

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4825384号
(P4825384)

(45) 発行日 平成23年11月30日(2011.11.30)

(24) 登録日 平成23年9月16日(2011.9.16)

(51) Int.Cl.

F 1

C07D 409/12

(2006.01)

C07D 409/12

C S P

A01N 47/36

(2006.01)

A01N 47/36

T O I E

A01P 13/02

(2006.01)

A01P 13/02

請求項の数 7 (全 42 頁)

(21) 出願番号

特願2001-515672 (P2001-515672)

(86) (22) 出願日

平成12年7月25日 (2000.7.25)

(65) 公表番号

特表2003-506449 (P2003-506449A)

(43) 公表日

平成15年2月18日 (2003.2.18)

(86) 国際出願番号

PCT/EP2000/007096

(87) 国際公開番号

W02001/010863

(87) 国際公開日

平成13年2月15日 (2001.2.15)

審査請求日

平成19年7月18日 (2007.7.18)

(31) 優先権主張番号

199 37 118.0

(32) 優先日

平成11年8月6日 (1999.8.6)

(33) 優先権主張国

ドイツ (DE)

前置審査

(73) 特許権者 591063187

バイエル アクチエンゲゼルシャフト
B a y e r A k t i e n g e s e l l s
c h a f tドイツ連邦共和国レーフエルクーゼン (番
地なし)D - 5 1 3 6 8 L e v e r k u s e n ,
G e r m a n y

(74) 代理人 110000741

特許業務法人小田島特許事務所

(72) 発明者 ゲジング, エルнст・ルドルフ・エフ
ドイツ・デー-40699エルクラート-
ホーホダール・トリルザーグラーベン4

最終頁に続く

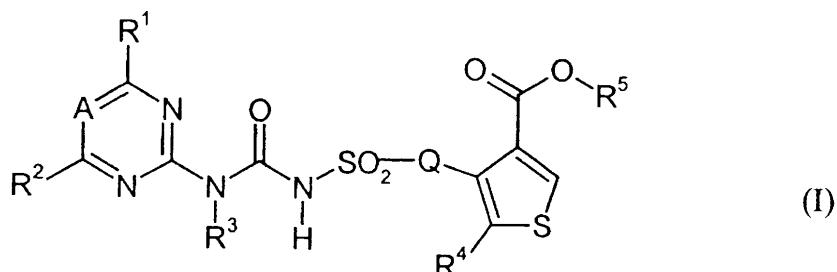
(54) 【発明の名称】置換チエニル(アミノ)スルホニルウレア

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一般式 (I)

【化 1】



10

[式中、

A は窒素又は C H 基を示し、

Q は単結合を示すか、あるいは N H を示し、

R¹ は C₁ - C₄ アルキル又は C₁ - C₄ アルコキシを示し、R² は C₁ - C₄ アルキル又は C₁ - C₄ アルコキシを示し、R³ は水素を示し、R⁴ はハロゲンあるいは C₁ - C₆ アルキルを示し、R⁵ は水素あるいは C₁ - C₆ アルキルを示す]

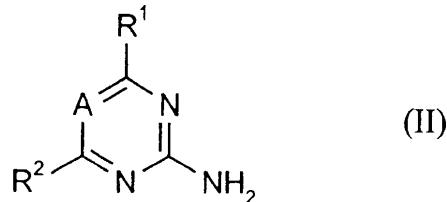
20

の化合物又は式(Ⅰ)の化合物の塩。

【請求項2】

一般式(Ⅱ)

【化2】

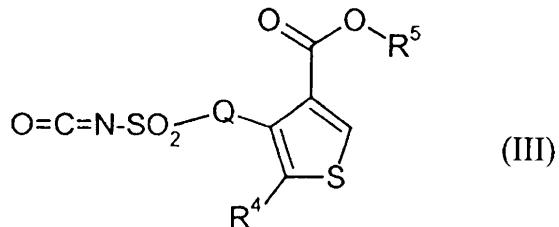


10

[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ請求項1で定義した通りである]
のアミノアジンを一般式(Ⅲ)

