



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 248 277 A5

4(51) A 01 N 57/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP A 01 N / 291 081 6
(31) P3520388.9
P3538894.3

(22) 06.06.86
(32) 07.06.85
02.11.85

(44) 05.08.87
(33) DE

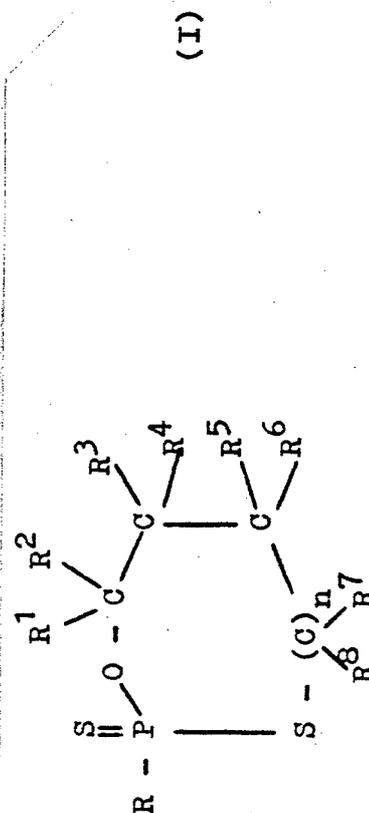
(71) siehe (73)

(72) Krüger, Bernd-Wieland, Dr.; Behrenz, Wolfgang, Dr.; Becker, Benedikt, Dr.; Homeyer, Bernhard, Dr.; Stendel, Wilhelm, Dr., DE

(73) Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

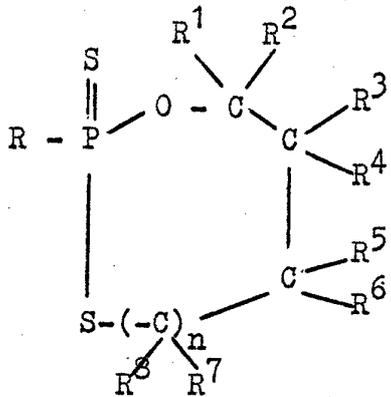
(54) Schädlingsbekämpfungsmittel

(57) Die Erfindung betrifft Schädlingsbekämpfungsmittel, die neue P-Heterocyclen der allgemeinen Formel (I), in welcher R für Amino oder für gegebenenfalls substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkylamino, Alkoxy, und Alkylthio steht, R¹ bis R⁸ gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, für gegebenenfalls durch Halogen substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkenyl, Alkoxyalkyl und Alkylthioalkyl oder für Halogen, Nitro oder Dialkylaminoalkyl oder für gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Benzyl stehen und wobei der Reste R¹ bis R⁸ gemeinsam mit dem bzw. den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind auch einen gegebenenfalls substituierten mono- oder bicyclischen Ring bilden können, und n für null oder eins steht, als Wirkstoffe enthalten.
Formel (I)



Erfindungsanspruch:

1. Schädlingsbekämpfungsmittel, **gekennzeichnet durch** einen Gehalt an mindestens einem Phosphor enthaltenden Heterocyclus der allgemeinen Formel (I),



(I)

in welcher

- R für Amino oder für gegebenenfalls substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkylamino, Methylalkylamino, Alkoxy, und Alkylthio steht,
 R¹ bis R⁸ gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, für gegebenenfalls durch Halogen substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkenyl, Alkoxyalkyl und Alkylthioalkyl oder für Halogen, Nitro oder Dialkylaminoalkyl oder für gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Benzyl stehen und wobei zwei der Reste R¹ bis R⁸ gemeinsam mit dem bzw. den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind auch einen gegebenenfalls substituierten Mono- oder bicyclischen Ring bilden können, und
 n für null oder eins steht, neben Streckmitteln und/oder oberflächenaktiven Mitteln.
2. Verwendung von Verbindungen der allgemeinen Formel (I) gemäß Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß eine zur Bekämpfung von Schädlingen, vorzugsweise Arthropoden, insbesondere Insekten und Spinnentieren sowie Nematoden eingesetzt werden.
3. Verfahren zur Bekämpfung von Schädlingen, **gekennzeichnet dadurch**, daß man Verbindungen der allgemeinen Formel (I) gemäß Punkt 1 auf Schädlinge, vorzugsweise Arthropoden, insbesondere Insekten oder Spinnentiere sowie Nematoden oder ihren Lebensraum einwirken läßt.
4. Verfahren zur Herstellung von Schädlingsbekämpfungsmitteln, **gekennzeichnet dadurch**, daß man Verbindungen der allgemeinen Formel (I) gemäß Punkt 1 mit Streckmitteln und/oder oberflächenaktiven Mitteln vermischt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Schädlingsbekämpfungsmittel, die neue substituierte Phosphor enthaltende Heterocyclen, 1,3,2-Oxathiaphosphorinan-2-sulfide und 1,3,2-Oxathiaphosphhepan-2-sulfide als Wirkstoffe enthalten. Die neuen Verbindungen werden dabei als Arthropodizide, insbesondere als Insektizide und Akarizide und Nematizide eingesetzt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß bestimmte P-Heterocyclen, wie z.B. 5gliedrige cyclische Thiophosphorsäureamid-diester (M. Eto u. a., J. Pesticide Sci., 3, 161 [1978]) oder Dithiophosphensäure-0,S-ester (vgl. DE-PS 1 104 520) zur Schädlingsbekämpfung verwendet werden können.

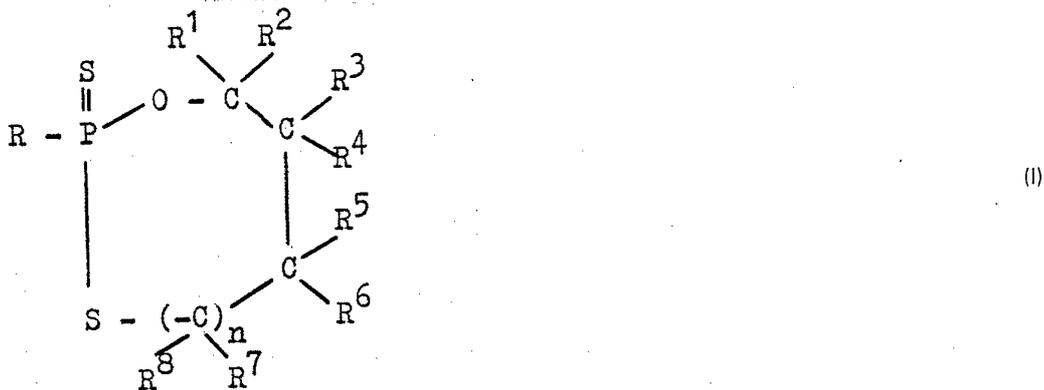
Die insektizide und akarizide Wirkung der bekannten Verbindungen ist jedoch, insbesondere bei niedrigen Wirkstoffkonzentrationen und Aufwandmengen, nicht immer zufriedenstellend.

Ziel der Erfindung

Überraschenderweise zeigen die erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) eine erheblich höhere insektizide und akarizide sowie nematizide Wirkung als entsprechende bekannte Verbindungen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es wurden neue P-Heterocyclen der allgemeinen Formel (I) ,



gefunden
in welcher

- R für Amino oder für gegebenenfalls substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkylamino, Methyl-alkylamino, Alkoxy, und Alkylthio steht,
- R¹ bis R⁸ gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, für gegebenenfalls durch Halogen substituierte Reste aus der Reihe Alkyl, Alkenyl, Alkoxyalkyl und Alkylthioalkyl oder für Halogen, Nitro oder Dialkylaminoalkyl oder für gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Benzyl stehen und wobei zwei der Reste R¹ bis R⁸ gemeinsam mit dem bzw. den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind auch einen gegebenenfalls substituierten mono- oder bicyclischen Ring bilden können, und
- n für null oder eins steht.

