DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Ausschließungspatent

(19) DD (11) 264 839 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) A 01 N 33/90
A 01 N 41/06
A 01 N 43/10

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

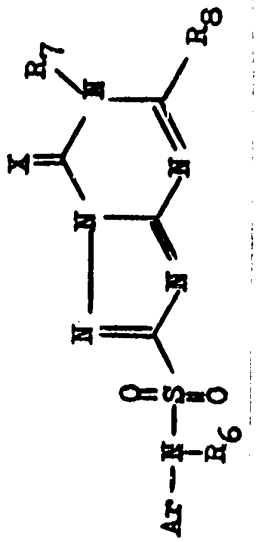
(21)	AP A 01 N / 310 561 2	(22)	16.12.87	(44)	15.02.89
(31)	P3644343.3	(32)	19.12.86	(33)	DE

(71) siehe (73)
(72) Krüger, Martin, Dr., Person mit ständigem Wohnsitz in Berlin (West); Westermann, Jürgen, Dr., Person mit ständigem Wohnsitz in Berlin (West); Arndt, Friedrich, Dr., Person mit ständigem Wohnsitz in Berlin (West); Kötter, Clemens, Dr., Person mit ständigem Wohnsitz in Berlin (West); Rees, Richard, Dr., GB
(73) Schering AG, 1000 Berlin (West) 65, Müllerstraße 170–178, WB
(74) Internationales P .entbüro Berlin, Wallstraße 23/24, Berlin, 1020, DD

(54) Mittel mit herbizider und wachstumsregulierender Wirkung

(55) herbizide, wachstumsregulierende Mittel, Wirkstoff, 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamide, Verwendung, Landwirtschaft
(57) Die Erfindung betrifft Mittel mit herbizider und wachstumsregulierender Wirkung enthaltend neue 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamide der allgemeinen Formel (I), in der Ar, R_6, R_7, R_8 und X die in der Beschreibung genannten Bedeutungen haben, in Mischung mit Träger- und/oder Hilfsstoffen. Sie werden in der Landwirtschaft als Unkrautbekämpfungsmittel und Pflanzenwachstumsregulator verwendet. Formel (I)

(I)

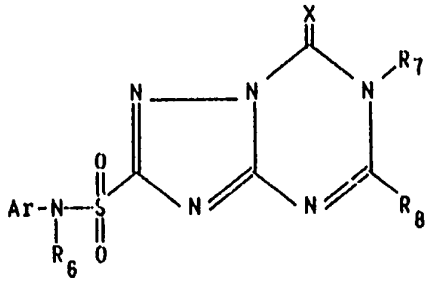


ISSN 0433-6461

46 Seiten

Patentansprüche

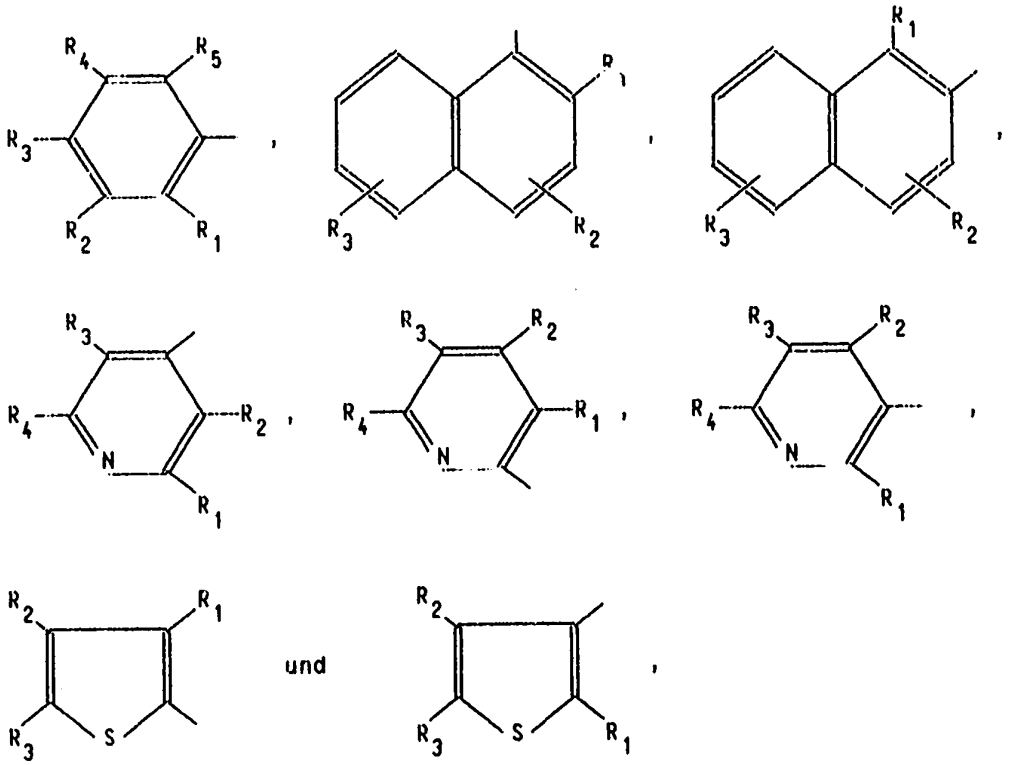
1. Mittel mit herbizider und wachstumsregulierender Wirkung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einem 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a]-[1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamid der allgemeinen Formel I



(I),

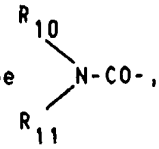
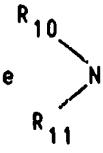
in der

Ar eine Phenyl-, Naphthyl-, Pyridyl- oder Thienylgruppe der allgemeinen Formeln



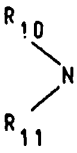
R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy, Halogen-C_1-C_4-alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, Halogen-C_1-C_4-alkoxy, C_1-C_4-Alkylthio, C_1-C_4-Alkylsulfinyl oder C_1-C_4-Alkylsulfonyl substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-

C_6-Alkinylrest, ein Halogenatom, eine C_1-C_4-Alkoxygruppe, eine Gruppe

R_9-O-CO-, eine Aminocarbonylgruppe  , eine Aminogruppe  ,

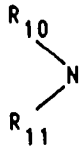
eine Cyanogruppe, eine Nitrogruppe, eine Schwefel enthaltende Gruppe R_9-S(O)$_n$-, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-$(CH_2)_n$- oder einen durch C_1-C_4-Alkyl, Halogen oder Nitro substituierten Phenyl- oder Phenoxyrest,

R_6 ein Wasserstoffatom, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-, eine C_1-C_6-Alkylgruppe, eine C_2-C_6-Alkenylgruppe, eine C_2-C_6-Alkinylgruppe, eine Phenyl-C_1-C_4-alkylgruppe, eine Aminocarbonylgruppe



, ein Alkalimetallatom, ein einwertiges Metalläquivalent aus der Gruppe der Erdalkalimetalle und weiterer Metalle oder einen gegebenenfalls durch C_1-C_6-Alkyl substituierten Ammoniumrest,

R_7 und R_8, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, einen gegebenenfalls durch Halogen, C_1-C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, C_1-C_4-Alkoxy-C_1-C_4-alkyl oder Halogen-C_1-C_4-alkyl substituierten Phenyl-C_1-C_6-alkyl-, Phenyl-C_2-C_6-alkenyl- oder Phenyl-C_2-C_6-alkinylrest, einen durch R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5 substituierten Phenylrest, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-$(CH_2)_n$-, eine Aminocarbonylgruppe



, oder eine Sulfonylgruppe R_9-SO_2-,

R_9 ein Wasserstoffatom, eine gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy oder C_1-C_4-Alkoxy substituierte C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl-, C_2-C_6-Alkinyl- oder Phenyl-C_1-C_4-alkylgruppe oder eine gegebenenfalls durch Halogen, Nitro oder C_1-C_4-Alkyl substituierte Phenylgruppe.