【化3】



20

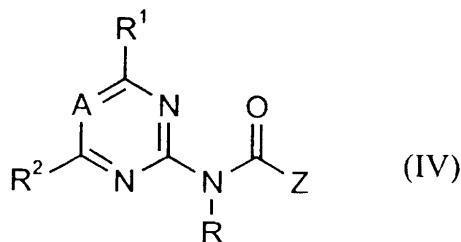
[式中、

Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ請求項1で定義した通りである]
のチエニル(アミノ)スルホニルイソシアナートと、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釈剤の存在下において反応させ、得られる式(Ⅰ)の化合物を適宜通常の方法により塩に転換することを特徴とする請求項1に記載の化合物の製造法。

【請求項3】

一般式(Ⅳ)

【化4】



30

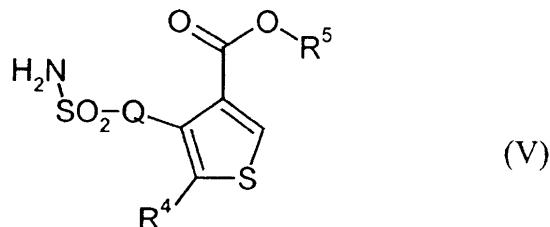
[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ請求項1で定義した通りであり、
Zはハロゲン、アルコキシ又はアリールオキシを示し、
Rは請求項1においてR³に関して示した意味を有するか、あるいは基-C(O)-Z
を示す]

の置換アミノアジンを一般式(Ⅴ)

40

【化5】



[式中、

10

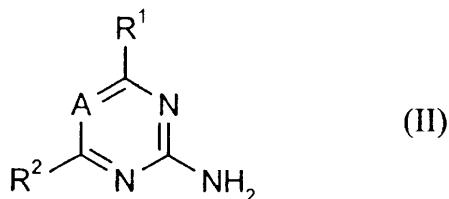
Q、 R^4 及び R^5 はそれぞれ請求項1で定義した通りである]

のチオフェン誘導体と、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釀剤の存在下において反応させ、得られる式(I)の化合物を適宜通常の方法により塩に転換することを特徴とする請求項1に記載の化合物の製造法。

【請求項4】

一般式(II)

【化6】



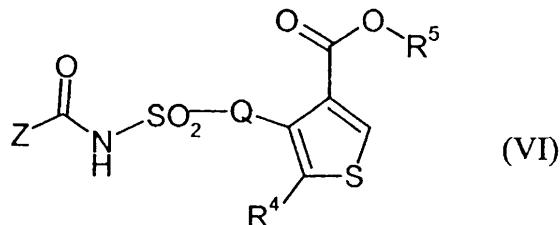
[式中、

20

A、 R^1 及び R^2 はそれぞれ請求項1で定義した通りである]

のアミノアジンを一般式(VI)

【化7】



[式中、

30

Q、 R^4 及び R^5 はそれぞれ請求項1で定義した通りであり、 Z はハロゲン、アルコキシ又はアリールオキシを示す]

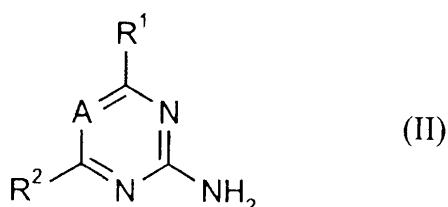
のチオフェン誘導体と、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釀剤の存在下において反応させ、得られる式(I)の化合物を適宜通常の方法により塩に転換することを特徴とする請求項1に記載の化合物の製造法。

40

【請求項5】

一般式(II)

【化8】

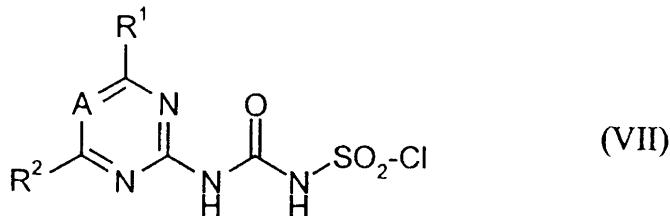


50

[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ請求項1で定義した通りである]
のアミノアジンを、適宜希釀剤の存在下で、クロロスルホニルイソシアナートと反応させ、得られる一般式(VII)

