest der Formel NR⁵R⁶, worin R⁵ C₁-C₄-Alkyl und R⁶ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten oder R⁵ und R⁶ gemeinsam eine Alkylkette -(CH₂)_n- mit n = 4 oder 5 bilden, b bedeutet.

Von besonderem Interesse sind erfindungsgemäße Verbindungen der Formel (I), in der

R² C₁-C₄-Alkyloxy, einen C₁-C₄-Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy, C₂-C₄-Alkenyloxy, Propargyloxy, C₁-C₄-Alkylthio, C₁-C₄-Alkylsulfinyl, C₁-C₄-Alkylsulfonyl, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl, Phenoxy-carbonyl, Benzyloxy-carbonyl oder Phenyl substituiert ist, oder C₃-C₈-Cycloalkyloxy bedeutet.

Von besonderem Interesse sind weiterhin erfindungsgemäße Verbindungen der Formel (I), in der

R⁴ einen Rest der Formel



und R⁷ und R⁸ unabhängig voneinander Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Alkylthio oder einen der letzten drei vorstehenden Reste, die ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- oder zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Alkylthio substituiert sind, oder einen Rest NR¹³R¹⁴, C₃-C₈-Cycloalkyl, -OCHR¹⁵COOR¹⁶, Allyl, Propargyl, Allyloxy oder Propargyloxy bedeuten,

R¹³ und R¹⁴ unabhängig voneinander H oder C₁-C₄-Alkyl,

R¹⁵ H oder C₁-C₄-Alkyl,

R¹⁶ C₁-C₄-Alkyl und

E CH oder N bedeuten.

Bevorzugte Verbindungen der Formel (I) sind solche, bei denen

A eine direkte Bindung oder einen Rest der Formel -CH₂-CH₂-,

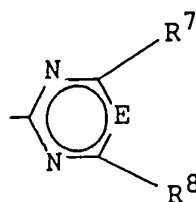
R¹ C₁-C₄-Alkyl, einen C₁-C₄-Alkylrest, der ein- oder mehrfach durch Halogen oder ein- bis zweifach durch C₁-C₄-Alkoxy substituiert ist, oder, für den Fall daß A eine direkte Bindung ist, R¹ auch vorzugsweise einen Rest der Formel NR⁵R⁶, worin R⁵ C₁-C₄-Alkyl und R⁶ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten oder R⁵ und R⁶ gemeinsam eine Alkylkette -(CH₂)_n- mit n = 4 oder 5 bilden, oder, für den Fall daß A = -CH₂CH₂- ist, R¹ auch C₃-C₈-Cycloalkyl, das ein- oder mehrfach durch Halogen substituiert ist oder unsubstituiert ist,

Benzyl, Phenyl oder einen Benzyl- oder Phenylrest, der im Phenylring ein- oder mehrfach durch Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, CF₃, (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl oder Nitro substituiert ist,

R² C₁-C₄-Alkoxy, das unsubstituiert ist oder ein- oder mehrfach durch Halogen oder durch (C₁-C₄-Alkoxy)-carbonyl, Phenoxy-carbonyl, Benzyloxy-carbonyl oder Phenyl substituiert ist,

R³ H, C₁-C₄-Alkyl oder Allyl, insbesondere H,

R⁴ einen Rest der Formel



R⁷ und R⁸ unabhängig voneinander Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder einen der letzten beiden vorstehenden Reste, der halogeniert ist, insbesondere die Reste CH₃, OCH₃, OC₂H₅, Cl, OCF₂H, CF₃,

E CH oder N und

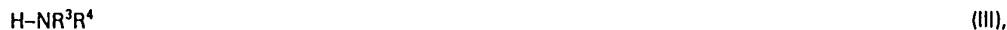
Z O oder S, vorzugsweise ein Sauerstoffatom, bedeuten.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist das Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der allgemeinen Formel (I) oder deren Salzen, dadurch gekennzeichnet, daß man

(a) eine Verbindung der Formel (II)



mit einer Verbindung der Formel (III)



umsetzt, wobei in den Formeln (II) und (III) A, Y, Z, R¹, R², R³ und R⁴ die bei Formel (I) angegebenen Bedeutungen haben, oder

(b) eine Verbindung der Formel (IV)



mit einem Carbamat bzw. Thiocarbamat der Formel (V)



umsetzt,

wobei in den Formeln (IV) und (V) R¹, R², R³, R⁴, A, Y und Z die bei Formel (I) angegebenen Bedeutungen haben und R* C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₄-Halogenalkyl, Phenyl oder einen Phenylrest bedeutet, der ein- oder mehrfach durch Halogen, C₁-C₄-Alkyl oder Nitro substituiert ist, oder

(c) ein Carbamat bzw. Thiocarbamat der Formel (VI)



mit einer Verbindung der unter (a) genannten Formel (III) umsetzt, wobei R¹, R², R*, Y, A und Z die genannten Bedeutungen haben, oder

(d) eine Verbindung der Formel (VII) oder (VIII)



mit einer Verbindung der Formel (IX)



umsetzt, wobei in den Formeln (VII) bis (IX) A, Y, Z, R¹, R², R³ und R⁴ die oben angegebenen Bedeutungen haben.

Die Umsetzung der Verbindungen der Formel (II) und (III) erfolgt vorzugsweise in unter den Reaktionsbedingungen inerten aprotischen Lösungsmitteln, wie beispielsweise Acetonitril, Dichlormethan, Toluol, Tetrahydrofuran oder Dioxan bei Temperaturen von 0°C bis Siedetemperatur des Reaktionsgemischs. Die Alkylsulfonylisocyanate bzw. -isothiocyanate der Formel (II) sind neu und daher ebenfalls Gegenstand der Erfindung. Sie lassen sich analog üblichen Verfahrensweisen aus den entsprechenden Sulfonamiden der obengenannten Formel (IV) in einfacher Weise herstellen (vgl. z. B. EP-A 085 276). Die Verbindungen der Formel (II) können auch aus den Verbindungen der Formel (VI) durch Reaktion mit Chlorsulfonylisocyanat hergestellt werden (vgl. z. B. DE-A 2 257 240).

Die Ausgangsstoffe der Formel (III) sind bekannt oder lassen sich nach im Prinzip bekannten Verfahrensweisen herstellen, z. B. durch Cyclisierung entsprechender Guanidinderivate mit entsprechend substituierten 1,3-Diketonen; vgl. z. B. „The chemistry of heterocyclic compounds“ Vol. XVI (1962) and Supplement I (1970). Eine andere Möglichkeit besteht in der Derivatisierung von Cyanurchlorid; vgl. z. B. „The Chemistry of Heterocyclic Compounds“ L. Rapoport: „s-Triazines and Derivatives“ (1959).