R_{10} und R_{11}, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl-oder C_2-C_6-Alkinylrest oder

R_{10} und R_{11} gemeinsam mit dem benachbarten Stickstoffatom die Pyrrolidinyl-, Piperidino- oder Morpholinogruppe,

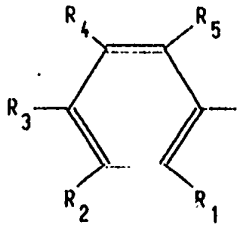
X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom und

n 0, 1 oder 2

bedeuten, in Mischung mit Trager- und/oder Hilfsstoffen.

2. Mittel gemaß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel I

Ar eine Phenylgruppe der allgemeinen Formel



R_1 und R_5, die gleich oder verschieden sind, ein Halogenatom, eine Methylgruppe, eine Trifluormethylgruppe, eine Nitrogruppe, eine Methoxygruppe oder eine Methoxycarbonylgruppe,

R_2, R_3 und R_4, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Trifluormethyl- oder eine C_1-C_4-Alkylgruppe,

R_6 ein Wasserstoffatom, ein einwertiges Metalläquivalent oder eine C_1-C_4-Acylgruppe,

R_7 und R_8, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, eine C_1-C_4-Acylgruppe, eine C_1-C_4-Alkylgruppe, eine C_2-C_4-Alkenylgruppe oder eine Phenylgruppe und

X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom

bedeuten.

264 839

Mittel mit herbizider und wachstumsregulierender Wirkung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft neue 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamide enthaltende Mittel mit herbizider und wachstumsregulierender Wirkung, die in der Landwirtschaft verwendet werden.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bereits bekannt, daß Triazolo-pyrimidin-sulfonamide eine herbizide Wirkung besitzen (EP-Anmeldungen 0 142 152 und 0 150 974). Häufig ist jedoch die Herbizidwirkung der bekannten Verbindungen nicht ausreichend, beziehungsweise es treten bei entsprechender Herbizidwirkung Selektivitätsprobleme in landwirtschaftlichen Hauptkulturen auf.

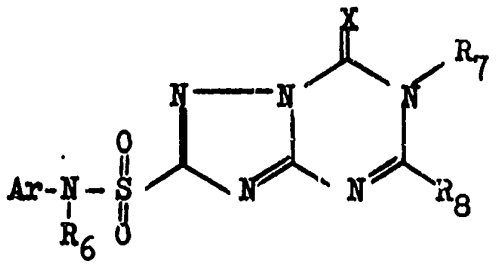
Ziel der Erfindung

Die erfindungsgemäßen Mittel zeigen eine breite Wirkung gegen monokotyle und dikotyle Unkräuter bei guter Verträglichkeit gegenüber Kulturpflanzen. In Abhängigkeit von der Aufwandmenge, der Anwendungsart und dem Anwendungspunkt wirken sie als totale oder selektive Herbizide.

Darlegung des Wesens der Erfindung

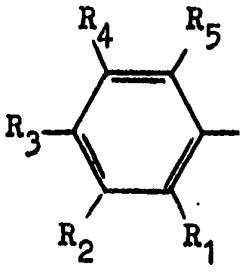
Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung von neuen Mitteln, die in ihren biologischen Eigenschaften den bisher bekannten Verbindungen überlegen sind.

Es wurde nun gefunden, daß Mittel enthaltend 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamide der allgemeinen Formel I

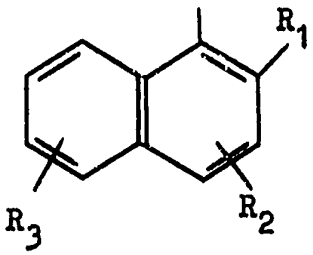


(I),

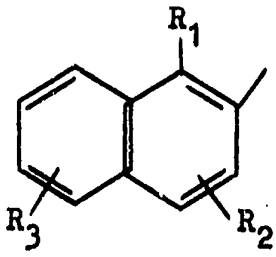
in der
Ar eine Phenyl-, Naphthyl-, Pyridyl- oder Thienylgruppe der allgemeinen Formel



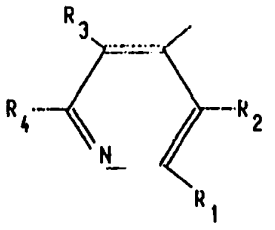
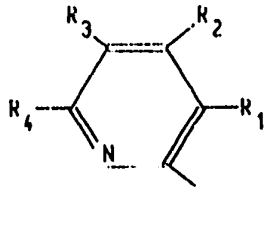
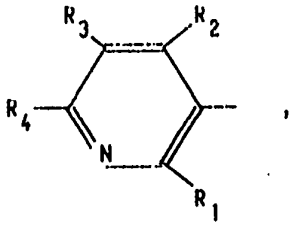
,

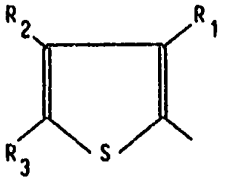
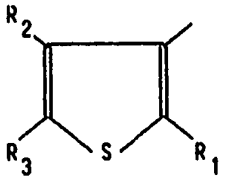


,

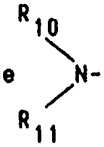
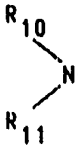


,

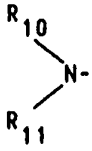

und


R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy, Halogen-C_1-C_4-alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, Halogen-C_1-C_4-alkoxy, C_1-C_4-Alkylthio, C_1-C_4-Alkylsulfinyl oder C_1-C_4-Alkylsulfonyl substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, ein Halogenatom, eine C_1-C_4-Alkoxygruppe, eine Gruppe

R_9-O-CO-, eine Aminocarbonylgruppe , eine Aminogruppe ,

eine Cyanogruppe, eine Nitrogruppe, eine Schwefel enthaltende Gruppe R_9-$S(O)_n$-, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-$(CH_2)_n$- oder einen durch C_1-C_4-Alkyl, Halogen oder Nitro substituierten Phenyl- oder Phenoxyrest,

R_6 ein Wasserstoffatom, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-, eine C_1-C_6-Alkylgruppe, eine C_2-C_6-Alkenylgruppe, eine C_2-C_6-Alkinylgruppe, eine Phenyl-C_1-C_4-alkylgruppe, eine Aminocarbonylgruppe

, ein Alkalimetallatom, ein einwertiges Metalläquivalent aus der

Gruppe der Erdalkalimetalle und weiterer Metalle oder einen gegebenenfalls durch C_1-C_6-Alkyl substituierten Ammoniumrest,

R_7 und R_8, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Al-

kyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, einen gegebenenfalls durch Halogen, C_1-C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, C_1-C_4-Alkoxy-C_1-C_4-alkyl oder Halogen-C_1-C_4-alkyl substituierten Phenyl-C_1-C_6-alkyl-, Phenyl-C_2-C_6-alkenyl- oder Phenyl-C_2-C_6-alkinylrest, einen durch R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5 substituierten Phenylrest, eine Acylgruppe R_9-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-, eine Gruppe R_9-O-CO-$(CH_2)_n$-, eine Aminocarbonylgruppe

$$\begin{matrix} R_{10} \\ \diagdown \\ \quad N\text{-}CO\text{-} \\ \diagup \\ R_{11} \end{matrix}$$

, oder eine Sulfonylgruppe R_9-SO_2-,

R_9 ein Wasserstoffatom, eine gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy oder C_1-C_4-Alkoxy substituierte C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl-, C_2-C_6-Alkinyl- oder Phenyl-C_1-C_4-alkylgruppe oder eine gegebenenfalls durch Halogen, Nitro oder C_1-C_4-Alkyl substituierte Phenylgruppe,

R_{10} und R_{11}, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch Halogen, Hydroxy oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl-oder C_2-C_6-Alkinylrest oder

R_{10} und R_{11} gemeinsam mit dem benachbarten Stickstoffatom die Pyrrolidinyl-, Piperidino- oder Morpholinogruppe und

X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom

n 0, 1 oder 2

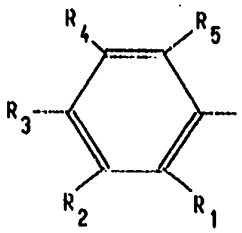
bedeuten, eine interessante herbizide und wachstumsregulierende Wirkung zeigen.

Der Begriff "Halogen" im Zusammenhang mit Alkyl, Alkenyl, Alkinyl oder Phenyl bedeutet, daß ein oder mehrere Wasserstoffatome durch ein oder mehrere Halogenatome ersetzt sind.