【化9】

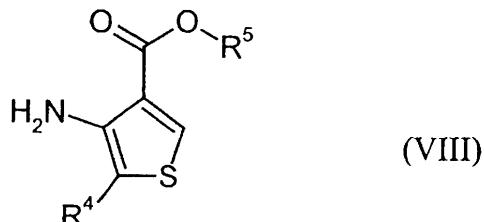


10

[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ請求項1で定義した通りである]
のクロロスルホニルアミノカルボニルアミノアジンを
- 中間体の単離の後又はその場で - 、
一般式(VIII)

【化10】



20

[式中、

R⁴及びR⁵はそれぞれ請求項1で定義した通りである]
の置換アミノチオフェンと、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釀剤の存在下において反応させ、得られる式(I)の化合物を適宜通常の方法により塩に転換することを特徴とする請求項1に記載の化合物の製造法。

30

【請求項6】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1種を望ましくない植物及び/又はそれらの自生地に作用させることを特徴とする望ましくない植生の抑制法。

【請求項7】

請求項1に記載の化合物ならびに通常の伸展剤及び/又は界面活性剤を含むことを特徴とする除草剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は新規な置換チエニル(アミノ)スルホニルウレア、それらの製造法及び除草剤としてのそれらの使用に関する。

40

【0002】

ある種の置換チエニルスルホニルウレアが除草性を有することは既知である(E P - A - 3 0 1 4 2 / U S - A - 4 4 8 1 0 2 9 / U S - A - 4 5 9 9 1 0 3 / U S - A - 4 7 0 1 5 3 5、E P - A - 9 7 1 2 2 / U S - A - 4 5 4 9 8 9 8、E P - A - 2 0 7 6 0 9 / U S - A - 4 6 6 8 2 8 1を参照されたい)。しかしながら、これらの既知の化合物の除草活性は完全に満足できるわけではない。

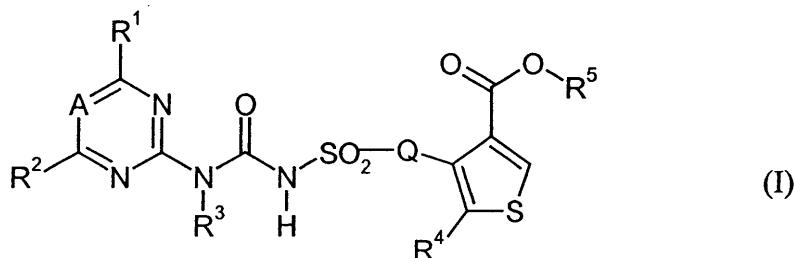
【0003】

従って、本発明は一般式(I)

【0004】

【化11】

50



【0005】

[式中、]

10

Aは窒素又はCH基を示し、

Qは単結合を示すか、あるいはNHを示し、

R¹は水素、ハロゲンあるいはそれ場合により置換されていることができるアルキル、アルコキシ、アルキルチオ、アルキルアミノ、ジアルキルアミノ、アリールオキシ又はヘテロシクリルオキシを示し、R²は水素、ハロゲンあるいはそれ場合により置換されていることができるアルキル、アルコキシ、アルキルチオ、アルキルアミノ、ジアルキルアミノ、アリールオキシ又はヘテロシクリルオキシを示し、R³は水素又は場合により置換されていることができるアルキルを示し、R⁴はハロゲンあるいは場合により置換されていることができるアルキルを示し - QがNHを示す場合 - また水素も示し、

20

R⁵は水素あるいはそれ場合により置換されていることができるアルキル、アルケニル、アルキニル、シクロアルキル、シクロアルキルアルキル又はヘテロシクリルを示す]の新規な置換チエニル(アミノ)スルホニルウレア及び式(I)の化合物の塩を提供する。