Man erhält die neuen Verbindungen der allgemeinen Formel (I), wenn man

a) Halogenide der allgemeinen Formel (II) ,



in welcher

Hal für Halogen, vorzugsweise für Chlor oder Brom, insbesondere für Chlor steht und R die oben angegebene Bedeutung hat, mit Verbindungen der allgemeinen Formel (III) ,



in welcher

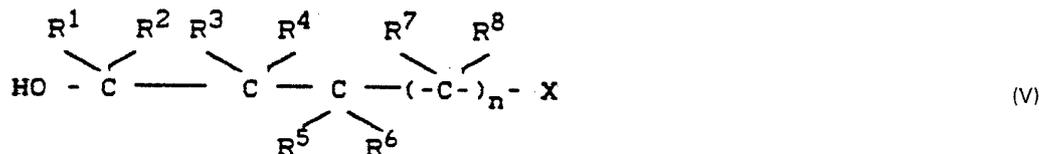
R¹ bis R⁸ und n die obengenannte Bedeutung haben, gegebenenfalls in Gegenwart eines Säureakzeptors und gegebenenfalls in Gegenwart von Verdünnungsmitteln umgesetzt oder

b) Dithioanhydride der allgemeinen Formel (IV) ,



in welcher

R für gegebenenfalls substituiertes Alkyl steht, mit Alkoholen der allgemeinen Formel (V) ,



in welcher

R¹ bis R⁸ und n die obengenannte Bedeutung haben und X für Halogen, vorzugsweise für Chlor oder Brom, insbesondere für Chlor steht oder für einen Sulfonatrest der allgemeinen Formel (VI),



steht, in welcher

Y für gegebenenfalls substituiertes Alkyl oder Aryl steht,

gegebenenfalls unter Verwendung eines Verdünnungsmittels und gegebenenfalls unter Zugabe eines Säureakzeptors, umgesetzt oder

c) zunächst (analog Methode a) Thiophosphorsäuretrichlorid (PSCl₃) mit Verbindungen der allgemeinen Formel (III) zu 2-Chlor-1,3,2-oxathia-P-cyclen der allgemeinen Formel (VII),



in welcher

R¹ bis R⁸ und n die obengenannte Bedeutung haben, umgesetzt und, gegebenenfalls nach ihrer Isolierung, dann in einem zweiten Reaktionsschritt mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (VIII)



in welcher

R die obengenannte Bedeutung, ausgenommen gegebenenfalls substituiertes Alkyl, hat, und

M für Wasserstoff, ein Äquivalent eines Alkali- oder Erdalkalimetallions (wie Natrium, Kalium oder Calcium) oder für ein Ammoniumion

steht, gegebenenfalls in Gegenwart von Säureakzeptoren, und gegebenenfalls in Gegenwart von Verdünnungsmitteln umgesetzt.

Die neuen P-Heterocyclen der allgemeinen Formel (I) zeichnen sich durch eine hohe Wirksamkeit gegen tierische Schädlinge, vorzugsweise gegen Arthropoden, insbesondere durch eine hohe, insektizide und akarizide sowie eine nematizide Wirksamkeit aus. Sie können auch in synergistischen Mischungen mit anderen Schädlingsbekämpfungsmitteln verwendet werden.

Die in den allgemeinen Formeln angegebenen Reste haben vorzugsweise die folgende Bedeutung:

Die Alkylgruppe im Alkylamino-Rest R sowie im Methylalkylamino-Rest R ist geradkettig oder verzweigt und enthält 1 bis 8, vorzugsweise 1 bis 6 und insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatome. Beispielhaft seien Methyl, Ethyl, n- und i.-Propyl genannt.

Die Alkylgruppen in den Dialkylamino-alkyl-Resten R¹ bis R⁸ sind gleich oder verschieden und geradkettig oder verzweigt und enthalten vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatome. Als Beispiele seien Methyl, Ethyl sowie n- und i.-Propyl genannt.

In den Dialkylamino-alkyl-Resten R¹ bis R⁸ enthalten die Alkylgruppen, an welche die Dialkylaminokomponente gebunden ist, vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatome.

Als gegebenenfalls substituiertes Alkyl R steht geradkettiges oder verzweigtes Alkyl mit vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatomen. Beispielhaft seien gegebenenfalls substituiertes Methyl, Ethyl, n- und i.-Propyl, n-, i.- und t.-Butyl genannt.

Als gegebenenfalls substituiertes Alkoxy R steht geradkettiges oder verzweigtes Alkoxy mit vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatomen. Beispielhaft seien gegebenenfalls substituiertes Methoxy, Ethoxy, n- und i.-Propoxy und n-, i.- und t.-Butoxy genannt.

Als gegebenenfalls substituiertes Alkylthio R steht geradkettiges oder verzweigtes Alkylthio mit vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatomen. Beispielhaft seien gegebenenfalls substituiertes Methylthio, Ethylthio, n- und i.-Propylthio, n-, i.- und t.-Butylthio genannt.

Im gegebenenfalls durch Halogen substituierten Alkyl R^1 bis R^8 bedeutet Alkyl geradkettiges oder verzweigtes Alkyl mit vorzugsweise 1 bis 6, insbesondere 1 bis 4 Kohlenstoffatomen. Beispielhaft seien gegebenenfalls durch Halogen, vorzugsweise Fluor, Chlor oder Brom substituiertes Methyl, Ethyl, n- und i.-Propyl, n-, i- und t.-Butyl, genannt, wobei Chlormethyl und Brommethyl besonders hervorgehoben sein sollen.

Als gegebenenfalls durch Halogen substituiertes Alkenyl R^1 bis R^8 steht geradkettiges oder verzweigtes Alkenyl mit vorzugsweise 2 bis 6, insbesondere 2 bis 4 Kohlenstoffatomen. Beispielhaft seien gegebenenfalls durch Halogen, vorzugsweise Fluor, Chlor oder Brom substituiertes Ethenyl, Propenyl-(1), Propenyl-(2) und Butenyl-(3) genannt.

Die gegebenenfalls durch Halogen (vorzugsweise Fluor, Chlor oder Brom) substituierten Alkoxyalkyl- und Alkylthioalkyl-Reste R^1 bis R^8 enthalten vorzugsweise 2 bis 8, insbesondere 2 bis 6 Kohlenstoffatome. Als Beispiele seien durch Halogen substituiertes Ethoxymethyl, Methoxymethyl, Methylthiomethyl, Methylthioethyl und Ethylthiomethyl genannt.

Zwei der Reste R^1 bis R^8 können gemeinsam mit dem bzw. den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind, 5- bis 7gliedrige Cycloalkyl oder Cycloalkenylringe bilden, welche zusätzlich durch eine Methylen- oder Ethylengruppe überbrückt sein können und welche weiterhin durch 1 oder 2, vorzugsweise 1 Alkylgruppe, vorzugsweise Methyl oder Ethyl substituiert sein können.

Die gegebenenfalls substituierten Reste R und R^1 bis R^8 können einen oder mehrere, vorzugsweise 1 bis 3, insbesondere 1 oder 2 gleiche oder verschiedene Substituenten tragen. Als Substituenten seien beispielhaft aufgeführt: Alkyl mit vorzugsweise 1 bis 4, insbesondere 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, wie Methyl, Ethyl, n- und i.-Propyl und n-, i- und t.-Butyl; Alkoxy mit vorzugsweise 1 bis 4, insbesondere 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, wie Methoxy, Ethoxy, n- und i.-Propoxy und n-, i- und t.-Butyloxy; Alkylthio mit vorzugsweise 1 bis 4, insbesondere 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, wie Methylthio, Ethylthio, n- und i.-Propylthio und n-, i- und t.-Butylthio; Halogenalkyl mit vorzugsweise 1 bis 4, insbesondere 1 oder 2 Kohlenstoffatomen und vorzugsweise 1 bis 5, insbesondere 1 bis 3 Halogenatomen, wobei die Halogenatome gleich oder verschieden sind und als Halogenatome, vorzugsweise Fluor, Chlor oder Brom, insbesondere Fluor stehen, wie Trifluormethyl; Halogen, vorzugsweise Fluor, Chlor, Brom und Jod, insbesondere Chlor und Brom; Cyano; Nitro; Carbamoyl; Alkylcarbonyl mit vorzugsweise 2 bis 5 Kohlenstoffatomen und Alkoxycarbonyl mit vorzugsweise 2 bis 5 Kohlenstoffatomen. Als Substituenten seien bevorzugt Halogen, insbesondere Chlor und Brom genannt.