Die Bezeichnung "Halogen" umfaßt Fluor, Chlor, Brom und Jod.

Als besonders wirksam haben sich solche 6,7-Dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a]-[1,3,5]triazin-2-sulfonsäureamide der allgemeinen Formel I enthaltende Mittel erwiesen, bei denen

Ar eine Phenylgruppe der allgemeinen Formel



R_1 und R_5, die gleich oder verschieden sind, ein Halogenatom, eine Methylgruppe, eine Trifluormethylgruppe, eine Nitrogruppe, eine Methoxygruppe oder eine Methoxycarbonylgruppe,

R_2, R_3 und R_4, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstofatom, ein Halogenatom, eine Trifluormethyl- oder eine C_1-C_4-Alkylgruppe,

R_6 ein Wasserstoffatom, ein einwertiges Metalläquivalent oder eine C_1-C_4-Acylgruppe,

R_7 und R_8, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, eine C_1-C_4-Acylgruppe, eine C_1-C_4-Alkylgruppe oder eine C_2-C_4-Alkenylgruppe oder eine Phenylgruppe und

X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom

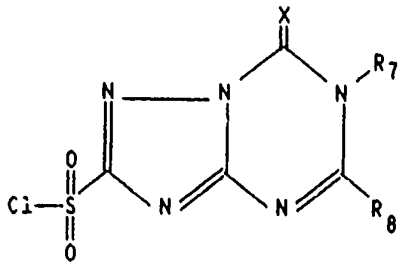
bedeuten.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen der allgemeinen Formel I können zum Beispiel hergestellt werden, indem man

A) Amine der allgemeinen Formel II,

$$Ar\text{-}NH\text{-}R_6 \qquad (II),$$

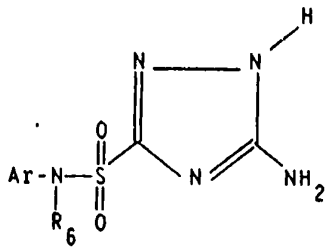
in der Ar die oben angegebene Bedeutung hat und R_6 ein Wasserstoffatom, eine C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylgruppe bedeutet, mit einem Sulfonsäurechlorid der allgemeinen Formel III



(III),

in der R_7, R_8 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben, in einem geeigneten Lösungsmittel in Gegenwart eines Säureakzeptors umsetzt, oder

B) eine Verbindung der allgemeinen Formel IV

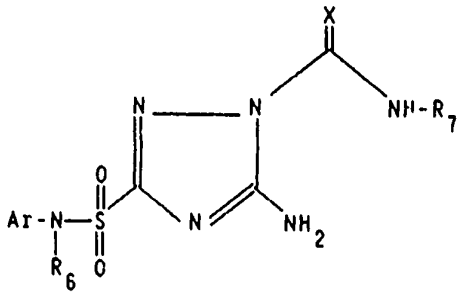


(IV),

in der Ar die oben angegebene Bedeutung hat und R_6 ein Wasserstoffatom oder eine C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylgruppe bedeutet, mit einem Isocyanat oder Isothiocyanat der Formel V

$$R_7\text{-NCX} \qquad \text{(V)},$$

in der R_7 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben, in einem geeigneten Lösungsmittel gegebenenfalls in Gegenwart eines Säureakzeptors beziehungsweise Katalysators umsetzt, und die entstandenen Verbindungen der allgemeinen Formel VI



(VI),

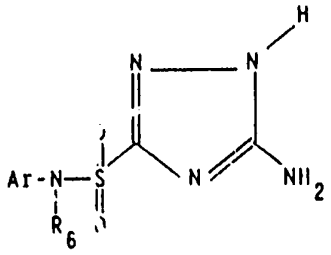
in der Ar, R_7 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben und R_6 ein

Wasserstoffatom, eine C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylgruppe bedeutet, mit einem Orthoester der allgemeinen Formel VII

$$R_8\text{-}C(OR_9)_3 \qquad \text{(VII)},$$

in der R_9 die oben angegebene Bedeutung hat, aber nicht für ein Wasserstoffatom steht, und R_8 ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, einen gegebenenfalls durch Halogen, C_1-C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, C_1-C_4-Alkoxy-C_1-C_4-alkyl, Halogen-C_1-C_4-alkyl substituierten Phenyl-C_1-C_6-alkyl-, Phenyl-C_2-C_6-alkenyl-oder Phenyl-C_2-C_6-alkinylrest oder einen durch R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5 substituierten Phenylrest bedeutet, in einem geeigneten Lösungsmittel, das auch der Orthoester selbst sein kann, umsetzt, oder

C) eine Verbindung der allgemeinen Formel IV

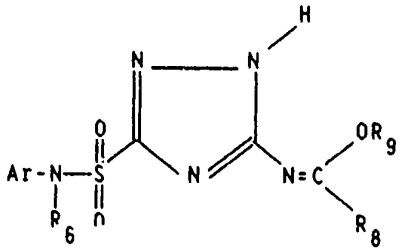


(IV),

in der Ar die oben angegebene Bedeutung hat und R_6 ein Wasserstoffatom oder eine C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylgruppe bedeutet, mit einem Orthoester der allgemeinen Formel VII

$$R_8\text{-}C(OR_9)_3 \qquad \text{(VII)},$$

in der R_9 die oben angegebene Bedeutung hat, aber nicht für ein Wasserstoffatom steht, und R_8 ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, einen gegebenenfalls durch Halogen, C_1-C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, C_1-C_4-Alkoxy-C_1-C_4-alkyl, Halogen-C_1-C_4-alkyl substituierten Phenyl-C_1-C_6-alkyl-, Phenyl-C_2-C_6-alkenyl- oder Phenyl-C_2-C_6-alkinylrest oder einen durch R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5 substituierten Phenylrest bedeutet, zu Verbindungen der allgemeinen Formel VIII



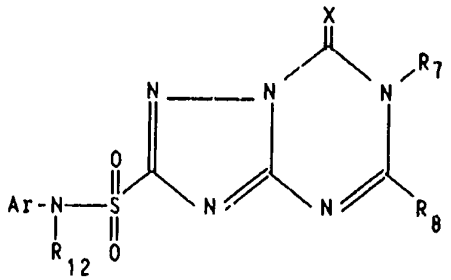
(VIII) ,

in der Ar und R_9 die oben angegebenen Bedeutungen haben, R_9 aber nicht für ein Wasserstoffatom steht, R_6 ein Wasserstoffatom oder eine C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylgruppe und R_8 ein Wasserstoffatom, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder C_1-C_4-Alkoxy substituierten C_1-C_6-Alkyl-, C_2-C_6-Alkenyl- oder C_2-C_6-Alkinylrest, einen gegebenenfalls durch Halogen, C_1-C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkoxy, C_1-C_4-Alkoxy-C_1-C_4-alkyl, Halogen-C_1-C_4-alkyl substituierten Phenyl-C_1-C_6-alkyl-, Phenyl-C_2-C_6-alkenyl- oder Phenyl-C_2-C_6-alkinylrest oder einen durch R_1, R_2, R_3, R_4 und R_5 substituierten Phenylrest bedeuten, in einem geeigneten Lösungsmittel, das auch der Orthoester selbst sein kann, umsetzt und dann die Verbindungen der allgemeinen Formel VIII mit einem Isocyanat oder Isothiocyanat der Formel V

$$R_7\text{-NCX} \qquad (V)$$

in der R_7 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben, in einem geeigneten Lösungsmittel gegebenenfalls in Gegenwart eines Säureakzeptors beziehungsweise Katalysators umsetzt, oder

D) eine Verbindung der allgemeinen Formel IX



(IX) ,

in der Ar, R_7, R_8 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben und R_{12} ein Wasserstoffatom oder ein einwertiges Metalläquivalent bedeutet, mit Verbindungen der allgemeinen Formel X

R_9-Hal (X) ,

oder der allgemeinen Formel XI

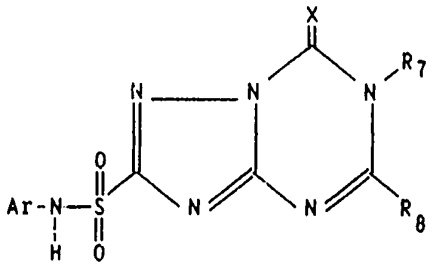
R_9-CO-Hal (XI) ,

in denen R_9 die oben genannte Bedeutung hat, aber nicht für ein Wasserstoffatom steht, und Hal Chlor oder Brom bedeutet, oder der allgemeinen Formel XII

R_9-CO-O-CO-R_9 (XII) ,

in der R_9 die oben genannte Bedeutung hat, in einem geeigneten Lösungsmittel umsetzt, oder

E) eine Verbindung der allgemeinen Formel XIII



(XIII) ,

in der Ar, R_7, R_8 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben, mit einer Verbindung der allgemeinen Formel XIV

M - Y (XIV) ,

in der M ein einwertiges Metalläquivalent und Y ein Wasserstoffatom, eine Hydroxy-, Niederalkyl-, Niederalkoxy- oder Aminogruppe bedeutet, in einem Lösungsmittel umsetzt.