【0006】

飽和もしくは不飽和炭化水素基、例えばアルキル、アルケニル又はアルキニルは - アルコキシにおけるように複素原子との組合せにおける場合を含んで - それぞれ直鎖状であるか又はこれが可能な限り分枝鎖状である。

【0007】

30

場合により置換されていることができる基は单 - もしくは多置換されていることができ、ここで多置換の場合、置換基は同一又は異なることができる。

【0008】

上記及び下記で示す式中に存在する好ましい置換基又は基の範囲を以下に定義する。

【0009】

Aは好ましくは窒素又はCH基を示す。

【0010】

Qは好ましくは単結合を示すか、あるいはNHを示す。

【0011】

R¹は好ましくは水素を示すか、ハロゲンを示すか、それ場合によりシアノ-、ハロゲン-もしくはC₁-C₄-アルコキシ-置換されていることができる、それぞれアルキル基中に1~4個の炭素原子を有するアルキル、アルコキシ、アルキルチオ、アルキルアミノ又はジアルキルアミノを示すか、あるいはそれ場合によりシアノ-、ハロゲン-、C₁-C₄-アルキル-もしくはC₁-C₄-アルコキシ-置換されていることができるフェノキシ、オキセタニルオキシ、フリルオキシ又はテトラヒドロフリルオキシを示す。

40

【0012】

R²は好ましくは水素を示すか、ハロゲンを示すか、それ場合によりシアノ-、ハロゲン-もしくはC₁-C₄-アルコキシ-置換されていることができる、それぞれアルキル基中に1~4個の炭素原子を有するアルキル、アルコキシ、アルキルチオ、アルキルアミノ又はジアルキルアミノを示すか、あるいはそれ場合によりシアノ-、ハロゲン-、

50

$C_1 - C_4$ - アルキル - もしくは $C_1 - C_4$ - アルコキシ - 置換されていることができるフェノキシ、オキセタニルオキシ、フリルオキシ又はテトラヒドロフリルオキシを示す。

【0013】

R^3 は好ましくは水素を示すか、あるいは場合により $C_1 - C_4$ - アルコキシ - 、 $C_1 - C_4$ - アルキル - カルボニル - もしくは $C_1 - C_4$ - アルコキシ - カルボニル - 置換されていることができる、1～4個の炭素原子を有するアルキルを示す。

【0014】

R^4 は好ましくは場合によりシアノ - 、ハロゲン - もしくは $C_1 - C_4$ - アルコキシ - 置換されていることができる、1～6個の炭素原子を有するアルキルを示し - QがNHを示す場合 - また水素も示す。

10

【0015】

R^5 は好ましくは水素を示すか、場合によりシアノ - 、ハロゲン - もしくは $C_1 - C_4$ - アルコキシ - 置換されていることができる、1～6個の炭素原子を有するアルキルを示すか、それぞれ場合によりハロゲン - 置換されていることができる、それぞれ2～6個の炭素原子を有するアルケニル又はアルキニルを示すか、それぞれ場合によりシアノ - 、ハロゲン - もしくは $C_1 - C_4$ - アルキル - 置換されていることができる、それぞれシクロアルキル基中に3～6個の炭素原子及び場合によりアルキル部分中に1～4個の炭素原子を有するシクロアルキル又はシクロアルキルアルキルを示すか、あるいはそれぞれシアノ - 、ハロゲン - 、 $C_1 - C_4$ - アルキル - もしくは $C_1 - C_4$ - アルコキシ - 置換されていることができるオキセタニル、フリル又はテトラヒドロフリルを示す。

20

【0016】

Aは特に好ましくは窒素又はCH基を示す。

【0017】

Qは特に好ましくは単結合を示すか、あるいはNHを示す。

【0018】

R^1 は特に好ましくは水素、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素を示すか、あるいはそれぞれ場合によりシアノ - 、フッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくはi - プロピル、メトキシ、エトキシ、n - もしくはi - プロポキシ、メチルチオ、エチルチオ、n - もしくはi - プロピルチオ、メチルアミノ、エチルアミノ、n - もしくはi - プロピルアミノ、ジメチルアミノ又はジエチルアミノを示す。

