



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 259 993 A5

4(51) A 01 N 43/36
A 01 N 43/38
A 01 N 43/84

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

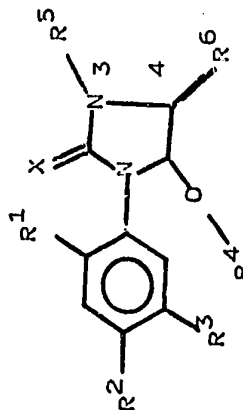
(21)	AP A 01 N / 299 756 4	(22)	06.02.87	(44)	14.09.88
(31)	P3604042.8	(32)	08.02.86	(33)	DE

(71) siehe (73)
 (72) Liebl, Rainer, Dr.; Handte, Reinhard, Dr.; Mildenberger, Hilmar, Dr.; Bauer, Kalus, Dr.; Bieringer, Hermann, Dr., DE
 (73) Hoechst AG, 6230 Frankfurt (Main), DE
 (74) Internationales Patentbüro Berlin, Wallstraße 23/24, Berlin, 1020, DD

(54) Herbizide Mittel

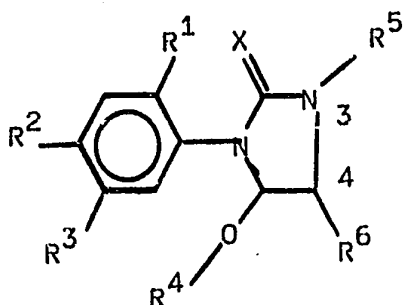
(55) starke herbizide Wirkung, gute Pflanzenverträglichkeit, geeignet auch zur Bekämpfung schwer bekämpfbarer Unkräuter aus Wurzeln, Rhizomen u. a. Dauerorganen

(57) Die Erfindung betrifft herbizide Mittel. Erfindungsgemäß werden als Wirkstoff in den neuen herbiziden Mitteln Verbindungen der Formel I angewandt, worin X Sauerstoff oder Schwefel; R¹ Wasserstoff oder Halogen; R², R³ Wasserstoff, Halogen, (Halogen)alkyl, (subst.) Alkoxy, Cycloalkoxy, (Halogen)alkenyloxy, Cycloalkenyloxy, (Halogen)alkinylcy, Alkoxyalkoxy, (subst.) Phenoxy, (subst.) Phenylthio, (subst.) Phenylsulfanyl, (subst.) Phenylsulfonyl, (subst.) Pyridyloxy, (subst.) Benzyloxy, (subst.) Phenoxyethyl, Alkoxyacetyl, (subst.) Alkylthio, NO₂ oder CN, R⁴ Wasserstoff, (Halogen)alkyl, Alkenyl, Cycloalkyl, Cycloalkenyl, Alkinyl, Alkoxyalkyl, Alkoxyacetylalkyl, Alkylthioalkyl, (subst.) Benzyl oder einen Rest der Formel -C(X)-NHR⁷; R⁵ Wasserstoff, (subst.) Alkyl, Alkenyl, Alkinyl, Cycloalkyl oder eine (subst.) Alkylkette, die an C-Atom (4) gebunden ist, und worin eine CH₂-Gruppe durch O oder S ersetzt sein kann, R⁶ Wasserstoff oder Alkyl bedeuten, besitzen vorteilhafte herbizide Wirkungen. Ausgenommen von diesen Verbindungen sind solche, bei denen, falls R⁵ für CH₃, X für O und R¹ für Wasserstoff steht, R² und R³ H, Halogen, (C₁-C₄)-Alkyl, CF₃, (C₁-C₄)-Alkoxy, Phenoxy, Chlorphenoxy oder Benzyloxy bedeuten.
 Formel I



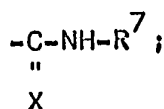
Patentansprüche:

1. Herbizide Mittel, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Verbindung der allgemeinen Formel I



enthalten, worin

- X Sauerstoff oder Schwefel;
 R¹ Wasserstoff oder Halogen;
 R², R³ unabhängig voneinander Wasserstoff, Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Halogenalkyl, (C₁-C₄)-Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₃-C₆)Cycloalkoxy, (C₂-C₄)-Alkenyloxy, (C₂-C₄)-Halogenalkenyloxy, (C₅-C₆)Cycloalkenyloxy, (C₃-C₄)Alkinyloxy, (C₃-C₄)Halogenalkinyloxy, (C₁-C₄)-Alkoxy-(C₁-C₄)alkoxy; (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Halogenalkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkylsulfanyl, (C₁-C₄)Alkylsulfenyl, Phenoxy, Phenylthio, Phenylsulfanyl, Phenylsulfonyl wobei der Phenylring jeweils ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, CF₃ oder NO₂ substituiert sein kann; Pyridyloxy, das ein- oder zweifach durch Halogen oder CF₃ substituiert sein kann; Benzoyloxy, Phenoxy-methyl, die beide im Phenylring ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, CF₃ oder NO₂ substituiert sein können; (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)-alkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)-Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkylthio, NO₂ oder CN,
 R⁴ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, Halogen(C₁-C₄)alkyl, (C₃-C₄)Alkenyl, (C₃-C₄)Cycloalkyl, (C₅-C₆)-Cycloalkenyl, (C₃-C₄)Alkynyl, (C₁-C₄)Alkoxy-(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkylthio(C₁-C₄)alkyl;
 Benzyl, das ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)-Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)-Alkoxy-carbonyl, CF₃, NO₂ oder CN substituiert sein kann oder einen Rest der Formel