Die einzelnen Verfahrensvarianten werden vorzugsweise in Gegenwart eines Verdünnungsmittels durchgeführt. Zu diesem Zweck können sämtliche gegenüber den verwendeten Reagenzien inerte Lösungsmittel verwendet werden.

Beispiele für solche Lösungsmittel beziehungsweise Verdünnungsmittel sind Was-

ser, aliphatische, alicyclische und aromatische Kohlenwasserstoffe, die jeweils gegebenenfalls chloriert sein können, wie zum Beispiel Hexan, Cyclohexan, Petrolether, Ligroin, Benzol, Toluol, Xylol, Methylenchlorid, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid, Ethylenchlorid und Trichlorethylen, Ether, wie zum Beispiel Diisopropylether, Dibutylether, Propylenoxid, Dioxan und Tetrahydrofuran, Ketone, wie zum Beispiel Aceton, Methylethylketon, Methylisopropylketon und Methylisobutylketon, Nitrile, wie zum Beispiel Acetonitril und Propionitril, Alkohole, wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Isopropanol, Butanol und Ethylenglycol, Ester, wie zum Beispiel Ethylacetat und Amylacetat, Säureamide, wie zum Beispiel Dimethylformamid und Dimethylacetamid, Sulfone und Sulfoxide, wie zum Beispiel Dimethylsulfoxid und Sulfolan, und Basen, wie zum Beispiel Pyridin.

Die Reaktionen werden vorzugsweise zwischen Raumtemperatur und dem Siedepunkt des jeweiligen Reaktionsgemisches durchgeführt. Die Reaktionen lassen sich bei dem Druck der Umgebung durchführen, wenngleich sie auch bei erhöhtem beziehungsweise vermindertem Druck durchgeführt werden können.

Die Verfahrensvariante A) wird vorzugsweise in chlorierten Kohlenwasserstoffen wie Dichlormethan oder Dichlorethan, in Anwesenheit eines Katalysators beziehungsweise Säureakzeptors durchgeführt. Beispiele hierfür sind tertiäre Amine, wie zum Beispiel Triethylamin, Diisopropylethylamin, N-Methylmorpholin, 4-Dimethylaminopyridin und Pyridin. Pyridin kann sowohl als Katalysator als auch als Lösungsmittel bei dieser Reaktion verwendet werden.

Die Verfahrensvarianten B) und C) werden bevorzugt in Gegenwart von Verdünnungsmitteln wie aliphatischen, alicyclischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen, die jeweils gegebenenfalls chloriert sein können, wie zum Beispiel Hexan, Cyclohexan, Petrolether, Ligroin, Benzol, Toluol, Xylol, Methylenchlorid, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid, Ethylenchlorid und Trichlorethylen, Ethern, wie zum Beispiel Diisopropylether, Dibutylether, Propylenoxid, Dioxan und Tetrahydrofuran, Ketonen, wie zum Beispiel Aceton, Methylethylketon, Methylisopropylketon und Methylisobutylketon, Nitrilen, wie zum Beispiel Acetonitril und Propionitril, Estern, wie zum Beispiel Ethylacetat und Amylacetat, Säureamiden, wie zum Beispiel Dimethylformamid und Dimethylacetamid, Sulfonen und Sulfoxiden, wie zum Beispiel Dimethylsulfoxid und Sulfolan, und Basen, wie zum Beispiel Pyridin, und gegebenenfalls in Anwesenheit eines Katalysators beziehungsweise Säureakzeptors durchgeführt. Beispiele hierfür sind tertiäre Ami-

ne, wie zum Beispiel Triethylamin, Diisopropylethylamin, N-Methylmorpholin, 4-Dimethylaminopyridin oder Pyridin.

Die Verfahrensvariante D) wird vorzugsweise so durchgeführt, daß man eine Verbindung der allgemeinen Formel IX in einem geeigneten Lösungsmittel mit Verbindungen der allgemeinen Formeln X, XI oder XII umsetzt, die in der Regel schwer löslichen anorganischen Salze abfiltriert und die gewünschten Verbindungen nach Abdampfen der Lösungsmittel erhalt.

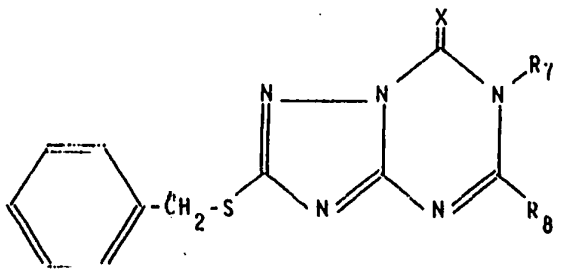
Die Verfahrensvariante E) wird vorzugsweise so durchgeführt, daß man eine Verbindung der allgemeinen Formel XIII in einem geeigneten Lösungsmittel mit einer Metallbase, wie einem Metallhydroxid, Metallhydrid, Metallalkyl oder Metallamid, umsetzt und die in der Regel schwerer löslichen Salze abfiltriert oder nach Abdampfen der Lösungsmittel erhält.

Die nach den oben genannten Verfahren hergestellten erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen können nach den üblichen Verfahren aus dem Reaktionsgemisch isoliert werden, beispielsweise durch Abdestillieren des eingesetzten Lösungsmittels bei normalem oder vermindertem Druck, durch Ausfällen mit Wasser oder durch Extraktion.

Ein erhöhter Reinheitsgrad kann in der Regel durch säulenchromatographische Aufreinigung sowie durch fraktionierte Destillation oder Kristallisation erhalten werden.

Die neuen Verbindungen stellen in der Regel farb- und geruchlose Kristalle dar, die wenig löslich in Wasser und in aliphatischen Kohlenwasserstoffen, wie Petrolether, Hexan, Pentan und Cyclohexan, gut löslich in halogenierten Kohlenwasserstoffen, wie Chloroform, Methylenchlorid und Tetrachlorkohlenstoff, aromatischen Kohlenwasserstoffen, wie Benzol, Toluol und Xylol, Ethern, wie Diethylether, Tetrahydrofuran und Dioxan, Carbonsäurenitrilen, wie Acetonitril, Alkoholen, wie Methanol und Ethanol, Carbonsäureamiden, wie Dimethylformamid, und Sulfoxiden, wie Dimethylsulfoxid, sind.

Die Sulfonsäurechloride der allgemeinen Formel III sind neu und lässen sich aus in der Literatur beschriebenen beziehungsweise nach bekannten Verfahren darstellbaren 2-Benzylthio-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-7-onen der allgemeinen Formel XV



(XV) ,

in der R_7, R_8 und X die oben angegebenen Bedeutungen haben, durch Umsetzung mit Chlor in Wasser oder Wasser/Essigsäuregemischen herstellen.

Amine der allgemeinen Formel II, Isocyanate beziehungsweise Isothiocyanate der allgemeinen Formel V und Orthoester der allgemeinen Formel VII sind zum Teil käuflich oder nach bekannten beziehungsweise in der Literatur beschriebenen Verfahren darstellbar.