30

【0019】

R^2 は特に好ましくはフッ素、塩素、臭素を示すか、あるいはそれぞれ場合によりシアノ - 、フッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくはi - プロピル、メトキシ、エトキシ、n - もしくはi - プロポキシ、メチルチオ、エチルチオ、n - もしくはi - プロピルチオ、メチルアミノ、エチルアミノ、n - もしくはi - プロピルアミノ、ジメチルアミノ又はジエチルアミノを示す。

【0020】

R^3 は特に好ましくは水素を示すか、あるいはそれぞれ場合によりメトキシ - 、エトキシ - 、n - もしくはi - プロポキシ - 、アセチル - 、プロピオニル - 、n - もしくはi - プチロイル - 、メトキシカルボニル - 、エトキシカルボニル - 、n - もしくはi - プロポキシカルボニル - 置換されていることができるメチル又はエチルを示す。

40

【0021】

R^4 は特に好ましくはそれぞれ場合によりシアノ - 、フッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくはi - プロピル、n - 、i - 、s - もしくはt - ブチルを示す。

【0022】

R^5 は特に好ましくは水素を示すか、それぞれ場合によりシアノ - 、フッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - 、エトキシ - 、n - もしくはi - プロポキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくはi - プロピル、n - 、i - 、s - もしくはt - ブチルを示す

50

か、それぞれ場合によりフッ素 - 、塩素 - もしくは臭素 - 置換されていることができるプロペニル、ブテニル、プロピニル又はブチニルを示すか、あるいはそれぞれ場合によりシアノ - 、フッ素 - 、塩素 - 、臭素 - 、メチル - 、エチル - 、n - もしくは i - プロピル - 置換されていることができるシクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシリル、シクロプロピルメチル、シクロブチルメチル、シクロペンチルメチル又はシクロヘキシリルメチルを示す。

【0023】

Aは特別に好ましくは窒素又はC H基を示す。

【0024】

Qは特別に好ましくは単結合を示すか、あるいはN Hを示す。

10

【0025】

R¹は特別に好ましくは水素、フッ素、塩素、臭素を示すか、それぞれ場合によりフッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、メトキシ、エトキシ、メチルチオ、エチルチオ、メチルアミノ、エチルアミノを示すか、あるいはジメチルアミノを示す。

【0026】

R²は特別に好ましくはフッ素、塩素、臭素を示すか、それぞれ場合によりフッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、メトキシ、エトキシ、メチルチオ、エチルチオ、メチルアミノ又はエチルアミノを示すか、あるいはジメチルアミノを示す。

20

【0027】

R³は特別に好ましくは水素又はメチルを示す。

【0028】

R⁴は特別に好ましくはそれぞれ場合によりフッ素 - もしくは塩素 - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくは i - プロピルを示す。

【0029】

R⁵は特別に好ましくはそれぞれ場合によりフッ素 - 、塩素 - 、メトキシ - もしくはエトキシ - 置換されていることができるメチル、エチル、n - もしくは i - プロピルを示すか、あるいはそれぞれ場合によりフッ素 - もしくは塩素 - 置換されていることができるプロペニル又はピロピニルを示す。

30

【0030】

Aは最も好ましくはC H基を示す。

【0031】

R¹及びR²は最も好ましくはメトキシを示す。

【0032】

R³は最も好ましくは水素を示す。

【0033】

本発明はまた、好ましくは、A、Q、R¹、R²、R³、R⁴及びR⁵が上記で好ましいとして示した意味を有する式(I)の化合物のナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、アンモニウム、C₁-C₄-アルキル-アンモニウム、ジ-(C₁-C₄-アルキル)-アンモニウム、トリ-(C₁-C₄-アルキル)-アンモニウム、テトラ-(C₁-C₄-アルキル)-アンモニウム、トリ-(C₁-C₄-アルキル)-スルホニウム、C₅-もしくはC₆-シクロアルキル-アンモニウム及びジ-(C₁-C₂-アルキル)-ベンジル-アンモニウム塩を提供する。