Die Umsetzung einer Verbindung (IV) mit einem heterocyclischen Carbamat der Formel (V) wird vorzugsweise in Gegenwart von tertiären organischen Basen, beispielsweise 1,8-Diazabicyclo-[5,4,0]-undec-7-en (DBU), in inerten Lösungsmitteln wie Acetonitril oder Dioxan bei einer Temperatur von 20°C bis zur Siedetemperatur des Reaktionsgemischs durchgeführt; das Verfahren ist analog dem entsprechenden Verfahren aus EP-A 44807. Die hierzu erforderlichen Carbamate (V) sind literaturbekannt oder werden analog bekannten oder an sich üblichen Verfahren hergestellt; ein entsprechendes Verfahren ist in EP-A 70804 beschrieben.

Die Carbamate der Formel (VI) sind neu und ebenfalls Gegenstand der Erfindung. Sie lassen sich durch Umsetzung der Verbindungen der Formel (IV) mit entsprechenden Chlorameisensäureestern herstellen (vgl. EP-A 87780). Die Umsetzung der Carbamate bzw. Thiocarbamate der Formel (VI) mit den Aminoheterocyclen der Formel (III) führt man vorzugsweise in inerten Lösungsmitteln, beispielsweise Toluol, Xylol, Chlorbenzol, Dioxan und Acetonitril, bei einer Temperatur von 20°C bis zur Siedetemperatur der betreffenden Reaktionsmischung durch.

Die Verbindungen der Formeln (VII), (VIII) und (IX) lassen sich analog literaturbekanntem oder an sich üblichen Verfahren herstellen (vgl. Chem. Ber. 96, 388 [1963]; Z. Naturforsch. 36b, 1673 [1981]; J. Am. Chem. Soc. 87, 4359 [1965]; Chem. Ber. 118, 564 [1985], US-A 4,016,266 und J. Heterocycl. Chem. 8, 597 [1971]).

Die Sulfonylharnstoffe der Formel (I), welche in den aliphatischen Resten A, R¹, R² ein oder mehrere asymmetrische Kohlenstoffatome enthalten, liegen in enantiomeren und/oder diastereomeren Formen vor. Im allgemeinen werden die entsprechenden erfindungsgemäßen Verbindungen als Racemate oder als Diastereomerenmischungen erhalten. Falls erwünscht, können die üblichen Techniken zur Trennung dieser Gemische in die sterisch einheitlichen Bestandteile angewendet werden. Auch durch Verwendung von sterisch einheitlichen Ausgangsmaterialien ist eine Reindarstellung der genannten Verbindungen möglich.

Die Formel (I) umfaßt daher alle oben genannten enantiomeren und diastereomeren Formen der oben definierten Verbindungen. Die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I weisen eine ausgezeichnete herbizide Wirksamkeit gegen ein breites Spektrum wirtschaftlich wichtiger mono- und dikotyler Schädipflanzen auf. Auch schwer bekämpfbare perennierende Unkräuter, die aus Rhizomen, Wurzelstöcken oder anderen Dauerorganen austreiben, werden durch die Wirkstoffe gut erfaßt. Dabei ist es gleichgültig, ob die Substanzen im Vorsaaf-, Vorauf- oder Nachaufverfahren ausgebracht werden. Im einzelnen seien beispielhaft einige Vertreter der mono- und dikotylen Unkrautflora genannt, die durch die erfindungsgemäßen Verbindungen kontrolliert werden können, ohne daß durch die Nennung eine Beschränkung auf bestimmte Arten erfolgen soll.

Auf der Seite der monokotylen Unkrautarten werden z. B. Avena, Lolium, Alopecurus, Phalaris, Echinochloa, Digitaria, Setaria sowie Cyperusarten aus der annuellen Gruppe und auf der Seite der perennierenden Spezies Agropyron, Cynodon, Imperata sowie Sorghum und auch ausdauernde Cyperusarten gut erfaßt.

Bei dikotylen Unkrautarten erstreckt sich das Wirkungsspektrum auf Arten wie z. B. Galium, Viola, Veronica, Lamium, Stellaria, Amaranthus, Sinapis, Ipomoea, Matricaria, Abutilon und Sida auf der annuellen Seite sowie Convolvulus, Cirsium, Rumex und Artemisia bei den perennierenden Unkräutern.

Unter den spezifischen Kulturbedingungen im Reis vorkommende Unkräuter wie z. B. Sagittaria, Alisma, Eleocharis, Scirpus und Cyperus werden von den erfindungsgemäßen Wirkstoffen ebenfalls hervorragend bekämpft.

Werden die erfindungsgemäßen Verbindungen vor dem Keimen auf die Erdoberfläche appliziert, so wird entweder das Auflaufen der Unkrautkeimlinge vollständig verhindert oder die Unkräuter wachsen bis zum Keimblattstadium heran, stellen jedoch dann ihr Wachstum ein und sterben schließlich nach Ablauf von drei bis vier Wochen vollkommen ab.

Bei Applikation der Wirkstoffe auf die grünen Pflanzenteile im Nachaufverfahren tritt ebenfalls sehr rasch nach der Behandlung ein drastischer Wachstumsstopp ein und die Unkrautpflanzen bleiben in dem zum Applikationszeitpunkt vorhandenen Wachstumsstadium stehen oder sterben nach einer gewissen Zeit ganz ab, so daß auf diese Weise eine für die Kulturpflanzen schädliche Unkrautkurrenz sehr früh und nachhaltig beseitigt wird.

Obgleich die erfindungsgemäßen Verbindungen eine ausgezeichnete herbizide Aktivität gegenüber mono- und dikotylen Unkräutern aufweisen, werden Kulturpflanzen wirtschaftlich bedeutender Kulturen wie z. B. Weizen, Gerste, Roggen, Reis, Mais, Zuckerrübe, Baumwolle und Soja nur unwesentlich oder gar nicht geschädigt. Die vorliegenden Verbindungen eignen sich aus diesen Gründen sehr gut zur selektiven Bekämpfung von unerwünschtem Pflanzenwuchs in landwirtschaftlichen Nutzpflanzen.

Darüber hinaus weisen die erfindungsgemäßen Substanzen hervorragende wachstumsregulatorische Eigenschaften bei Kulturpflanzen auf. Sie greifen regulierend in den pflanzeigenen Stoffwechsel ein und können damit zur gezielten Beeinflussung von Pflanzeninhaltsstoffen und zur Ernteerleichterung wie z. B. durch Auslösen von Desikkation und Wuchstauung eingesetzt werden. Des weiteren eignen sie sich auch zur generellen Steuerung und Hemmung von unerwünschtem vegetativem Wachstum, ohne dabei die Pflanzen abzutöten. Eine Hemmung des vegetativen Wachstums spielt bei vielen mono- und dikotylen Kulturen eine große Rolle, da das Lagern hierdurch verringert oder völlig verhindert werden kann.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können in Form von Spritzpulvern, emulgierbaren Konzentraten, versprühbaren Lösungen, Stäubemitteln oder Granulaten in den üblichen Zubereitungen angewendet werden.