Die erfindungsgemäßen Mittel beeinflussen das Pflanzenwachstum und können deshalb als Wachstumsregulatoren und insbesondere als Unkrautbekämpfungsmittel verwendet werden. Überraschenderweise zeigen die erfindungsgemäßen Verbindungen eine breite Wirkung gegen monokotyle und dikotyle Unkräuter bei guter Verträglichkeit gegenüber Kulturpflanzen. Ob die erfindungsgemäßen Verbindungen als totale oder selektive Herbizide wirken, hangt im wesentlichen von der Aufwandmenge, aber auch von der Anwendungsart und dem Anwendungszeitpunkt ab.

Die Anwendung kann im Vorsaat-, Vorauflauf- oder Nachauflaufverfahren erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Mittel können zum Beispiel gegen die folgenden Pflanzengattungen eingesetzt werden:

Dikotyle Unkräuter der Gattungen Polygonum, Sinapis, Atriplex, Spergula, Stellaria, Galium, Viola, Cirsium, Amaranthus, Ipomoea, Xanthium, Abutilon, Chenopodium, Cassia, Convolvulus, Mentha, Veronica, Matricaria, Solanum, Lamium, Thlaspi, Capsella, Datura, Galinsoga, Mercurialis, Rhaphanus, Vicia, Portulaca, Physalis, Sida, Anoda, Euphorbia, Myosotis, Centaurea, Brassica, Chrysanthemum und Helianthus.

Monokotyle Unkräuter der Gattungen Echinochloa, Setaria, Panicum, Digitaria, Phleum, Poa, Festuca, Eleusine, Brachiaria, Lolium, Bromus, Avena, Cyperus, Sorghum, Agropyron, Cynodon, Monochoria, Fimbristylis, Sagittaria, Eleocharis, Scirpus, Paspalum, Ischaemum, Agrostis, Alopecurus, Apera, Rottboellia, Triticum und Hordeum.

Die neuen Mittel können in vielen landwirtschaftlichen Hauptkulturen, wie zum Beispiel Weizen, Gerste, Reis und Soja, angewendet werden.

Die Verwendung der erfindungsgemäßen Mittel ist keineswegs auf die genannten Unkrautgattungen und Kulturpflanzen beschränkt, sondern erstreckt sich in gleicher Weise auf andere Pflanzen.

Die Mittel eignen sich auch zur Unkrautbekämpfung auf Industrie- und Gleisanlagen, auf Wegen und Platzen mit und ohne Baumbewuchs, in Forst-, Ziergehölz-, Beerenfrucht- und Hopfenanlagen sowie in Plantagenkulturen.

Die angewandte Wirkstoffmenge kann in einem größeren Bereich schwanken. Sie hängt im wesentlichen von der Art des gewünschten Effekts ab. Im allgemeinen liegen die Aufwandmengen zwischen 0,01 und 1 kg Wirkstoff pro Hektar Bodenfläche, vorzugsweise zwischen 0,1 und 0,5 kg Wirkstoff pro Hektar.

Die erfindungsgemäßen Mittel können entweder allein, in Mischung miteinander oder mit anderen Wirkstoffen angewendet werden. Gegebenenfalls können andere Pflanzenschutz- oder Schädlingsbekämpfungsmittel je nach dem gewünschten Zweck zugesetzt werden. Sofern eine Verbreiterung des Wirkungsspektrums beabsichtigt ist, können auch andere Herbizide zugesetzt werden. Beispielsweise eignen sich als herbizid wirksame Mischungspartner diejenigen Wirkstoffe, die in Weed Abstracts, Vol. 35, No.5, 1986, unter dem Titel "List of common names and abbreviations employed for currently used herbicides and plant growth regulators in Weed Abstracts" aufgeführt sind.

Eine Förderung der Wirkintensität und der Wirkungsgeschwindigkeit kann zum Beispiel durch wirkungssteigernde Zusätze, wie organische Lösungsmittel, Netzmittel und Öle, erzielt werden. Solche Zusätze lassen daher gegebenenfalls eine Verringerung der Wirkstoffdosierung zu.

Als Mischungspartner können außerdem Phospholipide verwendet werden, zum Beispiel solche aus der Gruppe Phosphatidylcholin, den hydrierten Phosphatidylcholinen, Phosphatidylethanolamin, den N-Acyl-phosphatidylethanolaminen, Phosphatidylinosit, Phosphatidylserin, Lysolecithin und Phosphatidylglycerol.

Zweckmäßig werden die gekennzeichneten Mittel oder deren Mischungen in Form von Zubereitungen wie Pulvern, Streumitteln, Granulaten, Lösungen, Emulsionen oder Suspensionen, unter Zusatz von flussigen und/oder festen Trägerstoffen beziehungsweise Verdunnungsmitteln und gegebenenfalls Haft-, Netz-, Emulgier- und/oder Dispergierhilfsmitteln angewandt.

Geeignete flüssige Trägerstoffe sind zum Beispiel aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe wie Benzol, Toluol, Xylol, Cyclohexanon, Isophoron, Dimethylsulfoxid, Dimethylformamid, weiterhin Mineralölfraktionen und Pflanzenöle.

Als feste Trägerstoffe eignen sich Mineralien, zum Beispiel Bentonit, Silicagel, Talkum, Kaolin, Attapulgit, Kalkstein, und pflanzliche Produkte, zum Beispiel Mehle.

An oberflächenaktiven Stoffen sind zu nennen zum Beispiel Calciumligninsulfonat, Polyethylenalkylphenylether, Naphthalinsulfonsäuren und deren Salze, Phenolsulfonsäuren und deren Salze, Formaldehydkondensate, Fettalkoholsulfate sowie substituierte Benzolsulfonsäuren und deren Salze.

Der Anteil des beziehungsweise der Wirkstoffe(s) in den verschiedenen Zubereitungen kann in weiten Grenzen variieren. Beispielsweise enthalten die Mittel etwa 10 bis 90 Gewichtsprozent Wirkstoff, etwa 90 bis 10 Gewichtsprozent flüssige oder feste Trägerstoffe sowie gegebenenfalls bis zu 20 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe.

Die Ausbringung der Mittel kann in üblicher Weise erfolgen, zum Beispiel mit Wasser als Träger in Spritzbrühmengen etwa 100 bis 1000 Liter/ha. Eine Anwendung der Mittel im sogenannten Low-Volume und Ultra-Low-Volume-Verfahren ist ebenso möglich wie ihre Applikation in Form von sogenannten Mikrogranulaten.

Die Herstellung dieser Zubereitungen kann in an sich bekannter Art und Weise, zum Beispiel durch Mahl- oder Mischverfahren, durchgeführt werden. Gewünschtenfalls können Zubereitungen der Einzelkomponenten auch erst kurz vor ihrer Verwendung gemischt werden, wie es zum Beispiel im sogenannten Tankmixverfahren in der Praxis durchgeführt wird.

Zur Herstellung der verschiedenen Zubereitungen werden zum Beispiel die folgenden Bestandteile eingesetzt:

A) **Spritzpulver**

1.) 25 Gewichtsprozent Wirkstoff
60 Gewichtsprozent Kaolin
10 Gewichtsprozent Kieselsäure
5 Gewichtsprozent einer Mischung aus dem Calciumsalz der Ligninsulfonsäure und dem Natriumsalz des N-Methyl-N-oleyl-taurins

2.) 40 Gewichtsprozent Wirkstoff
25 Gewichtsprozent Tonmineralien
25 Gewichtsprozent Kieselsäure
10 Gewichtsprozent einer Mischung aus dem Calciumsalz der Ligninsulfonsäure und Alkylphenylpolyglycolethern

B) **Paste**

45 Gewichtsprozent Wirkstoff
5 Gewichtsprozent Natriumaluminiumsilikat
15 Gewichtsprozent Cetylpolyglycolether mit 8 Mol Ethylenoxid
2 Gewichtsprozent Spindelöl
10 Gewichtsprozent Polyethylenglycol
23 Gewichtsprozent Wasser

C) **Emulsionskonzentrat**

25 Gewichtsprozent Wirkstoff
15 Gewichtsprozent Cyclohexanon
55 Gewichtsprozent Xylol
5 Gewichtsprozent einer Mischung aus dem Calciumsalz der Dodecylbenzolsulfonsäure und Nonylphenylpolyoxyethylen

Die nachstehenden Beispiele beschreiben die Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen:

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]-triazin-2-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid)

(nach Verfahrensvariante B)

1,30 g (3,4 mmol) 5-Amino-1-methylaminocarbonyl-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid) werden in 10 ml Orthoessigsäuretriethylester mit 5 Tropfen Eisessig 12 Stunden bei 120 °C gerührt, Man filtriert die unlöslichen Rückstände ab und engt ein. Das Produkt wird mit Hexan/Essigester-Gemisch über Kieselgel chromatographiert.