40

【0034】

上記の一般的な又は好ましい基の定義は式(I)の最終的生成物、ならびに対応して、それぞれ製造に必要な出発材料又は中間体の両方に適用される。これらの基の定義を所望通りに、すなわち示した好ましい化合物の範囲の間の組合せを含んで、互いに組み合わせることができる。

【0035】

50

上記で好ましいとして示した意味の組合せを含有する式(Ⅰ)の化合物が本発明に従って好ましい。

【0036】

上記で特に好ましいとして示した意味の組合せを含有する式(Ⅰ)の化合物が本発明に従って特に好ましい。

【0037】

上記で特別に好ましいとして示した意味の組合せを含有する式(Ⅰ)の化合物が本発明に従って特別に好ましい。

【0038】

R¹、R²、R³又はAが最も好ましいとして示した意味の1つを有する化合物が本発明に従って最も好ましい。

10

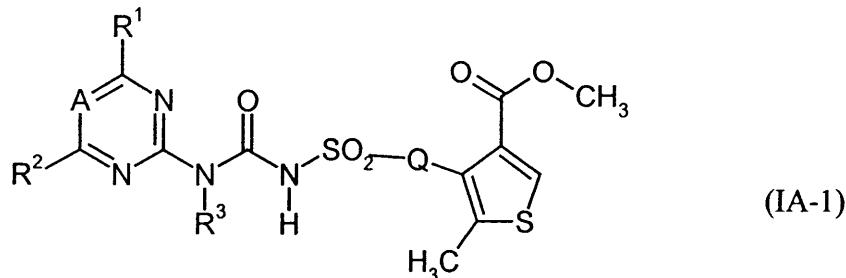
【0039】

本発明に従う式(Ⅰ)の化合物の例を以下の群において挙げる。

1群

【0040】

【化12】



20

【0041】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えば下記に挙げる意味を有する：

【0042】

【表1】

A	Q	R ¹	R ²	R ³
CH	-	OCH ₃	OCH ₃	H
CH	NH	OCH ₃	OCH ₃	H
CH	-	CH ₃	OCH ₃	H
CH	NH	CH ₃	OCH ₃	H
CH		CH ₃	CH ₃	H
CH	NH	CH ₃	CH ₃	H
CH	-	Cl	OCH ₃	H
CH	-	H	CH ₃	H
N	-	CH ₃	OCH ₃	CH ₃
N	-	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃
N	-	CH ₃	OCH ₃	H
N	NH	CH ₃	OCH ₃	H
N	-	OCH ₃	OCH ₃	H
N	NH	OCH ₃	OCH ₃	H
N	-	CH ₃	CH ₃	H
N	-	OCHF ₂	N(CH ₃) ₂	H
N	-	CH ₃	SCH ₃	H
N	-	C ₂ H ₅	OCH ₃	H
N	-	CH ₃	OC ₂ H ₅	H
N	-	H	OCH ₃	H

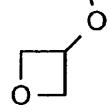
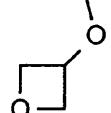
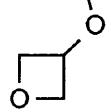
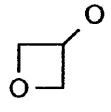
10

20

30

【0043】

【表2】

A	Q	R ¹	R ²	R ³
N	-	OCH ₃		H
N	-	CH ₃	N(CH ₃) ₂	H
CH	-	OCH ₃		H
CH	-	CH ₃		H
CH	-	Cl		H
N	-	H		H
N	-	N(CH ₃) ₂	OCH ₂ CF ₃	H