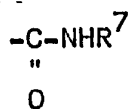
- R⁵ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, (C₃-C₄)Alkenyl, (C₃-C₄)Alkynyl, (C₃-C₆)Cycloalkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkylthio(C₁-C₄)Alkylthio(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkyl oder eine (C₄-C₆)Alkylkette, die das N-Atom (3) mit dem C-Atom (4) des Imidazolin(thio)-on-Ringes verknüpft und bei der eine CH₂-Gruppe durch Sauerstoff oder Schwefel substituiert sein kann und die bis zu zweifach durch (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkoxy-(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl oder (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl substituiert sein kann;
 R⁶ Wasserstoff oder (C₁-C₄)Alkyl,
 R⁷ (C₁-C₆)Alkyl; Phenyl oder Benzyl, jeweils bis zu dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)-Alkoxy, CF₃, NO₂ oder (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl substituiert sein können, bedeuten, mit der Maßgabe, daß wenn R⁵ für CH₃, X für Sauerstoff und R¹ für Wasserstoff steht, R² und R³ nicht H, Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, CF₃, (C₁-C₄)-Alkoxy, Phenoxy, Chlorphenoxy, Benzoyloxy bedeuten dürfen

neben üblichen Hilfsmitteln, Trägerstoffen und Netzmitteln.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie Verbindungen der Formel I gemäß Anspruch 1 enthalten, worin

- R² Fluor, Chlor, Brom, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkylsulfanyl, (C₁-C₄)Alkylsulfenyl oder NO₂;
 R³ Wasserstoff, Chlor, Brom, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Halogenalkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)-Halogenalkoxy, (C₃-C₄)-Alkinyloxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkylthio

oder (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)-alkoxy;
 R⁴ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, Benzyl, das ein- bis dreifach durch Halogen oder (C₁-C₄)Alkyl substituiert ist,
 oder



R⁵ (C₁-C₄)Alkyl oder Butylen, wobei eine CH₂-Gruppe durch Sauerstoff oder Schwefel ersetzt sein kann und das bis zu zweifach durch (C₁-C₄)Alkyl substituiert sein kann,

R⁶ = H und

R⁷ (C₁-C₄)Alkyl
 bedeuten.

3. Mittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie Verbindungen der Formel I gemäß Ansprüchen 1 oder 2 enthalten, worin R¹ = F, R² = F, Cl, Br, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₁-C₄)-Alkylthio oder (C₁-C₄)Alkylsulfonyl; R³ = (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkoxy, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkylthio oder Propargyloxy, R⁴ = H, R⁵ = (C₁-C₄)Alkyl, -CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-, -CH₂-CH₂-O-CH₂- oder -CH₂-CH₂-S-CH₂-, wobei die letzten drei Reste durch (C₁-C₄)Alkyl ein- bis zweifach substituiert sein kann und das C-Atom (α) dieser Reste an C-Atom (4) des Imidazolidin(thi)on-Ringes geknüpft ist, und R⁶ = H bedeuten.
4. Verwendung von Verbindungen der allgemeinen Formel I von Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie als Herbizide eingesetzt werden.
3. Verfahren zur Bekämpfung von unerwünschten Pflanzen, **dadurch gekennzeichnet**, daß man eine wirksame Menge einer Verbindung der Formel I von Anspruch 1, 2 oder 3 auf die zu behandelnden Anbauflächen oder die Pflanzen aufbringt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft herbizide Mittel mit einem Gehalt an neuen Imidazolidin(thi)on-Derivaten.

Die erfindungsgemäßen Mittel werden angewandt in der Landwirtschaft zur Unkrautbekämpfung in landwirtschaftlichen Kulturen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Herbizide mit einer Imidazolidinon-Struktur sind aus der Internationalen Patentanmeldung WO/01383 bekannt.

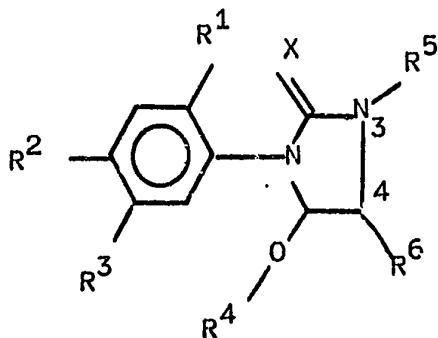
Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung neuer Mittel mit starker herbizider Wirkung, die geeignet sind auch zur Bekämpfung schwer bekämpfbarer Unkräuter, die aus Rhizomen, Wurzelstöcken oder anderen Dauerorganen austreiben.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, neue Verbindungen aufzufinden, die als Wirkstoff in herbiziden Mitteln mit den gewünschten Eigenschaften geeignet sind.

Erfindungsgemäße werden als Wirkstoff in den neuen herbiziden Mitteln Verbindungen der Formel I



angewandt, worin

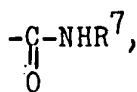
- X Sauerstoff oder Schwefel;
 R¹ Wasserstoff oder Halogen;
 R², R³ unabhängig voneinander Wasserstoff, Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Halogenalkyl, (C₁-C₄)-Alkoxy, (C₁-C₄)-Halogenalkoxy, (C₃-C₆)Cycloalkoxy, (C₂-C₄)-Alkenyloxy, (C₂-C₄)Halogenalkenyloxy, (C₅-C₆)Cycloalkenyloxy, (C₃-C₄)Alkinyloxy, (C₃-C₄)-Halogenalkinyloxy, (C₁-C₄)-Alkoxy-(C₁-C₄)alkoxy; (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl-(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)-Halogenalkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkylsulfinyl, (C₁-C₄)Alkylsulfonyl; Phenoxy, Phenylthio, Phenylsulfinyl, Phenylsulfonyl, wobei der Phenylring jeweils ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, CF₃ oder NO₂ substituiert sein kann; Pyridyloxy, das ein- oder zweifach durch Halogen oder CF₃ oder NO₂ substituiert sein kann; Pyridyloxy, das ein- oder zweifach durch Halogen oder CF₃ substituiert sein kann; Benzyl, die beide im Phenylring ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)-Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, CF₃ oder NO₂ substituiert sein können; (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl-(C₁-C₄)-alkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl-(C₁-C₄)-alkylthio, NO₂ oder CN,
 R⁴ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, Halogen(C₁-C₄)alkyl, (C₃-C₄)Alkenyl, (C₃-C₄)Cycloalkyl, (C₅-C₆)Cycloalkenyl, (C₃-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)-Alkoxy-(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl-(C₁-C₄)alkyl, (C₁-C₄)Alkylthio(C₁-C₄)alkyl; Benzyl, das ein- bis dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)-Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl, CF₃, NO₂ oder CN substituiert sein kann oder einen Rest der Formel