Die Verbindungen der Formel (I) können auf verschiedene Art formuliert werden, je nachdem welche biologischen und/oder chemisch-physikalischen Parameter vorgegeben sind. Als Formulierungsmöglichkeiten kommen beispielsweise in Frage: Spritzpulver (WP), emulgierbare Konzentrate (EC), konzentrierte Emulsionen (EW), z. B. Öl-in-Wasser- oder Wasser-in-Öl-Emulsionen, versprühbare Lösungen oder Emulsionen, Dispersionen auf Öl- oder Wasserbasis (SC), Stäubemittel (DP), Beizmittel, Granulate (G) wie Boden- bzw. Streugranulate (FG), wasserdispersierbare Granulate (WDG), ULV-Formulierungen, Mikrokapseln oder Wachse.

Diese einzelnen Formulierungstypen sind im Prinzip bekannt und werden beispielsweise beschrieben in: Winnacker-Küchler, „Chemische Technologie“, Band 7, C. Hauser Verlag München, 4. Aufl. 1986; van Valkenburg, „Pesticides Formulations“, Marcel Dekker N. Y., 2nd Ed. 1972-73; K. Martens, „Spray Drying Handbook“, 3rd Ed. 1979, G. Goodwin Ltd. London.

Die notwendigen Formulierungshilfsmittel wie Inertmaterialien, Tenside, Lösungsmittel und weitere Zusatzstoffe sind ebenfalls bekannt und werden beispielsweise beschrieben in: Watkins, „Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers“, 2nd Ed., Darland Books, Caldwell N. J.; H. v. Olphen, „Introduction to Clay Colloid Chemistry“, 2nd Ed., J. Wiley & Sons, N. Y.; Marsden, „Solvents Guide“, 2nd Ed., Interscience, N. Y. 1950; McCutcheon's „Detergents and Emulsifiers Annual“, MC Publ. Corp., Ridgewood N. J.; Sisley and Wood, „Encyclopedia of Surface Active Agents“, Chem. Publ. Co. Inc., N. Y. 1964; Schönfeldt, „Grenzflächenaktive Äthylenoxidaddukte“, Wiss. Verlagsgesell., Stuttgart 1976; Winnacker-Küchler, „Chemische Technologie“, Band 7, C. Hauser Verlag München, 4. Aufl. 1986.

Auf der Basis dieser Formulierungen lassen sich auch Kombinationen mit anderen pestizid wirksamen Stoffen, Düngemitteln und/oder Wachstumsregulatoren herstellen, z. B. in Form einer Fertigformulierung oder als Tankmix.

Spritzpulver sind in Wasser gleichmäßig dispergierbare Präparate, die neben dem Wirkstoff außer einem Verdünnungs- oder Inertstoff noch Netzmittel, z. B. polyoxyethylierte Alkylphenole, polyoxyethylierte Fettalkohole, Alkan- oder Alkylarylsulfonate und Dispergiermittel, z. B. ligninsulfonsaures Natrium, 2,2'-dinaphthylmethan-6,6'-disulfonsaures Natrium, dibutyl-naphthalin-sulfonsaures Natrium oder auch oleylmethyltaurinsaures Natrium enthalten.

Emulgierbare Konzentrate werden durch Auflösen des Wirkstoffes in einem organischen Lösungsmittel z. B. Cyclohexanon, Xylol oder auch höhersiedenden Aromaten oder Kohlenwasserstoffen unter Zusatz von einem oder mehreren Emulgatoren hergestellt. Als Emulgatoren können beispielsweise verwendet werden: alkylarylsulfonsaure Calcium-Salze wie Ca-dodecylbenzolsulfonat oder nichtionische Emulgatoren wie Fettsäurepolyglykolester, Alkylarylpolyglykolether, Fettalkoholpolyglykolether, Propylenoxid-Ethylenoxid-Kondensationsprodukte (z. B. Blockpolymere), Fettalkohol-Propylenoxid-Ethylenoxid, Kondensationsprodukte, Sorbitanfettsäureester, Polyoxyethylensorbitanfettsäureester oder Polyoxethylensorbitester.

Stäubemittel erhält man durch Vermahlen des Wirkstoffes mit fein verteilten festen Stoffen, z. B. Talkum, natürlichen Tonen wie Kaolin, Bentonit, Pyrophyllit oder Diatomeerde. Granulate wie Boden- bzw. Streugranulate oder wasserdispergierbare Granulate können entweder durch Verdüsen des Wirkstoffes auf adsorptionsfähiges, granuliertes Inertmaterial hergestellt werden oder durch Aufbringen von Wirkstoffkonzentraten mittels Klebemitteln, z. B. Polyvinylalkohol, polyacrylsaurem Natrium oder auch Mineralölen, auf die Oberfläche von Trägerstoffen wie Sand, Kaolinite oder von granuliertem Inertmaterial. Auch können geeignete Wirkstoffe in der für die Herstellung von Düngemittelgranulaten üblichen Weise – gewünschtenfalls in Mischung mit Düngemitteln – granuliert werden.

Teller-, Fließbett-, Extruder- und Sprühgranulate können nach üblichen Verfahren hergestellt werden; siehe z. B. Verfahren in „Spray-Drying Handbook“ 3rd ed. 1979, G. Goodwin Ltd., London; J. E. Browning, „Agglomeration“, Chemical and Engineering 1967, Seiten 147 ff.; „Perry’s Chemical Engineer’s Handbook“, 5th Ed., McGraw-Hill, New York 1973, S. 8–57.

Für weitere Informationen zur Formulierung von Pflanzenschutzmitteln siehe z. B. G. C. Klingman, „Weed Control as a Science“, John Wiley and Sons, Inc., New York, 1961, Seiten 81–96 und J. D. Freyer, S. A. Evans, „Weed Control Handbook“, 5th Ed., Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1968, Seiten 101–103.

Die agrochemischen Zubereitungen enthalten in der Regel 0,1 bis 99 Gew.-%, insbesondere 0,1 bis 95 Gew.-%, Wirkstoff der Formel (I).

In Spritzpulvern beträgt die Wirkstoffkonzentration z. B. etwa 10 bis 90 Gew.-%, der Rest zu 100 Gew.-% besteht aus üblichen Formulierungsbestandteilen. Bei emulgierbaren Konzentraten kann die Wirkstoffkonzentration etwa 1 bis 80, vorzugsweise 5 bis 80 Gew.-% betragen. Staubförmige Formulierungen enthalten 1 bis 30, vorzugsweise meistens 5 bis 20 Gew.-% an Wirkstoff, versprühbare Lösungen etwa 0,2 bis 25, vorzugsweise 2 bis 20 Gew.-% Wirkstoff. Bei wasserdispergierbaren Granulaten hängt der Wirkstoffgehalt zum Teil davon ab, ob die wirksame Verbindung flüssig oder fest vorliegt und welche Granulierhilfsmittel, Füllstoffe usw. verwendet werden.

Im allgemeinen liegt der Gehalt bei den in Wasser dispergierbaren Granulaten zwischen 10 und 90 Gew.-%.