Ausbeute: 0,77 g = 56 % der Theorie
Fp.: 286 - 288 °C

Elementaranalyse

ber.	(%):	C	38,72	H	3,00	N	20,84	S	7,95	Cl	17,58
gef.	(%):	C	38,54	H	3,10	N	20,79	S	8,01	Cl	17,59

Herstellung der Ausgangsverbindungen zu Beispiel 1

a) 5-Amino-1-methylaminocarbonyl-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid)

2,0 g (6,2 mmol) 5-Amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichlroanilid) werden in 30 ml Tetrahydrofuran suspendiert und mit 0,5 ml (8,5 mmol) Methylisocyanat und 0,9 ml (6,5 mmol) Triethylamin versetzt. Die Mischung wird 3 Stunden bei Raumtemperatur gerührt und über Nacht stehengelassen. Die Lösung wird eingeengt und mit Hexan/Essigester-Gemisch über Kieselgel chromatographiert.

Ausbeute: 1,36 g = 58 % der Theorie
Fp.: 220-222°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C	34,84	H	3,19	N	22,16	S	8,46	Cl 18,70
gef. (%):	C	34,80	H	3,64	N	21,99	S	8,13	Cl 18,33

b) 5-Amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid)

9,80 g (22,8 mmol) 1-Acetyl-5-amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Pyridiniumsalz werden in 300 ml Dimethylformamid gelöst und 0,89 g (29,7 mmol) 80%iges Natriumhydrid portionsweise bei Raumtemperatur zugegeben. Man rührt 30 Minuten nach und fügt 1,7 ml (27,8 mmol) Methyljodid hinzu. Die Mischung wird über Nacht stehengelassen und eingeengt. Der Rückstand wird in 2 N Natriumhydroxid-Lösung aufgenommen und mit 3 N Salzsäure-Lösung schwach sauer gestellt. Die Kristalle werden abgesaugt, mit Wasser und Ether gewaschen und aus Acetonitril umkristallisiert.

Ausbeute: 3,4 g = 46 % der Theorie
Fp.: 254-255°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C	33,55	H	2,82	N	21,74	S	9,95	Cl 22,01
gef. (%):	C	33,35	H	3,10	N	21,63	S	10,08	Cl 22,18

Beispiel 2

5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid

2,1 nach Verfahrensvariante C)

3,4 g (9,0 mmol) N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(1-ethoxyethyliden-amino)-1H-1,2,4-

triazol-3-sulfonamid werden in 70 ml Tetrahydrofuran mit 0,66 ml (11,3 mmol) Methylisocyanat und 1,3 ml (9,3 mmol) Triethylamin 4 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Die Kristalle werden abgesaugt, mit Tetrahydrofuran/Wasser 4 : 1, Tetrahydrofuran und Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 3,4 g = 97 % der Theorie
Fp.: 331-334 °C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 37,03	H 2,59	N 21,59	S 8,24	Cl 18,22
gef. (%):	C 37,21	H 2,60	N 21,22	S 8,54	Cl 18,35

2.2 nach Verfahrensvariante A)

0,88 g (5,4 mmol) 2,6-Dichloranilin werden in 11 ml Pyridin gelöst und mit 1,67 g (6,0 mmol) 5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäurechlorid versetzt. Die Mischung wird 11 Stunden bei 50 °C und 5 Stunden bei 75 °C gerührt. Das Pyridin wird abdestilliert und der Rückstand über Kieselgel mit Hexan/Essigester chromatographiert.

Ausbeute: 0,23 g = 10 % der Theorie
Fp.: 331-334 °C.

Herstellung der Ausgangsverbindungen zu Beispiel 2.1

a) N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid

6,16 g (20,0 mmol) 5-Amino-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonsäure-2,6-dichloranilid werden in 50 ml Acetonitril mit 4,2 ml (23,0 mmol) Orthoessigsäuretriethylester und 3 Tropfen Eisessig 5 Stunden am Rückfluß erhitzt. Die Mischung wird abgekühlt und zur Trockne eingeengt. Der Rückstand wird aus Essigester umkristallisiert.

Ausbeute: 6,1 g = 80 % der Theorie
Fp.: 222-224°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C 38,10	H 3,46	N 18,52	S 8,48	Cl 18,75
gef. (%):	C 38,09	H 3,63	N 18,64	S 8,57	Cl 18,89

Analog zu diesem Verfahren wurden auch die folgenden Verbindungen hergestellt:

Name der Verbindung	Physikalische Konstante
N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(ethoxy-methylenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 181-183°C
N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(1-ethoxy-propylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 212-216°C
N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(ethoxy-benzylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 213-217°C
N-(2,6-Dichlor-3-methylphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 202-204°C
N-(2-Methyl-6-nitrophenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 195-197°C
N-(2-Chlor-6-fluorphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 214-215°C
N-(2,6-Difluorphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 187-188°C
N-(2,6-Dibromphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 184-187°C

Name der Verbindung	Physikalische Konstante
N-(2-Trifluormethylphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 124-125°C
N-Phenyl-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 164-166°C
N-(2-Chlorphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 150-153°C
N-(2-Methoxyphenyl)-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid	Fp: 138-140°C

b) 5-Amino-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonsaure-2,6-dichloranilid

53,6 g (0,12 mol) 1-Acetyl-5-amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsaure-2,6-dichloranilid, Pyridiniumsalz werden in 200 ml 2 n NaOH gelöst und 10 Minuten bei Raumtemperatur geruhrt. Unter Eiskühlung wird mit 2 n Salzsäure-Losung ein pH-Wert 5 eingestellt. Die Kristalle werden abgesaugt, mit wenig Wasser und Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 35,4 g = 92 % der Theorie
Fp.: 265-267°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C 31,18	H 2,29	N 22,73	S 10,41	Cl 23,01
gef. (%):	C 31,38	H 2,40	N 22,37	S 10,23	Cl 22,23

c) 1-Acetyl-5-amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsaure-2,6-dichloranilid, Pyridiniumsalz

42,63 g (0,26 mol) 2,6-Dichloranilin werden in 350 ml Pyridin mit 54 g (0,24 mol) 1-Acetyl-5-amino-1,2,4-triazolsulfonsäurechlorid versetzt und 12 Stunden bei 60°C geruhrt. Nach Abkuhlen werden die Kristalle abgesaugt, mit wenig Pyridin und Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 53,6 g = 52 % der Theorie
Fp.: 213-215°C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 41,96	H 3,29	N 19,58	S 7,47	Cl 16,52
gef. (%):	C 41,89	H 3,33	N 19,36	S 7,46	Cl 15,97

d) 1-Acetyl-5-amino-1,2,4-triazol-3-sulfonsäurechlorid

112 g (0,45 mol) 1-Acetyl-5-amino-3-benzylthio-1,2,4-triazol werden in 1 Liter Wasser/Eisessig (1:1-Gemisch) suspendiert. Bei -10°C wird 2 Stunden Chlor eingeleitet, so daß die Innentemperatur unter 0°C bleibt. Die entstandenen Kristalle werden abgesaugt, mit wenig Wasser und Pentan gewaschen und getrocknet.

Ausbeute: 74,5 g = 73,5 % der Theorie
Fp.: 166-168°C.

e) 1-Acetyl-5-amino-3-benzylthio-1,2,4-triazol

Zu 30 g (0,145 mol) 5-Amino-3-benzylthio-1H-1,2,4-triazol und 25 ml Triethylamin in 300 ml Methylenchlorid werden bei 0°C 12,57 g (0,16 mol) Acetylchlorid in 30 ml Methylenchlorid getropft. Bei Raumtemperatur wird 30 Minuten nachgerührt, anschließend mit 160 ml 1 n Natronlauge versetzt und das Produkt mit Methylenchlorid extrahiert. Nach dem Trocknen wird aus Essigester umkristallisiert.