$$\begin{array}{c} \text{---C---NH---R}^7 \\ \parallel \\ \text{X} \end{array}$$

 R⁵ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, (C₃-C₄)Alkenyl, (C₃-C₄)Alkyl, (C₃-C₆)Cycloalkyl, (C₁-C₄)Alkoxy(C₁-C₄)-alkyl, (C₁-C₄)Alkylthio(C₁-C₄)-alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkyl oder eine (C₄-C₅)Alkylkette, die das N-Atom (3) mit dem C-Atom (4) des Imidazolin(thi)on-Ringes verknüpft und bei der eine CH₂-Gruppe durch Sauerstoff oder Schwefel substituiert sein kann und die bis zu zweifach durch (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl, (C₁-C₄)Alkoxy(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl oder (C₁-C₄)-Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkoxy-carbonyl substituiert sein kann;
 R⁶ Wasserstoff oder (C₁-C₄)Alkyl,
 R⁷ (C₁-C₆)Alkyl; Phenyl oder Benzyl, jeweils bis zu dreifach durch Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, CF₃, NO₂ oder (C₁-C₄)-Alkoxy-carbonyl substituiert sein können, bedeuten, mit der Maßgabe, daß wenn R⁵ für CH₃, X für Sauerstoff und R¹ für Wasserstoff steht, R² und R³ nicht H, Halogen, (C₁-C₄)Alkyl, CF₃, (C₁-C₄)Alkoxy, Phenoxy, Chlorphenoxy, Benzyl, die beiden bedeuten dürfen.

Bevorzugte Verbindungen der Formel I sind solche, bei denen

- R² Fluor, Chlor, Brom, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkylsulfinyl, (C₁-C₄)Alkylsulfonyl oder NO₂;
 R³ Wasserstoff, Chlor, Brom, (C₁-C₄)Alkyl, (C₁-C₄)Halogenalkyl, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₃-C₄)-Alkinyloxy, (C₁-C₄)-Alkylthio, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl-(C₁-C₄)alkylthio oder (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)-alkoxy;
 R⁴ Wasserstoff, (C₁-C₄)Alkyl, Benzyl, das ein- bis dreifach durch Halogen oder (C₁-C₄)Alkyl substituiert ist, oder



R⁵ (C₁-C₄)Alkyl oder Butyl, wobei eine CH₂-Gruppe durch Sauerstoff oder Schwefel ersetzt sein kann und das bis zu zweifach durch (C₁-C₄)Alkyl substituiert sein kann,

R⁶ = H und

R⁷ (C₁-C₄)Alkyl
 bedeuten.

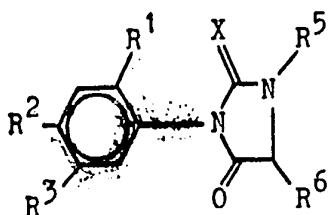
Falls R⁵ eine (C₄-C₅)Alkylkette bedeutet, bei der eine CH₂-Gruppe durch O oder S substituiert ist, kommt insbesondere in Betracht der Rest -CH₂-CH₂-O-CH₂- oder -CH₂-CH₂-S-CH₂-, der durch (C₁-C₄)Alkyl substituiert sein kann.

Als besonders bevorzugte Verbindungen der Formel I sind solche anzusehen, bei denen R¹ = F, R² = F, Cl, Br, (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio oder (C₁-C₄)Alkylsulfonyl; R³ = (C₁-C₄)Alkoxy, (C₁-C₄)Halogenalkoxy, (C₁-C₄)Alkylthio, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkoxy, (C₁-C₄)Alkoxy-carbonyl(C₁-C₄)alkylthio oder Propargyloxy, R⁴ = H, R⁵ = (C₁-C₄)Alkyl, -CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-, -CH₂-CH₂-O-CH₂- oder -CH₂-CH₂-S-CH₂-, wobei die letzten drei Reste durch (C₁-C₄)Alkyl ein- bis zweifach substituiert sein kann und das C-Atom α dieser Reste an C-Atom (4) des Imidazolin(thi)on-Ringes geknüpft ist, und R⁶ = H bedeuten.

Die Erfindung umfaßt auch alle Stereoisomeren oder deren Gemische der Verbindungen der Formel I.

Halogenalkyl, -alkenyl, -alkinyl, -alkoxy bedeutet, daß die betreffenden aliphatischen Reste durch ein- oder mehrere Chlor-, Fluor- oder Bromatome substituiert sind. Hierunter zählen beispielsweise CF₃, 1,1,2,2-Tetrafluorethoxy-, 2,2-Dichlor-1,1-difluor-ethoxy oder 2-Chlor-1,1,2-trifluorethoxy, -O-C(Cl)=CHCl, -OCF₂-CFBrH, -O-CH₂-CH₂-Cl, -OCF₂-CFH-CF₃, -CF₂Cl, -CF₂CHF₂, -CH₂CF₃, -CF₂CHFCI, -CF₂CHF-CF₃.

Ein weiterer Gegenstand der Anmeldung sind Verfahren zur Herstellung der Verbindungen der Formel I, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der Formel II reduziert und die so erhaltenen Verbindungen I mit R⁴ = Wasserstoff gewünschtenfalls am Sauerstoff zu den übrigen Verbindungen der Formel I verestert.