Als gegebenenfalls substituiertes Alkyl Y steht vorzugsweise gegebenenfalls durch Halogen (Fluor, Chlor und/oder Brom, vorzugsweise Fluor) substituiertes Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, wobei Methyl und Trifluormethyl beispielhaft genannt seien.

Als gegebenenfalls substituiertes Aryl Y steht vorzugsweise gegebenenfalls durch Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituiertes Phenyl, wobei 4-Methylphenyl beispielhaft genannt sei.

Halogen bedeutet überall, wo nicht anders angegeben, Fluor, Chlor, Brom und Jod, vorzugsweise Fluor, Chlor und Brom, insbesondere Chlor und Brom.

Bevorzugt sind Verbindungen der allgemeinen Formel (I), in welcher

R für Amino, C_1 - C_6 -Alkylamino, Methyl-(C_1 - C_6 -alkyl)-amino oder für gegebenenfalls durch Halogen substituiertes C_1 - C_6 -Alkyl, C_1 - C_6 -Alkoxy oder C_1 - C_6 -Alkylthio steht,

R^1 bis R^8 gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, Halogen, NO_2 , C_1 - C_6 -Alkyl, welches durch Halogen substituiert sein kann, C_2 - C_8 -Alkenyl, Di-(C_1 - C_4 -alkyl)-amino, C_1 - C_4 -Alkoxy- C_1 - C_4 -alkyl, C_1 - C_4 -Alkylthio- C_1 - C_4 -Alkyl, Benzyl oder Phenyl stehen oder in welchen 2 der Reste R^1 bis R^8 gemeinsam mit dem oder den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind, einen C_5 - C_7 -Cycloalkyl- oder Cycloalkenyl-Ring bilden, welcher durch Methyl oder Ethyl substituiert sein kann und welcher durch eine Methylen- oder Ethylengruppe zu einem bicyclischen Ring überbrückt sein kann und

n für null oder eins steht.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der allgemeinen Formel (I), in welcher

R für C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_6 -Alkoxy, C_1 - C_4 -Alkylthio, C_1 - C_4 -Alkylamino oder Methyl-(C_1 - C_4 -alkyl)-amino steht,

R^1 bis R^8 gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, Nitro, gegebenenfalls durch Halogen substituiertes C_1 - C_4 -Alkyl oder für C_1 - C_4 -Alkylthio- C_1 - C_4 -alkyl stehen oder zwei der Reste R^1 bis R^8 gemeinsam mit dem bzw. den Kohlenstoffatomen, an welche sie gebunden sind, einen 5- oder 6gliedrigen Cycloalkyl- oder Cycloalkenylring bilden, der durch eine Methylen- oder Ethylen-Gruppe zu einem bicyclischen Ring überbrückt sein kann und

n für null oder eins steht.

Ganz besonders bevorzugt werden hierbei Verbindungen der allgemeinen Formel (I), in welcher

R für C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_6 -Alkoxy, C_1 - C_4 -Alkylamino oder Methyl-(C_1 - C_4 -alkyl)-amino steht,

R^1 bis R^8 gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff oder gegebenenfalls durch Chlor oder Brom substituiertes C_1 - C_4 -Alkyl stehen und

n für null oder eins steht.

Als ganz besonders bevorzugt werden die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) hervorgehoben, in welcher

R für Methyl, Ethyl, Methylamino, Dimethylamino oder Methoxy steht,

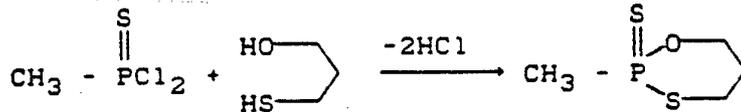
R^1 bis R^8 gleich oder verschieden sind und für Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder n- und i-Propyl stehen, und

n für null oder eins steht.

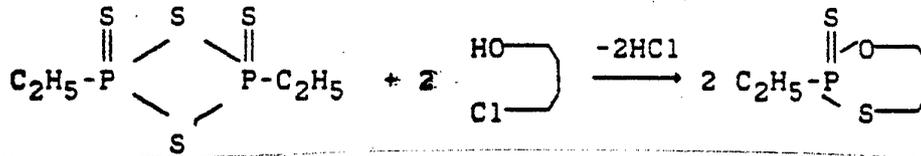
Die Verbindungen der Formel (I) enthalten ein oder mehrere Asymmetriezentren und können somit in Form von Diastereomeren oder Diastereomergemischen vorliegen.

Die Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) sind neu. Sie und das oben aufgeführte Verfahren zu ihrer Herstellung sind Bestandteil der vorliegenden Erfindung. Die bevorzugten Bedeutungen der Definitionen der Reste R^1 bis R^8 entsprechen den für die allgemeine Formel (I) angegebenen bevorzugten Bedeutungen.

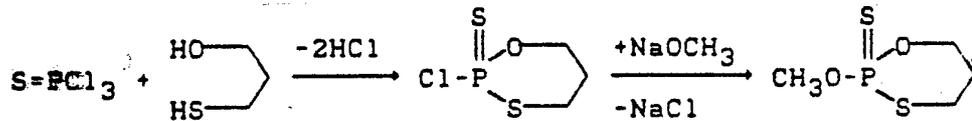
Verwendet man beispielsweise Methanthiophosphonsäuredichlorid und 3-Hydroxy-propylmercaptan als Ausgangsstoffe für die Verfahrensvariante (a), so kann die Reaktion dieser Verbindungen durch folgendes Formelschema skizziert werden:



Verwendet man als Ausgangsstoffe für die Verfahrensvariante (b) Ethanthiophosphonsäuredithioanhydrid und 4-Chlorbutanol-1, so kann die Reaktion dieser Verbindungen durch folgendes Formelschema skizziert werden:

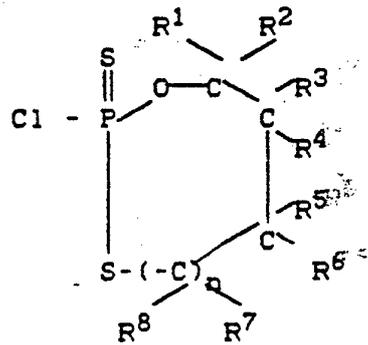


Verwendet man für die Verfahrensvariante (c) Thiophosphorsäuretrichlorid, 3-Hydroxypropyl-mercaptan und Natriummethanolat als Ausgangsstoffe, so kann die zweistufige Reaktion dieser Verbindungen durch folgendes Formelschema skizziert werden:



Die als Ausgangsstoffe benötigten Verbindungen der allgemeinen Formeln (II), (III), (IV), (V), (VI) und (VIII) sind allgemein bekannte Verbindungen der organischen Chemie oder können nach bekannten Verfahren und Methoden hergestellt werden. Die als Ausgangsstoffe benötigten Verbindungen der Formel (VII) sind neu. Die Herstellung geschieht, wie unter Verfahren (c) beschrieben (vergl. auch Herstellungsbeispiele).