Ausbeute: 33 g = 91 % der Theorie
Fp.: 146°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C 53,20	H 4,87	N 22,56	S 12,91
gef. (%):	C 53,51	H 5,36	N 22,81	S 12,86

f) 5-Amino-3-benzylthio-1H-1,2,4-triazol

40,36 g (0,35 mol) 3-Amino-5-mercapto-1,2,4-triazol werden in 450 ml Ethanol mit 13,9 g (0,35 mol) festem Natriumhydroxid bei Raumtemperatur versetzt. Bei Raumtemperatur wird 44,30 g (0,35 mol) Benzylchlorid zugetropft und die Lösung über Nacht nachgerührt. Es wird vom Salz abfiltriert, Ethanol abdestilliert und der Rückstand aus Essigester umkristallisiert und getrocknet.

Ausbeute: 64,97 g = 90 % der Theorie
Fp.: 104°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C 52,40	H 4,88	N 27,16	S 15,54
gef. (%):	C 52,10	H 4,84	N 27,48	S 15,11

Herstellung der Ausgangsverbindungen zu Beispiel 2.2

a) 5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäurechlorid

3,00 g (10,4 mmol) 2-Benzylthio-5,6-dimethyl-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-7-on werden in 50 ml Wasser/Essigsäure (1:1-Gemisch) suspendiert. Bei 5 bis 15°C wird 45 Minuten Chlor eingeleitet und anschließend 1 Stunde gerührt. Die entstandenen Kristalle werden abgesaugt, mit wenig Wasser und Ether gewaschen und bei 50°C im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 2,22 g = 80,7 % der Theorie
Fp.: 206-207°C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 27,33	H 2,29	N 26,56	S 12,16	Cl 13,45
gef. (%):	C 27,51	H 2,69	N 26,33	S 12,13	Cl 13,30

b) 2-Benzylthio-5,6-dimethyl-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-7-on

8,50 g (30,8 mmol) 3-Benzylthio-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol werden in 250 ml Tetrahydrofuran gelöst und mit 2,23 g (38,5 mmol) Methylisocyanat und 3,73 g (36,9 mmol) Triethylamin versetzt. Man rührt 5 Stunden bei 70°C, destilliert das Lösungsmittel ab und versetzt den Rückstand mit Ether. Die Kristalle werden abgesaugt und aus Toluol umkristallisiert.

Ausbeute: 4,40 g = 49,8 % der Theorie
Fp.: 127-128°C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 54,34	H 4,56	N 24,27	S 11,16
gef. (%):	C 54,30	H 4,79	N 24,33	S 10,96

c) 3-Benzylthio-5-(1-ethoxy-ethylidenamino)-1H-1,2,4-triazol

10,00 g (48,5 mmol) 5-Amino-3-benzylthio-1H-1,2,4-triazol werden in 120 ml Acetontril suspendiert und mit 8,83 g (53,3 mmol) Orthoessigsäuretriethylester und 3 Tropfen Eisessig versetzt. Man erhitzt 6,5 Stunden am Rückfluß, engt zur Trockene ein, nimmt in der Hitze in Hexan auf, filtriert und engt wieder zur Trockne ein.

Ausbeute: 10,89 g = 81,3 % der Theorie
Fp.: 89-90°C

Elementaranalyse

ber. (%):	C 56,50	H 5,84	N 20,27	S 11,60
gef. (%):	C 56,59	H 5,37	N 20,58	S 11,92

Beispiel 3

5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz

(nach Verfahrensvariante C))

7,56 g (0,02 mol) N-(2,6-Dichlorphenyl)-5-(1-ethoxyethyliden-amino)-1H-1,2,4-triazol-3-sulfonamid werden in 70 ml Tetrahydrofuran mit 1,7 ml (0,025 mol) Methylisothiocyanat und 3,5 ml (0,025 mol) Triethylamin versetzt und 8 Stunden bei 50°C gerührt. Die Kristalle werden abgesaugt, mit Tetrahydrofuran und Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 5,4 g = 53 % der Theorie
Fp.: 217-218°C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 42,68	H 4,97	N 19,36	S 12,66	Cl 14,00
gef. (%):	C 42,83	H 4,82	N 19,34	S 12,69	Cl 14,13

Beispiel 4

5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichloranilid

1,7 g (3,4 mmol) 5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a]-[1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz werden in 100 ml Wasser suspendiert und mit 1 N Salzsaure-Lösung sauer gestellt. Die Kristalle werden abgesaugt, mit Wasser und Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 1,3 g = 94 % der Theorie
Fp.: 301-302°C.

Elementaranalyse

ber. (%):	C 35,56	H 2,49	N 20,74	S 15,82	Cl 17,50
gef. (%):	C 35,18	H 2,70	N 20,28	S 16,19	Cl 17,74

Analog zu den Beispielen 1 bis 4 lassen sich auch die folgenden erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen herstellen:

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
5	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-3-methyl-anilid	Fp.: 241-242°C
6	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2-methyl-6-nitroanilid	Fp.: 242-244°C
7	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-fluoranilid	Fp.: 274-275°C
8	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-difluoranilid	Fp.: 284-285°C
9	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dibromanilid	Fp.: 312-314°C
10	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-trifluormethylanilid	Fp.: 233-235°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
11	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-anilid	Fp.: 231-233°C
12	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chloranilid	Fp.: 200-206°C
13	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxy-anilid	Fp.: 198-200°C
14	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-3-methylanilid	Fp.: 336-338°C
15	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methyl-6-nitroanilid	
16	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-fluoranilid	Fp : 304-306°C
17	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-difluoranilid	Fp.: 298-300°C
18	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dibromanilid	Fp.: 327-332°C
19	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-trifluormethylanilid	Fp.: 268-270°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
20	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-anilid	
21	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2-chlor-anilid	Fp.: 202-206°C
22	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxy-anilid	Fp.: 358-359°C
23	6-Ethyl-5-methyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 179-180°C
24	6-Ethyl-5-methyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 185-186°C
25	5-Methyl-6-phenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 233-235°C
26	5-Methyl-6-phenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid	Fp.: 298-300°C
27	6-Methyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-anilid	
28	6-Methyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-anilid	Fp.: 296-300°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
29	6-Ethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-anilid	
30	6-Ethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-di-chloranilid	Fp.: 285-287°C
31	6-Phenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]tria-zolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichloranilid	
32	6-Phenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid	Fp.: 262-265°C
33	5-Ethyl-6-methyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 260-262°C
34	5-Ethyl-6-methyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 289-291°C
35	5,6-Diethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 185-187°C
36	5,6-Diethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]tria-zolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 277-280°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
37	5-Ethyl-6-phenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 219-221°C
38	5-Ethyl-6-phenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 291-293°C
39	6-Methyl-5-phenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Hydrat	Fp.: 270-272°C
40	6-Methyl-5-phenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 201-203°C,
41	6-Ethyl-5-phenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid	
42	6-Ethyl-5-phenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 209-212°C
43	5,6-Diphenyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid	
44	5,6-Diphenyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 225-227°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
45	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid)	Fp.: 286-288°C
46	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-(N-methyl-2,6-dichloranilid)	Fp.: 296-298°C
47	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 298-300°C
48	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]-triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Natrium-Salz	
49	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichlor-3-methyl-anilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 208-210°C
50	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-fluoranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 173-175°C
51	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-difluoranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 188-190°C
52	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dibromanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 301-305°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
53	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methyl-6-nitroanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 193-195°C
54	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-trifluormethylanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 209-211°C
55	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 298-300°C
56	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsaure-2,6-dichlor-3-methylanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 306-309°C
57	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-fluoranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 301-303°C
58	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-difluoranilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 300-302°C
59	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-jodanilid	Fp.: 213-218°C
60	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-methylanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 250-252°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
61	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-bromanilid	Fp.: 188-190°C
62	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-methylanilid	Fp.: 266-267°C
63	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-methylanilid, Triethylammonium-Salz	Fp.: 240-242°C
64	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-ethylanilid	Fp.: 246-248°C
65	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-ethoxycarbonylanilid	Fp.: 163-165°C
66	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methylthioanilid, Hydrat	Fp.: 140-141°C
67	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-ethoxycarbonyl-6-methylanilid	Fp.: 168-170°C
68	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,3-dimethyl-6-nitroanilid, Hydrat	Fp.: 281-283°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
69	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-6-methylanilid	Fp.: 212-213°C
70	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-bromanilid	Fp.: 183-187°C
71	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonylanilid	Fp.: 244-246°C
72	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-ethoxycarbonylanilid	Fp.: 233-236°C
73	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-isopropoxycarbonylanilid	Fp.: 244-246°C
74	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-chlor-6-ethylanilid	Fp.: 275-277°C
75	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-acetylanilid	Fp.: 225-227°C
76	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-isopropyl-6-methylanilid	Fp.: 284-285°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
77	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-6-methylanilid	Fp.: 257-258°C
78	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-N-methylaminocarbonyl-2-isopropyl-6-methylanilid	Fp.: 253-254°C
79	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-fluoranilid	Fp.: 229-231°C
80	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-brom-4-fluoranilid, Hydrat	Fp.: 234-235°C
81	5-Methyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo-[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dichloranilid	Fp.: 298-300°C
82	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-jodanilid	Fp.: 192-194°C
83	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-isopropyl-6-methylanilid	Fp.: 269-271°C
94	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-brom-6-chlor-4-fluoranilid	Fp.: 271-273°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
85	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-brom-6-methoxyanilid	Fp.: 229-231°C
86	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2,6-dimethylanilid, Hydrat	Fp.: 263-265°C
87	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-(chinolin-8-yl-amid)	Fp.: 240-242°C
88	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-4-brom-2,6-dichloranilid, Hydat	Fp.: 283-285°C
89	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-(chinolin-8-yl-amid), Hydrat	Fp.: 137-139°C
90	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-3,6-dimethylanilid	Fp.: 222-224°C
91	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-5,6-dimethylanilid	Fp.: 194-195°C
92	5,6-Dimethyl-7-thioxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-brom-6-chloranilid	Fp.: 304-305°C