II

Als Reduktionsmittel für diese Umsetzung dienen vorzugsweise Metallhydride wie z. B. Lithiumaluminiumhydrid oder Natriumborhydrid. Die Reduktion wird bei Verwendung von Natriumborhydrid in einem niederen Alkohol, einem Alkohol-Wasser-Gemisch oder einem Ether, wie z. B. Tetrahydrofuran, Diethylether, Dimethoxyethan als Lösungsmittel durchgeführt.

Bei Verwendung von Lithiumaluminiumhydrid wird die Reaktion in wasserfreiem Ether wie THF, Dimethoxyethan durchgeführt.

Die Temperaturen für die Reduktion liegen bei 0–80°C, vorzugsweise bei 10–40°C.

Die Veresterung der Verbindungen I mit $R^4 = OH$ kann mit einem entsprechenden Alkylierungsmittel in Gegenwart einer anorganischen Base wie z. B. Kaliumcarbonat, Alkalimetallhydroxid oder auch Natriumhydrid oder in Gegenwart einer organischen Base wie z. B. Triethylamin oder Pyridin erfolgen. Die Reaktionstemperaturen können zwischen Raumtemperatur und dem Siedepunkt des Lösungsmittels variieren.

Als Lösungsmittel hierfür eignen sich alle unter den Reaktionsbedingungen inerten organischen Lösungsmittel. Als Beispiele seien genannt: Toluol, Acetonitril, Dimethylformamid, Aceton.

Ferner können die Verbindungen I ($R = OH$) mit einem Iso(thio)cyanat in einem unter den Reaktionsbedingungen inerten organischen Lösungsmittel wie z. B. Toluol, Aceton, Acetonitril, vorzugsweise in Gegenwart katalytischer Mengen einer organischen Base, wie z. B. Triethylamin, Pyridin oder auch 1,4-Diaza-bicyclo[2.2.2]octan carbamoyliert werden.

Die Ausgangsprodukte der Formel II sind zum Teil bekannt (EP-A 70389, EP-A 104532) oder lassen sich auf einfache, dem Fachmann geläufige Art aus den entsprechenden Iso(thio)cyanaten und Piperidin-2-carbonsäuren oder deren Ester bzw. N-substituierten Glycinen herstellen, s. hierzu, Beiträge zur chemischen Physiologie und Pathologie 11, S. 160.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I weisen eine ausgezeichnete herbizide Wirksamkeit gegen ein breites Spektrum wirtschaftlich wichtiger mono- und dikotylar Schadpflanzen auf. Auch schwer bekämpfbare perennierende Unkräuter, die aus Rhizomen, Wurzelstöcken oder anderen Dauerorganen austreiben, werden durch die Wirkstoffe gut erfaßt. Dabei ist es gleichgültig, ob die Substanzen im Vorsaats-, Vorauf- oder Nachaufverfahren ausgebracht werden.

Werden die erfindungsgemäßen Verbindungen vor dem Keimen auf die Erdoberfläche appliziert, so wird entweder das Auflaufen der Unkrautkeimlinge vollständig verhindert, oder die Unkräuter wachsen bis zum Keimblattstadium heran, stellen jedoch dann ihr Wachstum ein und sterben schließlich nach Ablauf von drei bis fünf Wochen vollkommen ab. Bei Applikation der Wirkstoffe auf die grünen Pflanzenteile im Nachaufverfahren tritt ebenfalls sehr rasch nach der Behandlung ein drastischer Wachstumsstopp ein, und die Unkrautpflanzen bleiben in dem zum Applikationszeitpunkt vorhandenen Wachstumsstadium stehen oder sterben nach einer gewissen Zeit mehr oder weniger schnell ganz ab, so daß auf diese Weise eine für die Kulturpflanzen schädliche Unkrautkonkurrenz sehr früh und nachhaltig durch den Einsatz der neuen erfindungsgemäßen Mittel beseitigt werden kann.

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

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

Die erfindungsgemäßen Mittel können als Spritzpulver, emulgierbare Konzentrate, versprühbare Lösungen, Stäubemittel, Beizmittel, Dispersionen, Granulate oder Mikrogranulate in den üblichen Zubereitungen angewendet werden. Spritzpulver sind in Wasser gleichmäßig dispergierbare Präparate, die neben dem Wirkstoff außer gegebenenfalls einem Verdünnungs- oder Inertstoff noch Netzmittel, z. B. polyoxethylierte Alkylphenole, polyoxethylierte Fettalkohole, Alkyl- oder Alkylphenylsulfonate und Dispergiermittel z. B. ligninsulfonsaures Natrium, 2,2'-dinaphthylmethan-6,6'-disulfonsaures Natrium, dibutyl-naphthalinsulfonsaures Natrium oder auch oleoylmethyltaurinsäures Natrium enthalten. Die Herstellung erfolgt in üblicher Weise, z. B. durch Mahlen und Vermischen der Komponenten.

Emulgierbare Konzentrate können z. B. durch Auflösen des Wirkstoffes in einem inerten organischen Lösungsmittel, z. B. Butanol, Cyclohexanon, Dimethylformamid, Xylol oder auch höhersiedenden Aromaten oder Kohlenwasserstoffen unter Zusatz von einem oder mehreren Emulgatoren hergestellt werden. Bei flüssigen Wirkstoffen kann der Lösungsmittelanteil auch ganz oder teilweise entfallen. Als Emulgatoren können beispielsweise verwendet werden: Alkylarylsulfonsäure Calciumsalze wie Caddodecylbenzolsulfonat oder nichtionische Emulgatoren wie Fettsäurepolyglykolester, Alkyl-aryl-polyglykolether, Fettalkoholpolyglykolether, Propylenoxid-Ethylenoxid-Kondensationsprodukte, Fettalkohol-Propylenoxid-Ethylenoxid-Kondensationsprodukte, Alkylpolyglykolether, Sorbitanfettsäureester, Polyoxethylensorbitanfettsäureester oder Polyoxethylensorbitester.