Daneben enthalten die genannten Wirkstoffformulierungen gegebenenfalls die jeweils üblichen Haft-, Netz-, Dispergier-, Emulgier-, Penetrations-, Lösungsmittel, Füll- oder Trägerstoffe.

Zur Anwendung werden die in handelsüblicher Form vorliegenden Formulierungen gegebenenfalls in üblicher Weise verdünnt, z. B. bei Spritzpulvern, emulgierbaren Konzentraten, Dispersionen und wasserdispergierbaren Granulaten mittels Wasser. Staubförmige Zubereitungen, Boden- bzw. Streugranulate sowie versprühbare Lösungen werden von der Anwendung üblicherweise nicht mehr mit weiteren inerten Stoffen verdünnt.

Mit den äußeren Bedingungen wie Temperatur, Feuchtigkeit, der Art des verwendeten Herbizids, u. a. variiert die erforderliche Aufwandmenge der Verbindungen der Formel (I). Sie kann innerhalb weiter Grenzen schwanken, z. B. zwischen 0,005 und 10,0 kg/ha oder mehr Aktivsubstanz, vorzugsweise liegt sie jedoch zwischen 0,01 und 5 kg/ha.

Folgende Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung:

Formulierungsbeispiele

- a) Ein Stäubemittel wird erhalten, indem man 10 Gew.-Teile einer Verbindung der Formel (I) und 90 Gew.-Teile Talkum als Inertstoff mischt und in einer Schlagmühle zerkleinert.
- b) Ein in Wasser leicht dispergierbares, benetzbares Pulver wird erhalten, indem man 25 Gew.-Teile einer Verbindung der Formel (I), 64 Gew.-Teile kaolinhaltigen Quarz als Inertstoff, 10 Gew.-Teile ligninsulfonsaures Kalium und 1 Gew.-Teil oleolymethyltaurinsaures Natrium als Netz- und Dispergiermittel mischt und in einer Stiftmühle mahlt.
- c) Ein in Wasser leicht dispergierbares Dispersionskonzentrat wird erhalten, indem man 20 Gew.-Teile einer Verbindung der Formel (I) mit 6 Gew.-Teilen Alkylphenolpolyglykolether (*Triton X 207), 3 Gew.-Teilen Isotridecanolpolyglykolether (8 EO) und 71 Gew.-Teilen paraffinischem Mineralöl (Siedebereich z. B. ca. 255 bis über 277°C) mischt und in einer Reibkugelmühle auf eine Feinheit von unter 5 Mikron vermahlt.
- d) Ein emulgierbares Konzentrat wird erhalten aus 15 Gew.-Teilen einer Verbindung der Formel (I), 75 Gew.-Teilen Cyclohexanon als Lösungsmittel und 10 Gew.-Teilen oxethyliertes Nonylphenol als Emulgator.
- e) Ein in Wasser dispergierbares Granulat wird erhalten, indem man
 - 75 Gew.-Teile einer Verbindung der Formel (I),
 - 10 Gew.-Teile ligninsulfonsaures Calcium,
 - 5 Gew.-Teile Natriumlaurylsulfat,
 - 3 Gew.-Teile Polyvinylalkohol und
 - 7 Gew.-Teile Kaolin
 mischt, auf einer Stiftmühle mahlt und das Pulver in einem Wirbelbett durch Aufsprühen von Wasser als Granulierflüssigkeit granuliert.
- f) Ein in Wasser dispergierbares Granulat wird auch erhalten, indem man
 - 25 Gew.-Teile einer Verbindung der Formel (I),
 - 5 Gew.-Teile 2,2'-dinaphthylmethan-6,6'-disulfonsaures Natrium
 - 2 Gew.-Teile oleolymethyltaurinsaures Natrium,
 - 1 Gew.-Teile Polyvinylalkohol
 - 17 Gew.-Teile Calciumcarbonat und
 - 50 Gew.-Teile Wasser
 auf einer Kolloidmühle homogenisiert und vorzerkleinert, anschließend auf einer Perlmühle mahlt und die so erhaltene Suspension in einem Sprühturm mittels einer Einstoffdüse zerstäubt und trocknet.

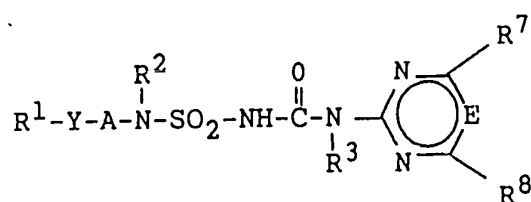
auf einer Kolloidmühle homogenisiert und vorzerkleinert, anschließend auf einer Perlmühle mahlt und die so erhaltene Suspension in einem Sprühturm mittels einer Einstoffdüse zerstäubt und trocknet.

Chemische Beispiele

- A N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)-aminocarbonyl]-N'-[2-(ethylsulfonyl)-ethyl]-N'-methoxyamino-sulfonamid (vgl. Bsp. 106, Tabelle 1)
- a) 2-Ethylsulfonyl-N-methoxyethylamin
Zu 8,5 g 0-Methylhydroxylaminhydrochlorid in 100 ml Methanol gibt man 8,2 g Natriumacetat und läßt 10 Minuten rühren. Anschließend fügt man 9,6 g Vinylethylsulfon zu und erwärmt 2 Stunden auf 50°C. Anschließend gießt man auf Eiswasser und extrahiert mit Methylenchlorid. Die organische Phase wird einrotiert. Es werden dabei 11 g (82 % d. Th.) eines Rohproduktes erhalten, das ohne weitere Reinigung weiter eingesetzt werden kann.
- b) N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)-aminocarbonyl]-N'-[2-(ethylsulfonyl)-ethyl]-N'-methoxyaminosulfonamid: 3,82 g (0,027 mol) Chlorsulfonylisocyanat werden in 80 ml CH₂Cl₂ gelöst und bei -70°C mit 4,19 g (0,027 mol) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin versetzt. Nach 1 Stunde Rühren bei Raumtemperatur wird bei -70°C ein Gemisch von 4,5 g (0,027 mol) 2-Ethylsulfonyl-N-methoxyethylamin und 2,74 g (0,027 mol) Triethylamin in 50 ml CH₂Cl₂ zugetropft. Man rührt 18 Stunden bei Raumtemperatur extrahiert mit Wasser, trocknet mit MgSO₄ und fällt das Produkt mit n-Heptan aus. So erhält man 8,65 g (75 % d. Th.) Produkt mit einem Schmelzpunkt von 170–172°C.
- B) N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)aminocarbonyl]-N'-[2-(dimethylaminosulfonyl)-eth-1-yl]-N'-methoxyaminosulfonamid (vgl. Bsp. 273, Tabelle 1)
- a) 2-Dimethylaminosulfonyl-N-methoxy-ethylamin: 12,37 g (0,148 Mol) 0-Methylhydroxylaminhydrochlorid werden in 120 ml Methanol gelöst und bei Raumtemperatur 10 Minuten mit 12,1 g (0,148 Mol) Natriumacetat gerührt. Anschließend werden 15,96 g (0,118 Mol) Vinylsulfonsäuredimethylamid (hergestellt analog Synthesis 1983, S. 816) – gelöst in 30 ml Methanol – zugetropft. Nach 15 Stunden Rühren bei Raumtemperatur und 3 Stunden bei 50°C wird die Suspension in Eiswasser gegeben, mehrfach mit CH₂Cl₂ extrahiert und der organische Extrakt über Na₂SO₂ getrocknet. Man erhält 15,8 g (69,9 % d. Th) eines gelblichen Öl, das ohne weitere Reinigung eingesetzt werden kann.
- b) N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)aminocarbonyl]-N'-[2-(dimethylaminosulfonyl)-eth-1-yl]-N'-methoxyaminosulfonamid:
3,82 g (0,027 Mol) Chlorsulfonylisocyanat wurden in 50 ml CH₂Cl₂ und bei -70°C mit 4,19 g (0,027 mol) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin versetzt. Nach 1 Stunde Rühren bei Raumtemperatur wird bei -70°C ein Gemisch von 4,92 g (0,027 mol) 2-Dimethylaminosulfonyl-N-methoxyethylamin und 2,74 g (0,027 mol) Triethylamin in 50 ml CH₂Cl₂ zugetropft. Man rührt 18 Stunden bei Raumtemperatur nach extrahiert mit Wasser, trocknet über Natriumsulfat und fällt das Produkt mit n-Heptan aus. Man erhält 8,69 g (72,9 % d. Th) an Produkt vom Schmp. 178–180°C.