Als Beispiele für die Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) seien genannt:



(VII)

1. n steht für null

R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶
H	H	H	H	H	H
CH ₃	H	H	H	H	H
H	H	CH ₃	H	H	H
H	H	H	H	CH ₃	H
C ₂ H ₅	H	H	H	H	H
H	H	C ₂ H ₅	H	H	H
H	H	H	H	C ₂ H ₅	H
n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H
H	H	n-C ₃ H ₇	H	H	H
H	H	H	H	n-C ₃ H ₇	H
i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H
H	H	i-C ₃ H ₇	H	H	H
H	H	H	H	i-C ₃ H ₇	H
t-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H
H	H	t-C ₄ H ₉	H	H	H
H	H	H	H	t-C ₄ H ₉	H
CH ₃	CH ₃	H	H	H	H
CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	H
CH ₃	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H
C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H
C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H

R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶
n-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	CH ₃	CH ₃	H	H
H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H
H	H	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H
H	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H
H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H
H	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H
H	H	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H
H	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H
H	H	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	H	H
CH ₃	H	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H
CH ₃	H	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃ H ₅
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H
H	H	H	H	CH ₃	CH ₃
H	H	H	H	CH ₃	CH ₃ H ₅
H	H	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇
H	H	H	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H
H	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H
H	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	H
H	H	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H

2. n steht für eins

R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸
H	H	H	H	H	H	H	H
CH ₃	H	H	H	H	H	H	H
H	H	CH ₃	H	H	H	H	H
H	H	H	H	CH ₃	H	H	H
C ₂ H ₅	H	H	H	H	H	H	H
H	H	C ₂ H ₅	H	H	H	H	H
H	H	H	H	C ₂ H ₅	H	H	H
n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H	H
H	H	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H
H	H	H	H	n-C ₃ H ₇	H	H	H
i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H	H
H	H	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H
H	H	H	H	i-C ₃ H ₇	H	H	H
t-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H	H	H
H	H	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H	H
H	H	H	H	t-C ₄ H ₉	H	H	H
CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	H	H
CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	H	H	H
CH ₃	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H
CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H	H	H
C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H

R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸
C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H
n-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	H	H
H	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H
H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	H
H	H	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H
H	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H	H	H
H	H	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H
CH ₃	H	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	H
CH ₃	H	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	H	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H	H
CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H
H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	H
H	H	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	H	H
H	H	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇	H	H
H	H	H	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H
H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃
H	H	H	H	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅
H	H	H	H	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇
H	H	H	H	H	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇
H	H	H	H	H	H	CH ₃	H
H	H	H	H	H	H	C ₂ H ₅	H
H	H	H	H	H	H	C ₃ H ₇	H
H	H	H	H	H	H	i-C ₃ H ₇	H
H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	H
H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	C ₂ H ₅	H
H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	C ₃ H ₇	H
H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	i-C ₃ H ₇	H

Als Verdünnungsmittel für die erfindungsgemäßen Verfahrensvarianten a), b) und c) sowie für die Herstellung der neuen Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) kommen praktisch alle inerten organischen Verdünnungsmittel in Frage. Hierzu gehören insbesondere aliphatische und aromatische, gegebenenfalls halogenierte Kohlenwasserstoffe, wie Pentan, Hexan, Heptan, Cyclohexan, Petrolether, Benzin, Ligroin, Benzol, Toluol, Xylol, Methylenchlorid, Ethylenchlorid, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Chlorbenzol und o-Dichlorbenzol, Ether, wie Diethyl- und Dibutylether, Glykoldimethylether und Diglykoldimethylether, Tetrahydrofuran und Dioxan, Ketone, wie Aceton, Methyl-ethyl-, Methylisopropyl- und Methylisobutylketon, Ester, wie Essigsäuremethylester und -ethylester, Nitrile, wie z. B. Acetonitril und Propionitril, Amide, wie z. B. Dimethylformamid, Dimethylacetamid und N-Methylpyrrolidon, sowie Dimethylsulfoxid, Tetramethylsulfon und Hexamethylphosphorsäuretriimid.

Die erfindungsgemäßen Verfahrensvarianten a), b) und c) (einschließlich Verfahren zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (VII)) werden im allgemeinen bei Temperaturen zwischen -50°C und 120°C durchgeführt. Bevorzugt wird der Bereich zwischen 0°C und 110°C. Die Umsetzungen werden im allgemeinen bei Normaldruck durchgeführt.

Die Verfahrensvarianten a), b) und c) einschließlich den Verfahren zur Herstellung der neuen Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) werden gegebenenfalls in Gegenwart von Säureakzeptoren durchgeführt. Als Säureakzeptoren können alle üblichen Säurebindemittel Verwendung finden. Besonders bewährt haben sich Alkalicarbonate und -alkoholate, wie Natrium- und Kaliumcarbonat, Natrium- und Kaliummethylat bzw. -ethylat, ferner aliphatische, aromatische oder heterocyclische Amine, beispielsweise Triethylamin, Trimethylamin, Dimethylanilin, Dimethylbenzylamin und Pyridin. Soweit bei der Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensvarianten keine Säuren entstehen, ist der Zusatz von Säureakzeptoren nicht erforderlich. Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensvariante a) setzt man vorzugsweise auf ein Mol (Di)Thiophosphor(n)-säuredichlorid (Formel II) 1 bis 1,6 Mol, insbesondere 1 bis 1,4 Mol, der Verbindungen der allgemeinen Formel (III) ein. Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensvariante b) setzt man vorzugsweise auf ein Mol Dithiophosphonsäureanhydrid der Formel (IV) 2 bis 3,2 Mol, insbesondere 2 bis 2,8 Mol, der Verbindungen der allgemeinen Formel (V) ein.

Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensvariante c) sowie zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) setzt man vorzugsweise auf ein Mol Thiophosphorsäuretrichlorid 1 bis 1,6 Mol, insbesondere 1 bis 1,4 Mol, der Verbindungen der allgemeinen Formel (III) ein. Auf ein Mol der Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) werden 1 bis 1,6 Mol, vorzugsweise 1 bis 1,4 Mol der Verbindungen der allgemeinen Formel (VIII) eingesetzt. Für den Fall, daß R für Amino, Alkylamino oder Methyl-alkylamino und M für Wasserstoff stehen, werden auf ein Mol der Verbindungen der allgemeinen Formel (VII) vorzugsweise 2 bis 3,2, insbesondere 2 bis 2,8 Mol der Verbindungen der allgemeinen Formel (VIII) verwendet.

Die Aufarbeitung erfolgt nach üblichen Methoden, beispielsweise durch Extraktion der Produkte mit Toluol oder Methylenchlorid aus der mit Wasser verdünnten Reaktionsmischung, Waschen der organischen Phase mit Wasser, Trocknen und Destillieren oder sogenanntes „Andestillieren“, d. h. längeres Erhitzen unter vermindertem Druck auf mäßig erhöhte Temperaturen, um sie von den letzten flüchtigen Bestandteilen zu befreien, oder durch chromatographische Reinigung über Kieselgel. Zur Charakterisierung der Verbindungen dienen Brechungsindex, Schmelzpunkt, R_f -Wert, Siedepunkt oder die ^{31}P -NMR-chemische Verschiebung.

Die Wirkstoffe eignen sich bei guter Pflanzenverträglichkeit und günstiger Warmblüttoxizität zur Bekämpfung von tierischen Schädlingen, vorzugsweise Arthropoden, insbesondere Insekten, Spinnentieren und Nematoden, die in der Landwirtschaft, in Forsten, im Vorrats- und Materialschutz sowie auf dem Hygienesektor vorkommen. Sie sind gegen normal sensible und resistente Arten sowie gegen alle oder einzelne Entwicklungsstadien wirksam. Zu den oben erwähnten Schädlingen gehören:

Aus der Ordnung der Isopoda z. B. *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*.

Aus der Ordnung der Diplopoda z. B. *Blaniulus guttulatus*.

Aus der Ordnung der Chilopoda z. B. *Geophilus carpophagus*, *Scutigera spec.*

Aus der Ordnung der Symphyla z. B. *Scutigera immaculata*.

Aus der Ordnung der Thysanura z. B. *Lepisma saccharina*.

Aus der Ordnung der Collembola z. B. *Onychiurus armatus*.

Aus der Ordnung der Orthoptera z. B. *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domestica*, *Gryllotalpa spp.*, *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.

Aus der Ordnung der Dermaptera z. B. *Forficula auricularia*.

Aus der Ordnung der Isoptera z. B. *Reticulitermes spp.*

Aus der Ordnung der Anoplura z. B. *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spp.*, *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus spp.*, *Linognathus spp.*

Aus der Ordnung der Mallophaga z. B. *Trichodectes spp.*, *Damalinea spp.*

Aus der Ordnung der Thysanoptera z. B. *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.

Aus der Ordnung der Heteroptera z. B. *Eurygaster spp.*, *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma spp.*

Aus der Ordnung der Homoptera z. B. *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avanae*, *Myzus spp.*, *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca spp.*, *Euscelis bilobatus*, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Niaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus spp.*, *Psylla spp.*

Aus der Ordnung der Lepidoptera z. B. *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chryorrhoea*, *Lymantria spp.*, *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis spp.*, *Euxoa spp.*, *Feltia spp.*, *Earias insulana*, *Heliothis spp.*, *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera spp.*, *Trichoplusia ni*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris spp.*, *Chilo spp.*, *Pyrausta nubilalis*, *Ephesia kühniella*, *Galleria mellonella*, *Tineola bisselliella*, *Tinea pellionella*, *Hofmannophila pseudospretella*, *Cacoecia podana*, *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*.