Stäubemittel kann man durch Vermahlen des Wirkstoffes mit feinverteilten, festen Stoffen z. B. Talkum, natürlichen Tonen wie Kaolin, Bentonit, Pyrophyllit oder Diatomeenerde erhalten.

Granulate können entweder durch Verdüsen des Wirkstoffes auf adsorptionsfähiges, granuliertes Inertmaterial hergestellt oder durch Aufbringen von Wirkstoffkonzentrationen mittels Bindemitteln, z. B. Polyvinylalkohol, polyacrylsaurem Natrium oder auch Mineralölen auf die Oberfläche von Trägerstoffen, wie Sand, Kaolinite oder von granuliertem Inertmaterial. Auch können geeignete Wirkstoffe in der für die Herstellung von Düngemittelgranulaten üblichen Weise, gewünschtenfalls in Mischung mit Düngemitteln, granuliert werden.

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

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

Zur Anwendung werden die in handelsüblicher Form vorliegenden Konzentrate gegebenenfalls in üblicher Weise verdünnt, z. B. bei Spritzpulvern, emulgierbaren Konzentraten, Dispersionen und teilweise auch bei Mikrogranulaten mittels Wasser.

Staubförmige und granuliert Zubereitungen sowie versprühbare Lösungen werden vor der Anwendung üblicherweise nicht mehr mit weiteren inerten Stoffen verdünnt.

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

Auch Mischungen oder Mischformulierungen mit anderen Wirkstoffen, wie z. B. Insektiziden, Akariziden, Herbiziden, Düngemitteln, Wachstumsregulatoren oder Fungiziden sind gegebenenfalls möglich.

Ausführungsbeispiel

Nachfolgende Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung.

A. Formulierungsbeispiele

Ein Stäubemittel wird erhalten, indem man 10 Gewichtsteile Wirkstoff und 90 Gewichtsteile Talkum oder Inertstoff mischt und in einer Schlagmühle zerkleinert.

Ein in Wasser leicht dispergierbares, benetzbares Pulver wird erhalten, indem man 25 Gewichtsteile Wirkstoff, 64 Gewichtsteile kaolinhaltigen Quarz als Inertstoff, 10 Gewichtsteile ligninsulfonsaures Kalium und 1 Gewichtsteil oleoylmethyltaurinsaures Natrium als Netz- und Dispergiermittel mischt und in einer Stiftmühle mahlt.

Ein in Wasser leicht dispergierbares Dispersionskonzentrat wird erhalten, indem man 20 Gewichtsteile Wirkstoff mit 6 Gewichtsteilen Alkylphenolpolyglykolether (Triton X207), 3 Gewichtsteilen Isotridecanolpolyglykolether (8AeO) und 71 Gewichtsteile paraffinischem Mineralöl (Siedebereich z. B. ca. 255°C bis über 377°C) mischt und in einer Reibkugelmühle auf eine Feinheit von unter 5 Mikron vermahlt.

Ein emulgierbares Konzentrat wird erhalten aus 15 Gewichtsteilen Wirkstoff, 75 Gewichtsteilen Cyclohexanon als Lösungsmittel und 10 Gewichtsteilen oxethyliertes Nonylphenyl (10AeO) als Emulgator.

B. Chemische Beispiele

Beispiel 1

3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-hydroxy-1-methylimidazol-2-on

Man löst 27,3 g (0,10 mol) 3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxyphenyl)-1-methylimidazol-2,4-dion in 200 ml Methanol und gibt 5,7 g (0,15 mol) Natriumborhydrid portionsweise zu, so daß die Temperatur auf 30–35°C steigt. Nach beendeter Zugabe wird 1 h bei 30°C nachgerührt. Man gießt auf 500 ml Eiswasser und saugt den ausgefallenen Niederschlag ab. Nach dem Trocknen erhält man 25,2 g (92% d. Th.) 3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-hydroxy-1-methylimidazol-2-on in Form farbloser Kristalle mit Schmp. 138–140°C.

Beispiel 2

4-Hydroxy-1-methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2-on

Man löst 16,0 g (0,05 mol) 1-Methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2,4-dion in 100 ml Isopropanol und gibt 2,85 g (0,075 mol) Natriumborhydrid so zu, daß die Temperatur auf 40°C steigt. Nach beendeter Zugabe wird noch 30 min bei 40°C nachgerührt und auf 300 ml Eiswasser gegossen. Man extrahiert 2 mal mit je 100 ml Methylenchlorid, wäscht die vereinigten Methylenchloridphasen mit 100 ml Wasser und trocknet über Natriumsulfat. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man 15,4 g (96% d. Th.) 4-Hydroxy-1-methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2-on in Form eines hellgelben zähen Öls.

Beispiel 3

1-Butyl-3-(4-chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-hydroxyimidazol-2-thion

Man löst 33,3 g (0,10 mol) 1-Butyl-3-(4-chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-oxo-2-thioimidazol-2-on in 300 ml Methanol und gibt 5,7 g (0,15 mol) Natriumborhydrid so zu, daß die Temperatur auf 30°C ansteigt. Nach beendeter Zugabe wird noch 30 min bei 30°C gerührt und auf 800 ml Eiswasser gegossen. Der Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet. Man erhält 31,8 g (95% d. Th.) 1-Butyl-3-(4-chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-hydroxyimidazol-2-thion in Form farbloser Kristalle mit Schmp. 137 bis 138°C.