In analoger Weise werden die in der folgenden Tabelle 1 definierten Verbindungen erhalten.

Tabelle 1



Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
1	-CH ₂ CH ₂ -	-S-C ₆ H ₅	-OC ₂ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH	
2	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
3	"	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	"	
4	"	"	"	H	"	Cl	"	
5	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	
6	"	"	"	H	"	CF ₃	"	
7	"	"	"	H	"	OCHF ₂	"	
8	"	"	"	H	CH ₃	Cl	"	
9	"	"	"	H	OCH ₃	BR	"	
10	"	"	"	H	"	NHCH ₃	"	
11	"	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	"	
12	"	-SO ₂ -C ₆ H ₅	"	H	CH ₃	CH ₃	"	
13	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
14	"	"	"	H	"	OCH ₃	"	
15	"	"	"	H	"	Cl	"	
16	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	
17	"	"	"	H	"	CF ₃	"	
18	"	"	"	H	"	OCHF ₂	"	
19	"	"	"	H	CH ₃	Cl	"	
20	"	"	"	H	OCH ₃	Br	"	
21	"	-SO ₂ -CH(CH ₃) ₂	OCH ₃	H	OCH ₃	NHCH ₃	"	
22	"	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	"	
23	"	"	"	H	CH ₃	CH ₃	"	
24	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	134
25	"	"	"	H	"	OCH ₃	"	184-185
26	"	"	"	H	"	Cl	"	193
27	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
28	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ -CH(CH ₃) ₂	-OCH ₃	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
29	"	"	"	H	"	OCHF ₂	CH	
30	"	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	62
31	"	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
32	"	"	"	H	"	NHCH ₃	N	
33	"	"	"	H	"	OCH ₃	N	159
34	"	-S-C ₂ H ₅	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
35	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
36	"	"	"	H	"	OCH ₃	"	
37	"	"	"	H	"	Cl	"	
38	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	
39	"	"	"	H	"	CF ₃	"	
40	"	"	"	H	"	OCHF ₂	"	
41	"	"	"	H	CH ₃	Cl	"	
42	"	"	"	H	OCH ₃	Br	"	
43	"	"	"	H	"	NHCH ₃	"	
44	"	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	"	
45	"	-SO ₂ -C ₆ H ₁₁	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
46	"	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	N	
47	"	"	"	H	CH ₃	CH ₃	N	
48	"	-SC ₆ H ₁₁	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
49	"	"	"	H	CH ₃	OCHF ₂	N	
50	"	-S-CH ₂ -C ₆ H ₅	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
51	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
52	"	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	"	
53	"	"	"	H	OCH ₃	Cl	"	
54	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	
55	"	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	"	
56	"	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
57	-CH ₂ CH ₂ -	-S-CH ₂ C ₆ H ₅	-OCH ₃	H	CH ₃	Cl	CH	
58	"	"	"	H	OCH ₃	Br	"	
59	"	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	"	
60	"	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	"	
61	"	"	-OCH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	CH ₃	"	
62	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
63	"	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	"	
64	"	"	"	H	OCH ₃	Cl	"	
65	"	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	"	
66	"	"	"	H	"	CF ₃	"	
67	"	"	"	H	"	OCHF ₂	"	
68	"	"	"	H	CH ₃	Cl	"	
69	"	"	"	H	OCH ₃	Br	"	
70	"	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	"	
71	"	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	"	
72	"	-SO ₂ -CH ₃	-OCH ₃	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	N	
73	"	"	"	"	CH ₃	OCHF ₂	"	
74	"	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	"	158
75	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	CF ₃	"	
76	"	-SO ₂ -CH ₂ C ₆ H ₅	"	H	CH ₃	CH ₃	"	
77	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
78	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
79	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
80	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
81	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
82	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
83	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
84	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
85	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Ep. (°C)
86	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ CH ₂ C ₆ H ₅	-OCH ₃	H	OCHF ₂	OCH ₃	N	
87	"	-S-CH ₃	-OC ₂ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	"	
88	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
89	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
90	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
91	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
92	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
93	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
94	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
95	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
96	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
97	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
98	"	-SO ₂ C ₂ H ₅	-OCH(CH ₃) ₂	"	OCHF ₂	CF ₃	CH	
99	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
100	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
101	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
102	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
103	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
104	"	"	-OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	"	
105	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	138
106	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	170-172
107	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	172
108	"	"	-OCH ₂ CH ₂ CH ₃	"	CH ₃	CH ₃	"	
109	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
110	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
111	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
112	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
113	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
114	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
115	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ C ₂ H ₅	-OCH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	Cl	CH	
116	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
117	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
118	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
119	"	"	-OCH(CH ₃) ₂	"	CH ₃	CH ₃	"	
120	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
121	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
122	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
123	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
124	"	"	-O(CH ₂) ₃ CH ₃	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
125	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
126	"	"	-OCH ₃	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
127	"	"	"	"	"	CF ₃	"	
128	"	"	"	"	"	OCHF ₂	"	
129	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	59-62
130	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
131	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
132	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
133	"	"	-O(CH ₂) ₃ CH ₃	"	CH ₃	CH ₃	"	
134	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
135	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
136	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
137	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
138	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
139	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
140	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
141	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
142	"	"	-OC ₆ H ₁₁	"	CH ₃	CH ₃	"	
143	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
144	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	



Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
145	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ C ₂ H ₅	-OC ₆ H ₁₁	H	OCH ₃	Cl	CH	
146	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
147	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
148	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
149	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
150	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
151	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
152	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
153	"	-SO ₂ CH ₃	-OC ₃ H ₇	"	CH ₃	CH ₃	"	
154	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
155	"	"	"	"	"	OCH ₃	"	
156	"	"	"	"	"	Cl	"	
157	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
158	"	"	"	"	OCHF ₂	CF ₃	"	
159	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	"	
160	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	
161	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
162	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
163	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	
164	"	"	-OCH ₂ CH ₃	"	CH ₃	CH ₃	"	
165	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	145-147
166	"	"	"	"	"	OCH ₃	"	160-163
167	"	"	"	"	"	Cl	"	178
168	"	"	"	"	OCHF ₂	CH ₃	"	
169	"	"	"	"	"	CF ₃	"	
170	"	"	"	"	"	OCHF ₂	"	
171	"	"	"	"	CH ₃	Cl	"	50-51
172	"	"	"	"	OCH ₃	Br	"	
173	"	"	"	"	OCH ₃	NHCH ₃	"	
174	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
175	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ CH ₂ CH ₃	-OC ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH	
176	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	"	
177	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
178	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
179	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	
180	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
181	"	-SO ₂ C ₆ H ₅	-O-CH ₃	"	CH ₃	CH ₃	"	
182	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	"	
183	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
184	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
185	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	
186	"	"	"	"	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
187	"	-SO ₂ N(CH ₃) ₂	"	"	CH ₃	CH ₃	"	145-147
188	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	"	162-164
189	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	168-171
190	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	124
191	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	112-113
192	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	88-89
193	"	"	-OC ₂ H ₅	"	CH ₃	CH ₃	"	
194	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	"	
195	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
196	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
197	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	
198	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
199	"	"	-OC ₃ H ₇ (n)	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
200	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
201	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	CH	
202	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	
203	"	"	-OC ₄ H ₉ (n)	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
204	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
205	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ NHCH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
206	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
207	"	"	"	"	OCH ₃	CF ₃	"	
208	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	"	
209	"	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	N	
210	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
211	"	-SO ₂ NHC ₂ H ₅	"	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
212	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	"	
213	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	N	
214	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
215	"	-SO ₂ N 	"	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
216	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	"	
217	"	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	"	
218	"	-SO ₂ N 	"	"	OCH ₃	CH ₃	"	
219	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	"	
220	"	-SO ₂ C ₂ H ₅	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	"	
221	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	N	
222	"	-SO ₂ -N(CH ₃) ₂	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
223	"	"	"	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	N	
224	"	-SO ₂ NHCH ₃	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
225	"	-SO ₂ CH(CH ₃) ₂	OC ₂ H ₅	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	175
226	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	50
227	"	"	"	"	Cl	CH ₃	CH	56- 60
228	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	162

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
229	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ C ₂ H ₅	OCH ₃	H	Cl	CH ₃	CH	59- 62
230	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	176-178
231	"	"	OC ₂ H ₅	"	"	"	CH	180-182
232	"	"	"	"	"	CH ₃	CH	51- 53
233	"	"	"	"	Cl	CH ₃	CH	55- 60
234	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	172-174
235	"	"	"	"	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
236	"	"	"	"	"	CH ₃	CH	
237	CH ₂ CH ₂	SO ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	184
238	"	"	"	"	"	CH ₃	"	152-153
239	"	"	"	"	Cl	"	"	49- 50
240	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	N	155-156
241	-CH ₂ CH ₂ -	-SO ₂ (n)-C ₃ H ₇	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	129
242	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	160
243	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
244	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
245	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
246	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
247	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
248	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
249	"	-SO ₂ C ₆ H ₅	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
250	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
251	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
252	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
253	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
254	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
255	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
256	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp.. (°C)
257	-CH ₂ CH ₂ -	-SOC ₂ H ₅	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
258	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
259	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
260	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
261	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
262	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
263	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
264	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
265	"	-SOCH ₃	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
266	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
267	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
268	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
269	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
270	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
271	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
272	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
273	"	-SO ₂ N(CH ₃) ₂	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	178-180
275	"	-SO ₂ N(C ₂ H ₅) ₂	"	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
276	"	"	"	"	CH ₃	CH ₃	CH	
277	"	"	"	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
278	"	"	"	"	OCH ₃	OCH ₃	N	
279	"	"	OC ₂ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
280	"	"	OC ₆ H ₅	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
281	"	"	"	"	OCH ₃	Cl	CH	
282	"	-SO ₂ N(C ₃ H ₇) ₂	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
283	"	-SO ₂ NH(n-C ₄ H ₉)	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
284	"	-SO ₂ -NH-OCH ₃	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
285	"	-SO ₂ -NH-OC ₂ H ₅	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	
286	"	-SO ₂ N(OCH ₃)(CH ₃)	OCH ₃	"	OCH ₃	OCH ₃	CH	

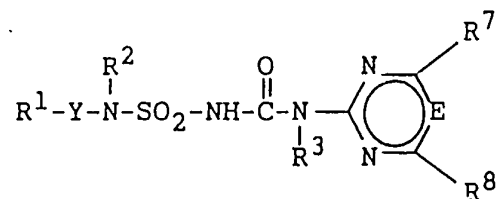
Fortsetzung Tabelle 1

Bsp Nr.	A	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp... (°C)
287	CH ₂ CH ₂ CH ₂	-SO ₂ C ₂ H ₅	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
288	"	"	OCH ₃	"	CH ₃	CH ₃	CH	
289	"	"	OCH ₃	"	OCH ₃	CH ₃	CH	
290	"	"	OCH ₃	"	OCH ₃	Cl	CH	
291	"	"	OCH ₃	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
292	"	"	OCH ₃	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	N	
293	"	-SO ₂ N(CH ₃) ₂	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
294	"	"	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
295	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	SO ₂ CH ₃	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
296	-CH ₂ -	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
297	-CH(CH ₃)-	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
298	-CH ₂ CH(CH ₃)-	SO ₂ C ₂ H ₅	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
299	-C(CH ₃) ₂ -	"	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
300	"	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	

N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)-aminocarbonyl]-N'-(methylsulfonyl)-N'-(methoxy)-aminosulfonamid
(vgl. Bsp. 473, Tabelle 2)