Beispiel	Name der Verbindung	Physikalische Konstante
93	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-3,6-dimethylanilid	Fp.: 225-227°C
94	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-methoxycarbonyl-5,6-dimethylanilid	Fp.: 216-218°C
95	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-brom-6-chloranilid	Fp.: 321-322°C
96	5,6-Dimethyl-7-oxo-6,7-dihydro-[1,2,4]triazolo[1,5-a][1,3,5]triazin-2-sulfonsäure-2-ethoxycarbonyl-6-methylanilid	Fp.: 195-197°C

Die nachfolgenden Beispiele erlautern die Anwendungsmoglichkeiten der erfindungsgemäßen Mittel:

Beispiel A

Im Gewächshaus wurden die in der Tabelle aufgeführten Verbindungen in einer Aufwandmenge von 1,0 kg Wirkstoff/ha, suspendiert in 500 Liter Wasser/ha, auf Testpflanzenarten der Gattungen Helianthus und Chrysanthemum im Vor- und Nachauflaufverfahren gespritzt.

Die Schädigung der Unkräuter wurde in einem Bonitурschema von 0 bis 4 drei Wochen nach der Behandlung bonitiert, wobei bedeutet:

0 = keine Wirkung
1 = mittlere Wuchshemmung
2 = starke Wuchshemmung
3 = völlige Wuchshemmung
4 = total vernichtet

Es ergab sich, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen der Beispiele 1 bis 14, 16 bis 19, 21 bis 26, 28, 30, 32 bis 40, 42, 44 bis 47 und 49 bis 96 in diesem Test eine 100%ige Vernichtung (= 4) sowohl im Vorauflauf als auch im Nachauflauf bei den Testpflanzenarten bewirkten.

Beispiel B

Samen mono- und dikotyler Unkräuter sowie die Kulturpflanzen Weizen (Triticum aestivum), Gerste (Hordeum distichum) und Reis (Oryza sativa) wurden in Töpfe mit humushaltigem Sandboden ausgelegt und mit Erde abgedeckt. Die aufgeführten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden als Suspension mit 500 Liter Wasser/ha in einer Aufwandmenge von 0,1 kg Wirkstoff/ha vor dem Auflaufen der Pflanzen auf die Erdoberfläche appliziert.

Nach der Behandlung wurden die Versuchstöpfe im Gewächshaus aufgestellt und die Versuchspflanzen unter guten Wuchsbedingungen kultiviert. Vier Wochen nach der Behandlung wurden die Pflanzenschäden bonitiert. Als Vergleich dienten dabei unbehandelte Kontrollen.

Wie aus der Tabelle ersichtlich wird, wurden alle Unkräuter vernichtet ohne Schädigung der Kulturpflanzen.

In der folgenden Tabelle bedeuten:

0 = keine Wirkung
4 = Vernichtung der Pflanzen

Tr = Triticum aestivum
Ho = Hordeum distichum
Or = Oryza sativa
Se = Setaria sp.
He = Helianthus sp.
St = Stellaria sp.
Ab = Abutilon sp.
Vi = Viola sp.
Br = Brassica sp.
So = Solanum sp.
Ma = Matricaria sp.
Cy = Cyperus sp.
Ec = Echinochloa sp.

Erfindungsgemäße Verbindung	Tr	Ho	Ov	Se	He	St	Ab	Vi	Br	So	Ma	Cv	Ec
Beispiel 3	0	0	0	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4
Beispiel 4	0	0	0	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4
Kontrolle	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Beispiel C

Samen mono- und dikotyler Unkräuter sowie die Kulturpflanzen Weizen (Triticum aestivum), Gerste (Hordeum distichum) und Reis (Oryza sativa) wurden in Töpfe mit humushaltigem Sandboden ausgelegt und mit Erde abgedeckt. Die aufgeführten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden als Suspension mit 500 Liter Wasser/ha in einer Aufwandmenge von 0,1 kg Wirkstoff/ha nach dem Auflaufen der Pflanzen auf die Erdoberfläche appliziert.

Nach der Behandlung wurden die Versuchstöpfe im Gewächshaus aufgestellt und die Versuchspflanzen unter guten Wuchsbedingungen kultiviert. Zwei Wochen nach der Behandlung wurden die Pflanzenschäden bonitiert. Als Vergleich dienten dabei unbehandelte Kontrollen.

Wie aus der Tabelle ersichtlich wird, wurden alle Unkräuter vernichtet ohne Schädigung der Kulturpflanzen.

In der folgenden Tabelle bedeuten:

0 = keine Wirkung

4 = Vernichtung der Pflanzen

Tr = Triticum aestivum
Ho = Hordeum distichum
Or = Oryza sativa
Se = Setaria sp.
He = Helianthus sp.
St = Stellaria sp.
Ab = Abutilon sp.
Vi = Viola sp.
Br = Brassica sp.
So = Solanum sp.
Ma = Matricaria sp.
Cy = Cyperus sp.
Ec = Echinochloa sp.

Erfindungsgemäße Verbindung	Tr	Ho	Or	Se	He	St	Ab	Vi	Br	So	Ma	Cy	Ec
Beispiel 3	0	0	0	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4
Kontrolle	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Beispiel D

Im Gewächshaus wurden die in der Tabelle aufgeführten Verbindungen mit den ebenfalls erwähnten Aufwandmengen appliziert. Hierzu wurden die Wirkstoffe in Gefäße mit 1500 ml Wasser gegeben. Als Testpflanzen wurden Echinochloa crus-galli, Fimbristylis miliacea, Paspalum distichum und Cyperus difformis im 2-bis 5-Blatt-Stadium eingesetzt.
In der folgenden Tabelle bedeuten:

0 = keine Schädigung
1 = schwache Schädigung
2 = mittlere Schädigung
3 = starke Schädigung
4 = total vernichtet

Ec = Echinochloa crus-galli

Fi = Fimbritylis miliacea

Pa = Paspalum distichum

Cy = Cyperus difformis

Erfindungsgemäße Wasserapplikation

Verbindungen	ppm	Ec	Fi	Pa	Cy
Beispiel 2	30	4	4	4	4
Beispiel 3	30	4	4	4	4

Wie die Tabelle zeigt, sind die erfindungsgemäßen Verbindungen stark wirksam gegen wichtige Reisunkräuter.