Beispiel 4

3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-1-methyl-4-(N-methyl-carbamoyloxy)-imidazol-2-on

Man löst 27,6 g (0,10 mol) 3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-4-hydroxy-1-methylimidazol-2-on (Bsp. 1) in 200 ml Acetonitril, gibt 50 mg Diazabicyclo[2.2.2]octan dazu und tropft bei 20°C 6,84 g (0,12 mol) Methylisocyanat zu. Man rührt 5 h bei 50°C und destilliert das Lösungsmittel ab. Der verbleibende feste Rückstand wird in 200 ml Ether aufgekocht und im Eisbad abgekühlt. Der Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet. Man erhält 31,0 g (93% d. Th.) 3-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-1-methyl-4-(N-methyl-carbamoyloxy)-imidazol-2-on in Form farbloser Kristalle mit Schmp. 128–131°C.

Beispiel 5

4-Benzoyloxy-1-methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2-on

Man löst 16,1 g (0,05 mol) 4-Hydroxy-1-methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2-on in 150 ml Acetonitril und gibt bei 5°C 1,50 g Natriumhydrid (80%ig in Weißöl) zu. Man rührt 10 min bei 5°C und tropft anschließend bei 5°C 6,40 g (0,05 mol) Benzylchlorid zu. Man rührt 5 h bei 50°C und gießt auf 400 ml Eiswasser. Man extrahiert 2 mal mit je 100 ml Methylenchlorid, wäscht die vereinigten Methylenchloridphasen mit 100 ml Wasser und trocknet über Natriumsulfat. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man 19,4 g (94% d. Th.) 4-Benzoyloxy-1-methyl-3-[3-methyl-4-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)-phenyl]-imidazol-2-on in Form eines hellgelben Öles.

Beispiel 6

8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7-hydroxy-9-oxo-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan

31,3 g (0,10 mol) 8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7,9-dioxo-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan wurden in 200 ml Methanol gelöst. Man gab portionsweise 5,7 g (0,15 mol) Natriumborhydrid so zu, daß die Temperatur bei 30–40°C gehalten wurde. Nach beendeter Zugabe wurde noch 1 h bei 30°C gerührt und auf 500 ml Wasser gegossen. Der ausgefallene Niederschlag wurde

abgesaugt und getrocknet. Man erhielt 29,8 g (94% d. Th.) 8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7-hydroxy-9-oxo-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan in Form farbloser Kristalle mit Schmp. 155-157°C.

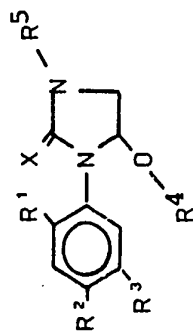
Beispiel 7

8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7-hydroxy-9-thio-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan

32,9 g (0,10 mol) 8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7-oxo-9-thio-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan wurden in 250 ml Ethanol gelöst. Man gab portionsweise 5,7 g (0,15 mol) Natriumborhydrid so zu, daß die Temperatur bei 30°C gehalten wurde. Nach beendeter Zugabe wurde noch 30 min bei 30°C nachgerührt und auf 600 ml Eiswasser gegossen. Der Niederschlag wurde abgesaugt, getrocknet und aus Methanol umkristallisiert. Man erhielt 24,9 g (75% d. Th.) 8-(4-Chlor-2-fluor-5-methoxy-phenyl)-7-hydroxy-9-thio-1,8-diaza-bicyclo[4.3.0]nonan in Form farbloser Kristalle mit Schmp. 208-215°C.

In analoger Weise lassen sich die Verbindungen der nachfolgenden Tabellen IA, IB und IC erhalten.

Tabelle 1A



Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	X	Fp [°C]
8	F	Cl	OC ₂ H ₅	CH ₃	n-C ₄ H ₉	O	
9	F	Cl	-OCH ₃	H	-i-C ₃ H ₇	O	gelbes Öl
10	F	Cl	"	CH ₃	CH ₃	O	"
11	F	Cl	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	"	O	"
12	F	Cl	-O-CH ₂ -CO ₂ C ₂ H ₅	H	"	O	
13	F	Cl	-OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	H	"	O	
14	F	Cl	-SCH ₃	H	"	O	
15	F	Cl	-S-CH ₂ -CO ₂ C ₂ H ₅	H	"	O	
16	F	Cl	-O-i-C ₃ H ₇	-C(=O)NHCH ₃	"	O	
17	F	Cl	-OCH ₃	"	"	S	
18	F	Cl	-O-i-C ₃ H ₇	-C(=O)NHC ₂ H ₅	"	S	
19	F	Cl	-OCH ₃	H	-i-C ₃ H ₇	S	
20	F	Cl	-O-CH ₂ -CO ₂ C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	S	

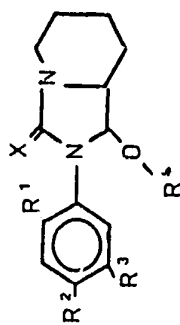
Fortsetzung Tabelle IA

Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁵	R ⁴	X	Fp [°C]
21	F	Cl	-O-CH ₂ CH ₂ -OCH ₃	CH ₃	H	S	
22	F	Cl	-O-CH ₂ -O-CH ₃	"	H	S	
23	F	Cl	-OCH ₃	"	CH ₃	S	
24	F	Cl	"	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	S	
25	Cl	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	"	H	O	gelbes Harz
26	Cl	Cl	"	"	H	S	
27	H	-OC ₂ H ₅	-CO ₂ C ₂ H ₅	CH ₃	H	O	
28	H	"	-CF ₃	-i-C ₃ H ₇	H	O	
29	H	-OCH ₃	"	CH ₃	H	S	
30	H	-OCH ₂ OCH ₃	"	"	H	O	
31	H	-OC ₂ H ₅	-CN	"	H	O	
32	H	"	-NO ₂	"	H	O	
33	H	"	-CF ₃	"	H	S	
34	H	"	"	-i-C ₃ H ₇	H	S	
35	H	"	"	CH ₃	-C-NHCH ₃ O	S	
36	H	"	"	"	"	S	
37	H	"	"	"	CH ₃	S	