- a) N-Methylsulfonyl-methoxyamino-sulfonylisocyanat: 3,4 g (0,0272 Mol) O-Methyl-N-methylsulfonyl-hydroxylamin (hergestellt nach Z. Naturforsch. 36b, 1673 [1981]) werden in 80 ml wasserfreiem Chlorbenzol suspendiert und bei 0°C mit 2,53 ml (4,10 g; 0,029 Mol) Chlorsulfonylisocyanat versetzt. Anschließend wird das Reaktionsgemisch langsam unter Durchleiten von Stickstoff aufgeheizt, wobei die Suspension bei 40°C in eine klare Lösung übergeht. Nach ca. 3stündigem Erhitzen unter Rückfluß wird das Gemisch abgekühlt, einrotiert und im Hochvakuum getrocknet. Man erhält 6,18 g (99% d. Th.) an N-Methylsulfonyl-methoxyamino-sulfonylisocyanat, das ohne weitere Reinigung in der nächsten Stufe eingesetzt werden kann.
- b) N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)aminocarbonyl]-N'-(methylsulfonyl)-N'-(methoxy)-aminosulfonamid 4,16 g (0,0268 Mol) 2-Amino-4,6-dimethoxypyrimidin werden in 100 ml wasserfreiem Dichlormethan gelöst und bei 0°C mit 6,17 g (0,0268 Mol) N-Methylsulfonyl-methoxyaminosulfonylisocyanat versetzt. Nach 18 Stunden Rühren bei Raumtemperatur wird 2 Stunden auf Rückfluß erhitzt, anschließend wird mit 0,5 n Salzsäure extrahiert. Nach dem Trocknen über Natriumsulfat wird das Produkt bei 0°C mit n-Heptan ausgefällt. Man erhält 10,02 g (97,1% d. Th.) an N-[(4,6-Dimethoxy-pyrimidin-2-yl)aminocarbonyl]-N'-(methylsulfonyl)-N'-(methoxy)-aminosulfonamid vom Schmelzpunkt 142–144°C. Auf gleiche Weise werden auch die übrigen in der folgenden Tabelle 2 aufgeführten erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffe der allgemeinen Formel (I), worin A eine direkte Bindung bedeutet, hergestellt.

Tabelle 2



Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Ep. (°C)
301	-SO ₂ -C ₆ H ₅	OC ₂ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH	
302	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
303	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
304	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
305	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
306	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
307	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
308	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
309	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
310	SO ₂ -CH(CH ₃) ₂	OCH ₃	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
311	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
312	"	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
313	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
314	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	132-133
315	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
316	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
317	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
318	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
319	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
320	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
321	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	N	
322	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
323	-SO ₂ -C ₆ H ₁₁	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
324	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	N	
325	"	"	H	CH ₃	CH ₃	N	

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
326	-SO ₂ -CH ₃	OCH ₃	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	N	
327	"	"	CH ₃	CH ₃	OCHF ₂	N	
328	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
329	"	"	CH ₃	OCH ₃	CF ₃	N	
330	SO ₂ -CH ₂ C ₆ H ₅	"	H	CH ₃	CH ₃	N	
331	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	N	
332	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
333	"	"	H	OCH ₃	Cl	N	
334	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	N	
335	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	N	
336	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	N	
337	"	"	H	CH ₃	Cl	N	
338	"	"	H	OCH ₃	Br	N	
339	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	N	
340	SO ₂ -C ₂ H ₅	OCH(CH ₃) ₂	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
341	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
342	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
343	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
344	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
345	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
346	"	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
347	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	85-90
348	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	159-160
349	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
350	"	OCH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
351	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
352	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
353	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
354	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
355	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
356	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	

Tabelle 2 (Fortsetzung)

BSP Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
357	SO ₂ C ₂ H ₅	OCH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	Cl	CH	
358	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
359	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
360	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
361	"	OCH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH	
362	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
363	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
364	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
365	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
366	"	O(CH ₂) ₃ CH ₃	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
367	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
368	"	OCH ₃	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
369	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
370	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
371	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
372	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
373	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
374	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
375	"	O(CH ₂) ₃ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
376	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
377	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
378	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
379	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
380	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
381	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
382	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
383	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
384	"	OC ₆ H ₁₁	H	CH ₃	CH ₃	CH	
385	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
386	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
387	-SO ₂ C ₂ H ₅	OC ₆ H ₁₁	H	OCH ₃	Cl	CH	
388	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
389	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
390	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
391	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
392	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
393	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
394	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
395	-SO ₂ CH ₃	OC ₃ H ₇	H	CH ₃	CH ₃	CH	
396	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
397	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
398	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
399	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
400	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
401	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
402	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
403	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
404	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
405	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
406	"	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
407	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
408	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
409	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
410	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
411	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
412	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
413	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
414	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
415	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
416	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
417	-SO ₂ CH ₂ CH ₃	OC ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH	
418	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	CH	
419	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
420	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
421	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
422	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
423	SO ₂ C ₆ H ₅	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	
424	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	CH	
425	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	158-159
426	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
427	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
428	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
429	SO ₂ N(CH ₃) ₂	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
430	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	CH	
431	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
432	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
433	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
434	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
435	"	OC ₂ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH	
436	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	CH	
437	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
438	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
439	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
440	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
441	"	OC ₃ H ₇ (n)	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
442	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
443	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	CH	
444	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
445	"	OC ₄ H ₉ (n)	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
446	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	

Tabelle 2 (Fortsetzung)



Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
447	SO ₂ NHCH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
448	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
449	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
450	"	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	
451	"	"	H	CH ₃	OCH ₃	N	
452	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
453	SO ₂ NHC ₂ H ₅	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
454	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	
455	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	N	
456	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
457	SO ₂ N 	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
458	"	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
459	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
460	SO ₂ N 	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
461	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
462	SO ₂ C ₂ H ₅	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
463	"	"	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	N	
464	SO ₂ N(CH ₃) ₂	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
465	"	"	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	N	
466	SO ₂ NHCH ₃	"	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH	
467	SOCH(CH ₃) ₂	OC ₂ H ₅	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	
468	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
469	"	"	H	Cl	CH ₃	CH	
470	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	N	
471	SO ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	83-85
472	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	81-83
473	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	142-144

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Bsp Nr.	-Y-R ¹	R ²	R ³	R ⁷	R ⁸	E	Fp. (°C)
474	SO ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	Cl	CH	
475	"	"	H	OCHF ₂	CH ₃	CH	
476	"	"	H	OCHF ₂	CF ₃	CH	
477	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
478	"	"	H	CH ₃	Cl	CH	
479	"	"	H	OCH ₃	Br	CH	
480	"	"	H	OCH ₃	NHCH ₃	CH	
481	"	"	H	OCHF ₂	OCH ₃	CH	
482	SO ₂ (n)C ₃ H ₇	"	H	CH ₃	CH ₃	CH	115-118
483	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	
484	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	163-165
485	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	143-145
486	"	"	H	OCHF ₂	OCHF ₂	CH	
487	SO ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH	148-150
488	"	"	H	OCH ₃	CH ₃	CH	142-144
489	"	"	H	OCH ₃	OCH ₃	CH	145-147
490	"	"	H	OCH ₃	Cl	CH	

Biologische Beispiele

Die Schädigung der Unkrautpflanzen bzw. die Kulturpflanzenverträglichkeit wurde gemäß einem Schlüssel bonitiert, in dem die Wirksamkeit durch Wertzahlen von 0 bis 5 ausgedrückt ist. Dabei bedeutet:

0 = ohne Wirkung

1 = 0 bis 20 % Wirkung bzw. Schaden

2 = 20 bis 40 % Wirkung bzw. Schaden

3 = 40 bis 60 % Wirkung bzw. Schaden

4 = 60 bis 80 % Wirkung bzw. Schaden

5 = 80 bis 100 % Wirkung bzw. Schaden

1. Unkrautwirkung im Voraufbau

Samen bzw. Rhizomstücke von mono- und dikotylen Unkrautpflanzen wurden in Plastiktöpfen in sandiger Lehmerde ausgelegt und mit Erde abgedeckt. Die in Form von benetzbaren Pulvern oder Emulsionskonzentraten formulierten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden dann als wässrige Suspensionen bzw. Emulsionen mit einer Wasseraufwandmenge von umgerechnet 600 bis 800 l/ha in unterschiedlichen Dosierungen auf die Oberfläche der Abdeckerde appliziert.