Aus der Ordnung der Coleoptera z. B. *Anobium punctatum*, *Rhizophthera dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica spp.*, *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria spp.*, *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus spp.*, *Sitophilus spp.*, *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus assimilis*, *Hypera postica*, *Dermestes spp.*, *Trogoderma spp.*, *Anthrenus spp.*, *Attagenus spp.*, *Lyctus spp.*, *Meligethes aeneus*, *Ptinus spp.*, *Niptus holloecus*, *Gibbium psyllioides*, *Tribolium spp.*, *Tenebrio molitor*, *Agriotes spp.*, *Conoderus spp.*, *Melolontha melolontha*, *Amphimallon solstitialis*, *Costelytra zealandica*.

Aus der Ordnung der Hymenoptera z. B. *Diprion spp.*, *Hoplocampa spp.*, *Lasius spp.*, *Monomorium pharaonis*, *Vespa spp.*

Aus der Ordnung der Diptera z. B. *Aedes spp.*, *Anopheles spp.*, *Culex spp.*, *Drosophila melanogaster*, *Musca spp.*, *Fannia spp.*, *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia spp.*, *Chrysomyia spp.*, *Cuterebra spp.*, *Gastrophilus spp.*, *Hyppobosca spp.*, *Stomoxys spp.*, *Oestrus spp.*, *Hypoderma spp.*, *Tabanus spp.*, *Tannia spp.*, *Bibio hortulanus*, *Oscinella frit*, *Phorbia spp.*, *Pegomyia hyoscyami*, *Ceratitis capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*.

Aus der Ordnung der Siphonaptera z. B. *Xenopsylla cheopis*, *Ceratophyllus spp.*

Aus der Ordnung der Arachnida z. B. *Scorpio maurus*, *Latrodectus mactans*.

Aus der Ordnung der Acarina z. B. *Acarus siro*, *Argas* spp., *Ornithodoros* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptura oleivora*, *Boophilus* spp., *Rhipicephalus* spp., *Amblyomma* spp., *Hyalomma* spp., *Ixodes* spp., *Psoroptes* spp., *Chorioptes* spp., *Sarcoptes* spp., *Tarsonemus* spp., *Bryobia praetiosa*, *Panonychus* spp., *Tetranychus* spp.

Zu den pflanzenparasitären Nematoden gehören *Pratylenchus* spp., *Radopholus similis*, *Ditylenchus dipsaci*, *Tylenchulus semipenetrans*, *Heterodera* spp., *Meloidogyne* spp., *Aphelenchoides* spp., *Longidorus* spp., *Xiphinema* spp., *Trichodorus* spp.

Die Wirkstoffe können in die üblichen Formulierungen übergeführt werden, wie Lösungen, Emulsionen, Suspensionen, Pulver, Schäume, Pasten, Granulate, Aerosole, Wirkstoff-imprägnierte Natur- und synthetische Stoffe, Feinstverkapselungen in polymeren Stoffen und in Hüllmassen für Saatgut, ferner in Formulierungen mit Brennsätzen, wie Räucherpatronen, -dosen, -spiralen u. ä., sowie ULV-Kalt- und Warmnebel-Formulierungen.

Diese Formulierungen werden in bekannter Weise hergestellt, z. B. durch Vermischen der Wirkstoffe mit Streckmitteln, also flüssigen Lösungsmitteln, unter Druck stehenden verflüssigten Gasen und/oder festen Trägerstoffen, gegebenenfalls unter Verwendung von oberflächenaktiven Mitteln, also Emulgiermitteln und/oder Dispergiermitteln und/oder schaumerzeugenden Mitteln. Im Falle der Benutzung von Wasser als Streckmittel können z. B. auch organische Lösungsmittel als Hilfslösungsmittel verwendet werden. Als flüssige Lösungsmittel kommen im wesentlichen in Frage: Aromaten, wie Xylol, Toluol, oder Alkyl-naphthaline, chlorierte Aromaten oder chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Chlorbenzole, Chlorethylene oder Methylenchlorid, aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Cyclohexan oder Paraffine, z. B. Erdölfractionen, Alkohole, wie Butanol oder Glycol sowie deren Ether und Ester, Ketone, wie Aceton, Methylethylketon, Methylisobutylketon oder Cyclohexanon, stark polare Lösungsmittel, wie Dimethylformamid und Dimethylsulfoxid, sowie Wasser; mit verflüssigten gasförmigen Streckmitteln oder Trägerstoffen sind solche Flüssigkeiten gemeint, welche bei normaler Temperatur und unter Normaldruck gasförmig sind, z. B. Aerosol-Treibgase, wie Halogenkohlenwasserstoffe sowie Butan, Propan, Stickstoff und Kohlendioxid; als feste Trägerstoffe kommen in Frage: z. B. natürliche Gesteinsmehle, wie Kaoline, Tonerden, Talkum, Kreide, Quarz, Attapulgit, Montmorillonit oder Diatomeenerde und synthetische Gesteinsmehle, wie hochdisperse Kieselsäure, Aluminiumoxid und Silikate; als feste Trägerstoffe für Granulate kommen in Frage: z. B. gebrochene und fraktionierte natürliche Gesteine wie Calcit, Marmor, Bims, Sepiolith, Dolomit sowie synthetische Granulate aus anorganischen und organischen Mehlen sowie Granulate aus organischem Material wie Sägemehl, Kokosnußschalen, Maiskolben und Tabakstengel; als Emulgier- und/oder schaumerzeugende Mittel kommen in Frage: z. B. nichtionogene und anionische Emulgatoren, wie Polyoxyethylen-Fettsäure-Ester, Polyoxyethylen-Fettalkohol-Ether, z. B. Alkylaryl-polyglykol-Ether, Alkylsulfonate, Alkylsulfate, Arylsulfonate sowie Eiweißhydrolysate; als Dispergiermittel kommen in Frage: z. B. Lignin-Sulfitablaugen und Methylcellulose.

Es können in den Formulierungen Haftmittel wie Carboxymethylcellulose, natürliche und synthetische pulverige, körnige oder latexförmige Polymere verwendet werden, wie Gummiarabicum, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat, sowie natürliche Phospholipide, wie Kephaline und Lecithine, und synthetische Phospholipide. Weitere Additive können mineralische und vegetabile Öle sein.

Es können Farbstoffe wie anorganische Pigmente, z. B. Eisenoxid, Titanoxid, Ferrocyanblau und organische Farbstoffe, wie Alizarin-, Azo- und Metallphthalocyaninfarbstoffe und Spurennährstoffe wie Salze von Eisen, Mangan, Bor, Kupfer, Kobalt, Molybdän und Zink verwendet werden.

Die Formulierungen enthalten im allgemeinen zwischen 0,1 und 95 Gew.-% Wirkstoff, vorzugsweise zwischen 0,5 und 90%. Die erfindungsgemäßen Wirkstoffe können in ihren handelsüblichen Formulierungen sowie in den aus diesen Formulierungen bereiteten Anwendungsformen in Mischung mit anderen Wirkstoffen, wie Insektiziden, Lockstoffen, Sterilantien, Akariziden, Nematiziden, Fungiziden, wachstumsregulierenden Stoffen oder Herbiziden vorliegen. Zu den Insektiziden zählen beispielsweise Phosphorsäureester, Carbamate, Carbonsäureester, chlorierte Kohlenwasserstoffe, Phenylharnstoffe, durch Mikroorganismen hergestellte Stoffe u. a.

Die erfindungsgemäßen Wirkstoffe können ferner in ihren handelsüblichen Formulierungen sowie in den aus diesen Formulierungen bereiteten Anwendungsformen in Mischung mit Synergisten vorliegen. Synergisten sind Verbindungen, durch die die Wirkung der Wirkstoffe gesteigert wird, ohne daß der zugesetzte Synergist selbst aktiv wirksam sein muß.