Fortsetzung Tabelle 1A

Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁵	R ⁴	X	Fp [°C]
38	H	-OC ₂ H ₅	-CF ₃	CH ₃	-CH ₂ -C ₆ H ₅	S	
39	H	"	"	"	-i-C ₃ H ₇	S	
40	H	-O-CF ₂ -CHCl ₂	CH ₃	CH ₃	H	O	125-126
41	H	"	"	"	CH ₃	O	
42	H	"	"	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	O	
43	H	"	"	"	-C-NHCH ₃	O	
					O		
44	H	-OF ₂ -CHF ₂	"	"	H	O	gelbes Harz
45	H	"	"	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	O	"
46	H	"	"	"	CH ₃	O	"
47	H	"	"	"	-C-NHCH ₃	O	"
					O		
48	H	-O-CF ₂ -CHFCI	"	"	H	O	
49	H	-OCF ₃	"	"	H	O	
50	H	-O-CCl=CHCl	"	"	H	O	
51	H	-O-CF ₂ -CFBrH	"	"	H	O	
52	H	-O-CH ₂ -CH ₂ Cl	"	"	H	O	
53	H	-O-CF ₂ -CFH-CF ₃	"	"	H	O	

Table 1B



Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Fp [°C]
54	F	Cl	-O-i-C ₃ H ₇	H	0	
55	F	Cl	-O-CH ₂ -CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	0e1
56	F	Cl	-O-CH(CH) ₃ -CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	"
57	F	Cl	-S-CH ₂ -CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	
58	F	Cl	-S-C ₂ H ₅	H	0	
59	F	Cl	-OCH ₃	-C(=O)-NHCH ₃	0	
60	F	Cl	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	0	
61	F	Cl	"	-CH ₃	0	
62	H	Br	H	H	0	152-154
63	H	Br	H	-C(=O)-NHCH ₃	0	
64	H	Br	H	CH ₃	0	

Fortsetzung Tabelle 1B

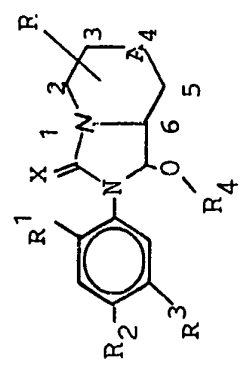
Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Fp [°C]
65	H	-O-CF ₂ -CHF ₂	H	H	0	178-180
66	H	-O-CF ₂ -CHF ₂	CH ₃	H	0	
67	H	-O-CF ₂ -CF ₂ -CF ₃	"	H	0	
68	H	-O-CF ₂ -CHFCl	"	H	0	
69	H	-O-CF ₂ -CHCl ₂	"	H	0	
70	H	-OC ₂ H ₅	CF ₃	H	0	
71	H	-OC ₂ H ₅	"	-C-NHCH ₃ O	0	
72	H	"	-CO ₂ CH ₃	H	0	
73	H	"	CN	H	0	
74	H	"	NO ₂	H	0	
75	H	Cl	Cl	H	0	
76	H	CH ₃	Cl	H	0	169-172
77	F	F	H	H	0	
78	F	F	CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	
79	F	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	
80	Cl	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	158-160
81	H	Cl	- OCH ₃	H	0	

Fortsetzung Tabelle 1B

Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Fp [°C]
82	H	Br	-OCH ₃	H	O	
83	H	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	H	O	Sirup
84	H	Br	"	H	O	
85	H	Cl	"	-C(=O)NHCH ₃	O	
86	F	Cl	-O-iC ₃ H ₇	H	S	
87	F	Cl	-OCH ₃	-C(=O)NHCH ₃	S	
88	F	Cl	"	-CH ₃	S	
89	F	Cl	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	S	
90	H	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	H	S	
91	H	Br	"	H	S	
92	H	Br	-OCH ₃	H	S	
93	H	Cl	"	H	S	
94	H	Cl	H	CH ₃	O	
95	H	Cl	H	H	O	138-143
96	H	Cl	H	-C(=O)NHCH ₃	O	158-160

Bsp.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Fp (°C)
97	H	Cl	-CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	Harz
98	H	-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	-CF ₃	H	0	135-137
99	F	Br	-OCH ₂ C≡CH	H	0	Glas
100	H	Br	-CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	Glas
101	H	F	-CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	Sirup
102	F	Cl	-OCH ₂ -C≡CH	H	S	198-204

Tablelle 1C



Bsp.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	X	R	A	Fp (°C)
103	F	Cl	-OCH ₃	H	0	2-CH ₃	CH ₂	Glas
104	F	Cl	-OCH ₂ -C≡CH	H	0	2-CH ₃	CH ₂	Glas
105	F	Cl	-CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	2-CH ₃	CH ₂	Glas
106	F	Cl	-O-CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	2-CH ₃	CH ₂	Glas
107	H	Cl	-CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	2-CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	CH ₂	Glas
108	F	Cl	-OCH ₃	H	0	3-CO ₂ C ₂ H ₅	CH ₂	Glas
109	F	Cl	-OCH ₃	H	0	5-C ₂ H ₅	CH ₂	Sirup
110	F	Cl	-OCH ₃	H	0	6-CH ₃	CH ₂	Harz
111	H	Cl	H	H	0	2-CH ₃	S	Harz
112	F	Cl	-OCH ₃	H	0	H	S	139-144
113	F	Cl	-OCH(CH ₃)CO ₂ C ₂ H ₅	H	0	H	S	Glas
114	F	Cl	-OCH ₃	H	S	H	S	184-188
115	F	Cl	-OCH ₃	H	0	H	O	Glas
116	F	Cl	-OCH ₃	H	S	H	O	Harz

Biologische Beispiele

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

Dabei bedeutet:

0 = ohne Wirkung bzw. Schaden

1 = 0– 20% Wirkung bzw. Schaden

2 = 20– 40% Wirkung bzw. Schaden

3 = 40– 60% Wirkung bzw. Schaden

4 = 60– 80% Wirkung bzw. Schaden

5 = 80–100% Wirkung bzw. Schaden

1. Unkrautwirkung im Voraufbau

Samen bzw. Rhizomstücke von mono- und dikotylen Unkrautpflanzen wurden in Plastiktöpfen ($\varnothing = 9$ cm) in sandiger Lehmerde ausgelegt und mit Erde abgedeckt. Die in Form von benetzbaren Pulvern oder Emulsionskonzentraten formulierten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden dann als wässrige Suspensionen bzw. Emulsionen mit einer Wasseraufwandmenge von umgerechnet 600–800 l/ha in unterschiedlichen Dosierungen auf die Oberfläche der Abdeckerde appliziert. Nach der Behandlung wurden die Töpfe im Gewächshaus aufgestellt und unter guten Wachstumsbedingungen für die Unkrautpflanzen gehalten (Temperatur 23 plus/minus 1°C, relative Luftfeuchte 60–80%).

Die optische Bonitur der Pflanzen- bzw. Aufbausschäden erfolgte nach dem Auflaufen der Versuchspflanzen nach einer Versuchszeit von 3–4 Wochen im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen.

Wie die Boniturnwerte in Tabelle 2 zeigen, weisen die erfindungsgemäßen Verbindungen eine gute herbizide Voraufbauwirksamkeit gegen ein breites Spektrum von Ungräsern und Unkräutern auf.

2. Unkrautwirkung im Nachaufbau

Samen bzw. Rhizomstücke von mono- und dikotylen Unkräutern wurden in Plastiktöpfen ($\varnothing = 9$ cm) in sandigem Lehmboden ausgelegt, mit Erde abgedeckt und im Gewächshaus unter guten Wachstumsbedingungen angezogen. Drei Wochen nach der Aussaat wurden die Versuchspflanzen im Dreiblattstadium behandelt.

Die als Spritzpulver bzw. als Emulsionskonzentrate formulierten erfindungsgemäßen Verbindungen wurden in verschiedenen Dosierungen mit einer Wasseraufwandmenge von umgerechnet 600 l/ha auf die grünen Pflanzenteile gesprüht und nach ca. 3–4 Wochen Standzeit der Versuchspflanzen im Gewächshaus unter optimalen Wachstumsbedingungen (Temperatur 23 plus/minus 1°C, relative Luftfeuchte 60–80%) die Wirkung der Präparate optisch im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen bonitiert.

Die erfindungsgemäßen Mittel weisen auch im Nachaufbau eine gute herbizide Wirksamkeit gegen ein breites Spektrum wirtschaftlich wichtiger Ungräser und Unkräuter auf. (Tabelle 3).

Tabelle 2 Voraufbauwirkung der Verbindungen

Bsp.	Dosis kg a. i./ha)	herbizide Wirkung			
		SIA	CRS	ECG	LOM
1	2,5	5	5	5	5
5	2,5	4	5	5	4
7	2,5	5	5	5	5
8	2,5	4	4	2	3
3	2,5	5	3	3	4
6	2,5	5	5	5	5
2	2,5	5	5	5	5
4	2,5	4	5	5	4
9	2,5	5	5	5	5
10	2,5	5	5	2	3
99	2,5	5	5	5	5
112	2,5	4	4	3	4

Tabelle 3 Nachaufbauwirkung der Verbindungen

Bsp.	Dosis (kg a. i./ha)	herbizide Wirkung			
		SIA	CRS	ECG	LOM
7	2,5	4	3	5	3
3	2,5	5	5	4	2
6	2,5	5	5	5	4
2	2,5	5	5	5	4
5	2,5	5	1	5	2
9	2,5	5	5	4	4
55	2,5	4	3	2	2
99	2,5	5	5	5	5
112	2,5	5	3	3	4

Abkürzungen

SIA = *Sinapis alba*

CRS = *Chrysanthemum segetum*

ECG = *Echinochloa crus-galli*

LOM = *Lolium multiflorum*

a. i. = Aktivsubstanz

3. Kulturpflanzenverträglichkeit

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

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

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

4. Herbizide Wirkung bei Anwendung in Reis

Knollen und Rhizome bzw. Jungpflanzen oder Samen von Reis und verschiedenen Reiskräutern wie Cyperus-Arten, Eleocharis, Scirpus und Echinochloa wurden in geschlossenen Töpfen von 13 cm Durchmesser in spezielle Reiserde ausgelegt bzw. -gepflanzt und mit Wasser bis zu einer Höhe von 1 cm über dem Boden angestaut. Ebenso wurde mit Reispflanzen verfahren.

Im Voraufverfahren, d. h. 3-4 Tage nach dem Anpflanzen wurden die erfindungsgemäßen Verbindungen in Form wäßriger Suspensionen oder Emulsionen ins Bewässerungswasser gegossen oder als Granulate ins Wasser gestreut.

Im Nachaufverfahren erfolgte die geschilderte Behandlung im Dreiblattstadium der Unkräuter und des Reises.

Jeweils drei Wochen später wurde die herbizide Wirkung und eine eventuelle Schädigung gegenüber Reis bonitiert. Die Ergebnisse zeigten, daß sich die erfindungsgemäßen Verbindungen zur selektiven Unkrautbekämpfung in Reis eignen.

Gegenüber bisherigen Reisherbiziden zeichnen sich die erfindungsgemäßen Verbindungen dadurch aus, daß sie zahlreiche, insbesondere auch schwer bekämpfbare Unkräuter, die aus Dauerkornen keimen, wirkungsvoll bekämpfen und dabei von Reis toleriert werden.