Nach der Behandlung wurden die Töpfe im Gewächshaus aufgestellt und unter guten Wachstumsbedingungen für die Unkräuter gehalten. Die optische Bonitur der Pflanzen- bzw. der Aufbausschäden erfolgte nach dem Auflaufen der Versuchspflanzen nach einer Versuchszeit von 3 bis 4 Wochen im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen. Wie die Boniturnwerte in Tabelle 3 zeigen, weisen die erfindungsgemäßen Verbindungen eine gute herbizide Voraufbauwirksamkeit gegen ein breites Spektrum von Ungräsern und Unkräutern auf.

Tabelle 3: Voraufwirkung der erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel (I)

Beispiel-Nr.	Dosis (kg a. i./ha)	herbizide Wirkung			
		STM	CRS	SIA	LOM
24	0,3	5	5	1	2
25	0,3	5	5	4	4
105	0,3	5	5	5	3
106	0,3	5	5	5	4
	0,08	5	5	5	4
107	0,3	4	3	3	1
165	0,3	5	2	2	2
166	0,3	5	3	4	3
225	0,3	5	5	4	4
226	0,3	5	3	1	1
231	0,3	5	5	5	5
232	0,3	5	5	5	5
237	0,3	5	5	5	5
238	0,3	4	4	1	2
347	0,3	5	5	5	5
348	0,3	5	5	5	5
425	0,3	2	2	3	1
471	0,3	2	4	5	2
472	0,3	5	5	5	3
473	0,3	5	5	5	5
482	0,3	1	4	5	1
484	0,3	5	5	5	4
485	0,3	2	4	5	2
488	0,3	5	5	5	5

STM = *Stellaria media*CRS = *Chrysanthemum segetum*SIA = *Sinapis alba*LOM = *Lolium multiflorum*

2. Unkrautwirkung im Nachauflauf

Samen bzw. Rhizomstücke von mono- und dikotylen Unkräutern wurden in Plastiktöpfen in sandigem Lehmboden ausgelegt, mit Erde abgedeckt und im Gewächshaus unter guten Wachstumsbedingungen angezogen. Drei Wochen nach der Aussaat wurden die Versuchspflanzen im Dreiblattstadium behandelt.

Die als Spritzpulver bzw. als Emulsionskonzentrate formulierten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden in verschiedenen Dosierungen mit einer Wasseraufwandmenge von umgerechnet 600 bis 800 l/ha auf die grünen Pflanzenteile gesprüht und nach ca. 3 bis 4 Wochen Standzeit der Versuchspflanzen im Gewächshaus unter optimalen Wachstumsbedingungen die Wirkung der Präparate optisch im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen bonitiert.

Die erfindungsgemäßen Mittel weisen auch im Nachauflauf eine gute herbizide Wirksamkeit gegen ein breites Spektrum wirtschaftlich wichtiger Ungräser und Unkräuter auf (Tabelle 4).

Tabelle 4: Nachauflaufwirkung der erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel (I)

Beispiel-Nr.	Dosis (kg a. i./ha)	herbizide Wirkung			
		STM	CRS	SIA	LOM
24	0,3	4	2	2	0
25	0,3	5	5	4	0
105	0,3	5	4	4	1
106	0,3	5	5	5	1
	0,08	5	5	5	1
107	0,3	5	2	2	0
165	0,3	5	2	3	0
166	0,3	5	4	4	2
225	0,3	5	4	4	0
226	0,3	4	1	4	1
231	0,3	5	5	1	2
232	0,3	5	3	4	3
237	0,3	5	4	5	3
238	0,3	5	2	3	0
347	0,3	5	5	5	4
348	0,3	5	5	5	4
425	0,3	3	2	4	1
472	0,3	5	4	5	3
473	0,3	5	5	5	2
482	0,3	4	5	5	1
484	0,3	4	4	5	3
485	0,3	1	2	5	1
488	0,3	4	5	5	3

Abkürzungen: s. Tabelle 3

3. Kulturpflanzenverträglichkeit

In weiteren Versuchen im Gewächshaus wurden Samen einer größeren Anzahl von Kulturpflanzen und Unkräutern in sandigem Lehmboden ausgelegt und mit Erde abgedeckt.

Ein Teil der Töpfe wurde sofort wie unter 1. beschrieben behandelt, die übrigen im Gewächshaus aufgestellt, bis die Pflanzen zwei bis drei echte Blätter entwickelt hatten und dann mit den erfindungsgemäßen Substanzen in unterschiedlichen Dosierungen, wie unter 2. beschrieben besprüht.

Vier bis fünf Wochen nach der Applikation und Standzeit im Gewächshaus wurde mittels optischer Bonitur festgestellt, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen zweikeimblättrige Kulturen wie z. B. Soja, Baumwolle, Raps, Zuckerrüben und Kartoffeln im Vor- und Nachauflaufverfahren selbst bei hohen Wirkstoffdosierungen ungeschädigt ließen. Einige Substanzen schonten darüber hinaus auch Gramineen-Kulturen wie z. B. Gerste, Weizen, Roggen, Sorghum-Hirsen, Mais oder Reis. Die Verbindungen der Formel (I) weisen somit eine hohe Selektivität bei Anwendung zur Bekämpfung von unerwünschtem Pflanzenwuchs in landwirtschaftlichen Kulturen auf.

4. Wuchshemmung an Getreide

In Schalenversuchen im Gewächshaus wurden junge Getreidepflanzen (Weizen, Gerste, Roggen) im 3-Blattstadium mit erfindungsgemäßen Verbindungen in verschiedenen Wirkstoffkonzentrationen (kg/ha) tropfnass gespritzt.

Nachdem die unbehandelten Kontrollpflanzen eine Wuchshöhe von etwa 55 cm erreicht hatten, wurde bei allen Pflanzen der Zuwachs gemessen und die Wuchshemmung in % des Zuwachses der Kontrollpflanzen berechnet. Es wurde außerdem die phytotoxische Wirkung der Verbindungen beobachtet, wobei 100% den Stillstand des Wachstums und 0% ein Wachstum entsprechend den unbehandelten Kontrollpflanzen bedeutet. Es zeigte sich, daß die Verbindungen sehr gute wachstumsregulierende Eigenschaften besitzen.