Der Wirkstoffgehalt der aus den handelsüblichen Formulierungen bereiteten Anwendungsformen kann in weiten Bereichen variieren. Die Wirkstoffkonzentration der Anwendungsformen kann von 0,0000001 bis zu 95 Gew.-% Wirkstoff, vorzugsweise zwischen 0,0001 und 1 Gew.-%, liegen.

Die Anwendung geschieht in einer den Anwendungsformen angepaßten üblichen Weise.

Bei der Anwendung gegen Hygiene- und Vorratsschädlinge zeichnen sich die Wirkstoffe durch eine hervorragende Residualwirkung auf Holz und Ton sowie durch eine gute Alkalistabilität auf gekalkten Unterlagen aus.

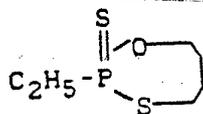
Die erfindungsgemäßen Wirkstoffe eignen sich auch zur Bekämpfung von unerwünschten Schädlingen, wie Insekten, Zwecken und Milben auf dem Gebiet der Tierhaltung und Viehzucht, wobei durch die Bekämpfung der Schädlinge bessere Ergebnisse, z. B. höhere Milchleistungen, höheres Gewicht, schöneres Tierfell, längere Lebensdauer usw. erreicht werden können.

Die Anwendung der erfindungsgemäßen Wirkstoffe geschieht auf diesen Gebieten in bekannter Weise, wie durch äußerliche Anwendung in Form beispielsweise des Tauchens (Dippen), Sprühens (Sprayen) und Aufgießens (pour-on and spot-on).

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Stoffe soll anhand der folgenden Beispiele näher erläutert werden.

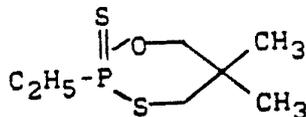
Ausführungsbeispiele

Beispiel 1



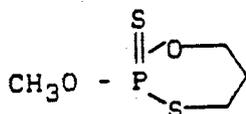
16,3 g (0,1 mol) Ethanthiophosphonsäuredichlorid werden in 1 l Toluol vorgelegt und langsam bei 20°C eine Mischung von 11 g (0,1 mol) 3-Mercaptobutanol-1 und 22 g (0,22 mol) Triethylamin in 100 ml Tetrahydrofuran zugetropft. Man erwärmt 2 Tage auf 80°C und gibt dann 200 ml Toluol und 200 ml Wasser zur Reaktionsmischung. Die organische Phase wird abgetrennt, mit Wasser gewaschen, getrocknet und zunächst im Wasserstrahlvakuum, dann im Hochvakuum das Lösungsmittel abdestilliert. Man erhält 11,5 g (59% der Theorie) 2-Ethyl-1,3,2-oxathiaphosphoran-2-sulfid mit einem Brechungsindex $n_D^{20} = 1,5761$.

Beispiel 2



6,2 g (0,025 mol) Ethanthiophosphonsäuredithioanhydrid werden in 50 ml Toluol suspendiert und bei 50°C eine Lösung von 6,1 g (0,05 mol) 3-Chlor-2,2-dimethylpropanol in 20 ml Toluol zugetropft. Man rührt 2 h bei 20°C und tropft dann 5,6 g (0,055 mol) Triethylamin zum Reaktionsgemisch. Anschließend wird 2 Tage unter Rückfluß erhitzt, die Mischung nach Abkühlen mit 20 ml 2 n Natronlauge versetzt, die organische Phase mit Wasser neutral gewaschen, getrocknet und erst unter Wasserstrahlvakuum, dann im Hochvakuum das Lösungsmittel abdestilliert. Man erhält 5,3 g (50% der Theorie) 2-Ethyl-5,5-dimethyl-1,3,2-oxathiaphosphorinan-2-sulfid mit einem Schmelzpunkt von 77 bis 79°C.

Beispiel 3



17 g (0,1 mol) Thiophosphorsäuretrichlorid werden in 1 l Toluol vorgelegt und bei 0°C innerhalb von 2 h eine Lösung von 24 h (0,24 mol) Triethylamin und 9,3 g (0,1 mol) 3-Mercaptopropanol in 200 ml Tetrahydrofuran zugetropft. Man erwärmt auf 20°C und rührt 1 Tag bei dieser Temperatur. Anschließend wird die Reaktionsmischung mit Eiswasser extrahiert, die organische Phase getrocknet und im Wasserstrahlvakuum das Lösungsmittel abdestilliert. Zur weiteren Reinigung des Rohproduktes wird mit 3 l Laufmittel (Cyclohexan:Aceton [Volumenteile] = 10:1) über ca. 500 g Kieselgel filtriert. Man erhält 4,2 g nach Abdestillieren des Lösungsmittels 2-Chlor-1,3,2-oxathiaphosphorinan-2-sulfid mit dem Brechungsindex $n_D^{20} = 1,6178$.

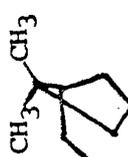
3,8 g (0,02 mol) dieses Chlorids werden in 50 ml Tetrahydrofuran gelöst und bei 0 bis 10°C mit einer Lösung von 1,1 g Natriummethanolat in 30 ml Methanol versetzt. Man rührt 10 Minuten, destilliert das Lösungsmittel im Wasserstrahlvakuum ab, nimmt mit Methylenchlorid auf, wäscht mit gesättigter Natriumchloridlösung, trocknet und filtriert über 300 g Kieselgel (3 l CH_2Cl_2 -Lösung). Nach Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man 2,6 g 2-Methoxy-1,3,2-oxathiaphosphorinan-2-sulfid mit einem Brechungsindex $n_D^{20} = 1,5744$.

Analog den Beispielen 1 bis 3 werden erhalten:

Beispiel Nr.	R	n	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	phys. Daten (n _D ²⁰)
4	n-C ₃ H ₇	1	H	H	H	H	H	H	H	H	1,570
5	i-C ₃ H ₇	1	H	H	H	H	H	H	H	H	1,5570
6	C ₂ H ₅	1	CH ₃	H	H	H	H	H	H	H	1,5369
7	C ₂ H ₅	0	H	H	CH ₃	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	1,5327
8	C ₂ H ₅	0	H	H	n-C ₃ H ₇	CH ₃	H	H	H	H	1,5794
9	n-C ₃ H ₇	0	H	H	H	H	H	H	H	H	1,6305
10	ClCH ₂	0	H	H	H	H	H	H	H	H	Fp. 51-53°C
11	CH ₃	0	H	H	H	H	H	H	H	H	1,482
12	CH ₃ NH	0	H	H	H	H	H	H	H	H	1,5809
13	(CH ₃) ₂ N	0	H	H	H	H	H	H	H	H	1,562
14	C ₂ H ₅	0	H	H	H	H	H	CH ₃	H	H	
15*	C ₂ H ₅	0	H	H	CH ₃	(Isomer I)	H	H	H	H	1,5332
16	CH ₃	0	H	H	H	n-C ₃ H ₇	H	CH ₃	H	H	Fp. 70-72°C
17	C ₂ H ₅	0	H	H	H	(Isomer I)	H	H	H	H	1,5908
18	CH ₃	1	H	H	H	H	H	H	H	H	1,5932
19	CH ₃	0	H	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	Fp. 66-68°C
20	C ₂ H ₅	0	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	H	1,554
21*	C ₂ H ₅	0	H	H		H	H	H	H	H	1,5726
22	C ₂ H ₅	0	H	H	(Isomer I)	n-C ₃ H ₇	H	H	H	H	1,553
23	CH ₃	0	H	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	Fp. 99-100°C
24	C ₂ H ₅	0	H	i-C ₃ H ₇	(Isomer I)	(Isomer I)	H	H	H	H	
25	C ₂ H ₅	0	H	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	1,5405
26	CH ₃	0	H	i-C ₃ H ₇	(Isomer II)	(Isomer II)	H	H	H	H	Fp. 114-116°C
27	CH ₃	0	H	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	H	H	H	H	1,5375
28	CH ₃	0	H	i-C ₃ H ₇	(Isomer I)	(Isomer I)	H	H	H	H	
	CH ₃	0	H	n-C ₃ H ₇	(Isomer II)	(Isomer II)	H	H	H	H	1,542

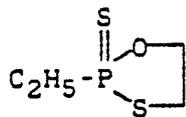
* Isomerengemisch

Analog den Beispielen 1 bis 3 werden erhalten:

Beispiel Nr.	R	n	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	phys. Daten (n _D ²⁰)
29	CH ₃	0	H	n-C ₃ H ₇	H (Isomer II)	C ₂ H ₅	H	H			1,5505
30	C ₂ H ₅	0	H	n-C ₃ H ₇	H (Isomer I)	C ₂ H ₅	H	H			1,540
31	C ₂ H ₅	0	H	n-C ₃ H ₇	H (Isomer II)	C ₂ H ₅	H	H			1,5415
32	CH ₃	0	H	H	i-C ₃ H ₇	H	H	H			1,5656
33	CH ₃	0	H	H	-CH ₂ CH ₂ CH=CHCH ₂ -		H	H			Fp. 82-83 °C
34	CH ₃	0	H	H	-(CH ₂) ₅ -		H	H			Fp. 72-75 °C
35	CH ₃	0	H	H	H	-(CH ₂) ₄ -		H			Fp. 66-68 °C
36	CH ₃	0	H	H	(Isomer I) -CH ₂ CH ₂ CH=CHCH ₂ - CH ₃		H	H			Fp. 119-122 °C
37	CH ₃	0	H	H	C ₂ H ₅	n-C ₄ H ₉	H	H			1,542
38	CH ₃	1	H	CH ₃	H	H	H	H	H	H	1,568
39	CH ₃	0	H				H				Fp. 138-142 °C
40*	CH ₃	0	H	-CH(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	H	H	CH ₃	CH ₃			1,558
41	C ₂ H ₅	0	H	-CH(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	H	H	CH ₃	CH ₃			1,557
42	C ₂ H ₅	0	H	-CH(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	(Isomer I)	H	CH ₃	CH ₃			1,5575
43	CH ₃	0	H	CH ₃	(Isomer II)	H	H	H			1,579
44	CH ₃ NH	0	H	H	H	H	CH ₃	H			Fp. 64-65 °C
45	C ₂ H ₅	0	H	H	H	H	CH ₃	H			1,572
46	CH ₃	0	H	H	(Isomer II)	H	n-C ₃ H ₇	H			1,561
47	CH ₃	0	H	H	(Isomer I)	H	n-C ₃ H ₇	H			1,5565
48*	CH ₃	0	H	H	(Isomer II)	-CH ₂ -CH-CH=CH-CH- CH ₂	H	H			1,589
49	C ₂ H ₅	0	H	H	H (Isomer I)	H	n-C ₃ H ₇	H			1,5465

* Isomerengemisch

Die biologische Wirksamkeit der neuen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) soll anhand der folgenden Beispiele erläutert werden. Bei einigen Tests wurde die aus der DE-PS 1 104 520 bekannte Verbindung der Formel



(A)

eingesetzt.

Beispiel ALD₁₀₀-Test

Testtiere: Leucophaea maderae
 Zahl der Testtiere: 5
 Lösungsmittel: Aceton

2 Gewichtsteile Wirkstoff werden in 1000 Volumenteilen Lösungsmittel aufgenommen. Die so erhaltene Lösung wird mit weiterem Lösungsmittel auf die gewünschten Konzentrationen verdünnt.

2,5 ml Wirkstofflösung werden in eine Petrischale pipettiert. Auf dem Boden der Petrischale befindet sich ein Filterpapier mit einem Durchmesser von etwa 9,5 cm. Die Petrischale bleibt so lange offen stehen, bis das Lösungsmittel vollständig verdunstet ist. Je nach Konzentration der Wirkstofflösung ist die Menge Wirkstoff pro m_v Filterpapier verschieden hoch. Anschließend gibt man die angegebene Anzahl der Testtiere in die Petrischale und bedeckt sie mit einem Glasdeckel.

Der Zustand der Testtiere wird 3 Tage nach Ansetzen der Versuche kontrolliert. Bestimmt wird die Abtötung in %. Dabei bedeutet 100%, daß alle Testtiere abgetötet wurden; 0% bedeutet, daß keine Testtiere abgetötet wurden.

Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Wirkstoffkonzentration von 0,2% die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 2 und 3 eine Abtötung von 100%.

Beispiel B

Grenzkonzentrations-Test/Bodeninsekten

Testinsekt: Phorbia antiqua-Maden (im Boden)
 Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
 Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykolether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit dem Boden vermischt. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffgewichtsmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm (= mg/l) angegeben wird. Man füllt den Boden in Töpfe und läßt diese bei Raumtemperatur stehen.

Nach 24 Stunden werden die Testtiere in den behandelten Boden gegeben und nach weiteren 2 bis 7 Tagen wird der Wirkungsgrad des Wirkstoffs durch Auszählen der toten und lebenden Testinsekten in % bestimmt. Der Wirkungsgrad ist 100%, wenn alle Testinsekten abgetötet worden sind, er ist 0%, wenn noch genau so viele Testinsekten leben wie bei der unbehandelten Kontrolle.

Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 15 und 17 eine Abtötung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergaben.

Beispiel C

Grenzkonzentrations-Test/Bodeninsekten

Testinsekt: Diabrotica balteata-Larven (im Boden)
 Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
 Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykolether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit dem Boden vermischt. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffgewichtsmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm (= mg/l) angegeben wird. Man füllt den Boden in Töpfe und läßt diese bei Raumtemperatur stehen.

Nach 24 Stunden werden die Testtiere in den behandelten Boden gegeben und nach weiteren 2 bis 7 Tagen wird der Wirkungsgrad des Wirkstoffs durch Auszählen der toten und lebenden Testinsekten in % bestimmt. Der Wirkungsgrad ist 100%, wenn alle Testinsekten abgetötet worden sind, er ist 0%, wenn noch genau so viele Testinsekten leben wie bei der unbehandelten Kontrolle.

Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 15 und 17 eine Abtötung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergab.

Beispiel D

LD₁₀₀-Test für Dipteren

Testtiere: Musca domestica
Zahl der Testtiere: 25
Lösungsmittel: Aceton

2 Gewichtsteile Wirkstoff werden in 1000 Volumenteilen Lösungsmittel aufgenommen. Die so erhaltene Lösung wird mit weiterem Lösungsmittel auf die gewünschten Konzentrationen verdünnt.

2,5 ml Wirkstofflösung werden in eine Petrischale pipettiert. Auf dem Boden der Petrischale befindet sich ein Filterpapier mit einem Durchmesser von etwa 9,5 cm. Die Petrischale bleibt so lange offen stehen, bis das Lösungsmittel vollständig verdunstet ist. Je nach Konzentration der Wirkstofflösung ist die Menge Wirkstoff pro m² Filterpapier verschieden hoch. Anschließend gibt man die angegebene Anzahl der Testtiere in die Petrischale und bedeckt sie mit einem Glasdeckel.

Der Zustand der Testtiere wird laufend kontrolliert. Es wird diejenige Zeit ermittelt, welche für einen 100%igen knock down-Effekt (LT₁₀₀) notwendig ist.

Bei diesem Test wurde bei einer beispielhaften Wirkstoffkonzentration von 0,002% mit den Verbindungen aus den Herstellungsbeispielen 1, 3, 4, 6, 9, 11, 14, 15 und 16 der LT₁₀₀ nach spätestens 260 Minuten erreicht, während bei der Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration die LT₁₀₀ nach 360' nicht erreicht wurde (0%).

Beispiel EB

Test mit Lucilia cuprina resistant-Larven

Emulgator: 35 Gewichtsteile Ethylenglykolmonomethylether
35 Gewichtsteile Nonylphenolpolyglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man drei Gewichtsteile Wirkstoff mit sieben Gewichtsteilen des oben angegebenen Gemisches und verdünnt das so erhaltene Konzentrat mit Wasser auf die jeweils gewünschte Konzentration.

Etwa 20 Lucilia cuprina res.-Larven werden in ein Teströhrchen gebracht, welches ca. 1 cm³ Pferdefleisch und 0,5 ml der Wirkstoffzubereitung enthält. Nach 24 Stunden wird der Abtötungsgrad bestimmt.

Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Wirkstoffkonzentration von 300 ppm die Verbindungen aus den Herstellungsbeispielen 1, 4, 11, 15 und 17 einen Abtötungsgrad von 100%.

Beispiel F

LD₁₀₀-Test

Testtiere: Sitophilus granarius
Zahl der Testtiere: 25
Lösungsmittel: Aceton

2 Gewichtsteile Wirkstoff werden in 1000 Volumenteilen Lösungsmittel aufgenommen. Die so erhaltene Lösung wird mit weiterem Lösungsmittel auf die gewünschten Konzentrationen verdünnt.

2,5 ml Wirkstofflösung werden in eine Petrischale pipettiert. Auf dem Boden der Petrischale befindet sich ein Filterpapier mit einem Durchmesser von etwa 9,5 cm. Die Petrischale bleibt so lange offen stehen, bis das Lösungsmittel vollständig verdunstet ist. Je nach Konzentration der Wirkstofflösung ist die Menge Wirkstoff pro m² Filterpapier verschieden hoch. Anschließend gibt man die angegebene Anzahl der Testtiere in die Petrischale und bedeckt sie mit einem Glasdeckel.

Der Zustand der Testtiere wird 3 Tage nach Ansetzen der Versuche kontrolliert. Bestimmt wird die Abtötung in %. Dabei bedeutet 100%, daß alle Testtiere abgetötet wurden; 0% bedeutet, daß keine Testtiere abgetötet wurden.

Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Konzentration von 0,02 die Verbindungsbeispiele 4, 14, 15 und 16 eine Abtötung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration nur eine Abtötung von 60% ergab.

Beispiel G

Laphygma-Test

Lösungsmittel: 7 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel und der angegebenen Menge Emulgator und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Kohlblätter (*Brassica oleracea*) werden durch Tauchen in die Wirkstoffzubereitung der gewünschten Konzentration behandelt und mit Raupen des Eulenfalters (*Laphygma frugiperda*) besetzt, solange die Blätter noch feucht sind.

Nach der gewünschten Zeit wird die Abtötung in % bestimmt. Dabei bedeutet 100%, daß alle Raupen abgetötet wurden; 0% bedeutet, daß keine Raupen abgetötet wurden.

Bei diesem Test zeigten z. B. die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 3, 4, 7, 11, 12, 14 und 15 bei einer Wirkstoffkonzentration von 0,01% eine Abtötung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergab.

Beispiel H

Doralis-Test (systemische Wirkung)

Lösungsmittel: 7 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel und der angegebenen Menge Emulgator und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Mit je 20 ml Wirkstoffzubereitung der gewünschten Konzentration werden Bohnenpflanzen (*Vicia faba*), die stark von der schwarzen Bohnenlaus (*Doralis fabae*) befallen sind, angegossen, so daß die Wirkstoffzubereitung in den Boden eindringt, ohne den Sproß zu benetzen. Der Wirkstoff wird von den Wurzeln aufgenommen und in den Sproß weitergeleitet.

Nach der gewünschten Zeit wird die Abtötung in % bestimmt. Dabei bedeutet 100%, daß alle Blattläuse abgetötet wurden; 0% bedeutet, daß keine Blattläuse abgetötet wurden.

Bei diesem Test zeigten z. B. die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 3, 11, 12 und 17 bei einer Wirkstoffkonzentration von 0,01% eine Abtötung von 10%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergab.

Beispiel I

Grenzkonzentrations-Test/Wurzelsystemische Wirkung

Testinsekt: *Phaedon cochleariae*
Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit Boden vermischt. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffgewichtsmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm (= mg/l) angegeben wird. Man füllt den behandelten Boden in Töpfe und bepflanzt diese mit Kohl (*Brassica oleracea*). Der Wirkstoff kann so von den Pflanzenwurzeln aus dem Boden aufgenommen und in die Blätter transportiert werden.

Für den Nachweis des wurzelsystemischen Effektes werden nach 7 Tagen ausschließlich die Blätter mit den obengenannten Testtieren besetzt. Nach weiteren 2 Tagen erfolgt die Auswertung durch Zählen oder Schätzen der toten Tiere. Aus den Abtötungszahlen wird die wurzelsystemische Wirkung des Wirkstoffs abgeleitet. Sie ist 100%, wenn alle Testtiere abgetötet sind und 0%, wenn noch genau so viele Testtiere leben wie bei der unbehandelten Kontrolle.

Bei diesem Test zeigten z. B. die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 12 und 17 bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm eine Wirkung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergab.

Beispiel J

Grenzkonzentrations-Test/Wurzelsystemische Wirkung

Testinsekt: *Myzus persicae*
Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit Boden vermischt. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffgewichtsmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm (= mg/l) angegeben wird. Man füllt den behandelten Boden in Töpfe und bepflanzt diese mit Kohl (*Brassica oleracea*). Der Wirkstoff kann so von den Pflanzenwurzeln aus dem Boden aufgenommen und in die Blätter transportiert werden.

Für den Nachweis des wurzelsystemischen Effektes werden nach 7 Tagen ausschließlich die Blätter mit den obengenannten Testtieren besetzt. Nach weiteren 2 Tagen erfolgt die Auswertung durch Zählen oder Schätzen der toten Tiere. Aus den Abtötungszahlen wird die wurzelsystemische Wirkung des Wirkstoffs abgeleitet. Sie ist 100%, wenn alle Testtiere abgetötet sind und 0%, wenn noch genau so viele Testinsekten leben wie bei der unbehandelten Kontrolle.

Bei diesem Test zeigten z. B. die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 9, 12, 13 und 17 bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm eine Abtötung von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration keine Abtötung (0%) ergab.

Beispiel K

Grenzkonzentrations-Test/Nematoden

Testnematode: Meloidogyne incognita
Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit Boden vermischt, der mit den Testnematoden stark verseucht ist. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm angegeben wird. Man füllt den behandelten Boden in Töpfe, sät Salat ein und hält die Töpfe bei einer Gewächshaus-Temperatur von 27°C.

Nach vier Wochen werden die Salatwurzeln auf Nematodenbefall (Wurzelgallen) untersucht und der Wirkungsgrad des Wirkstoffs in % bestimmt. Der Wirkungsgrad ist 100%, wenn der Befall vollständig vermieden wird, er ist 0%, wenn der Befall genau so hoch ist wie bei den Kontrollpflanzen in unbehandeltem, aber in gleicher Weise verseuchtem Boden. Bei diesem Test zeigten z. B. bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1, 4, 6, 7, 8, 9, 15 und 17 einen Wirkungsgrad von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration einen Wirkungsgrad von 0% ergab.

Beispiel L

Grenzkonzentrations-Test/Nematoden

Testnematode: Globodera rostochiensis
Lösungsmittel: 3 Gewichtsteile Aceton
Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykoether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Die Wirkstoffzubereitung wird innig mit Boden vermischt, der mit den Testnematoden stark verseucht ist. Dabei spielt die Konzentration des Wirkstoffs in der Zubereitung praktisch keine Rolle, entscheidend ist allein die Wirkstoffmenge pro Volumeneinheit Boden, welche in ppm angegeben wird. Man füllt den behandelten Boden in Töpfe, pflanzt Kartoffeln ein und hält die Töpfe bei einer Gewächshaus-Temperatur von 18°C.

Nach sechs Wochen werden die Kartoffelwurzeln auf Zysten untersucht und der Wirkungsgrad des Wirkstoffs in % bestimmt. Der Wirkungsgrad ist 100%, wenn der Befall vollständig vermieden wird, er ist 0%, wenn der Befall genau so hoch ist wie bei den Kontrollpflanzen in unbehandeltem, aber in gleicher Weise verseuchtem Boden. Bei diesem Test zeigten z. B. die Verbindungen der Herstellungsbeispiele 1 und 17 bei einer Wirkstoffkonzentration von 20 ppm einen Wirkungsgrad von 100%, während die Vergleichsverbindung (A) bei der gleichen Konzentration einen Wirkungsgrad von 0% ergab.