10

20

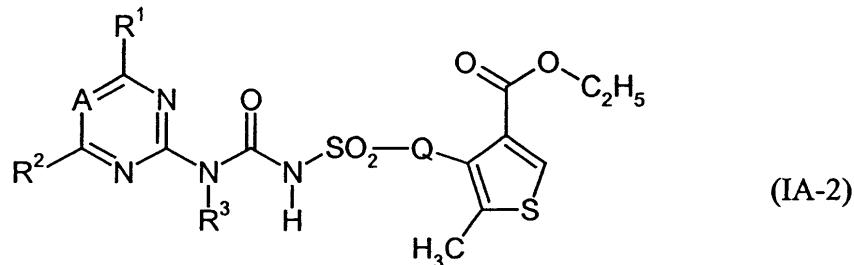
30

【0044】

2群

【0045】

【化13】



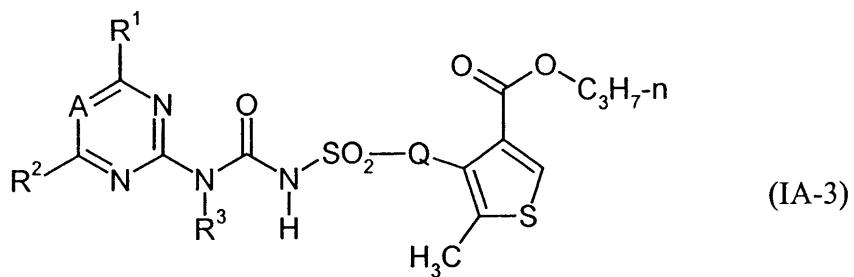
40

【0046】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。3群

【0047】

【化14】



【0048】

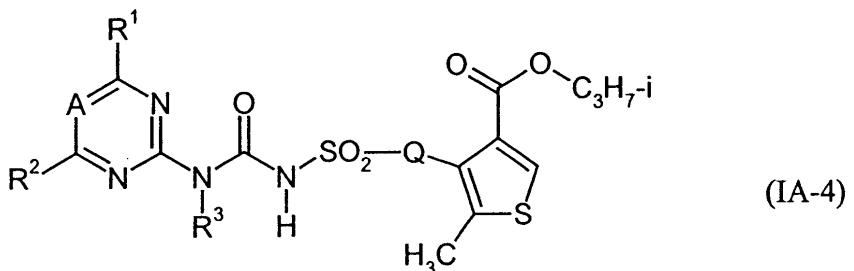
ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

10

4群

【0049】

【化15】



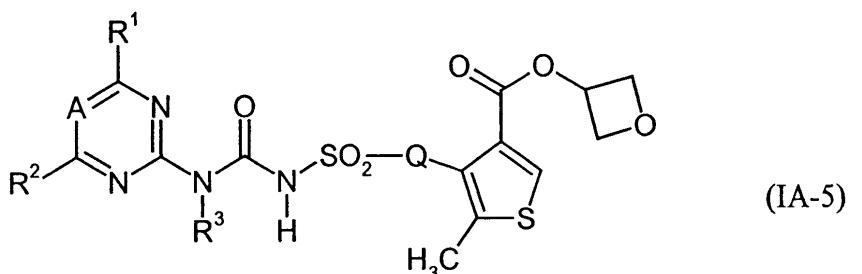
20

【0050】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。5群

【0051】

【化16】



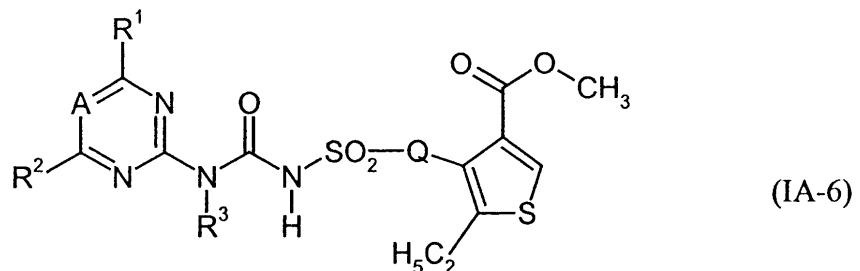
30

【0052】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。6群

【0053】

【化17】



40

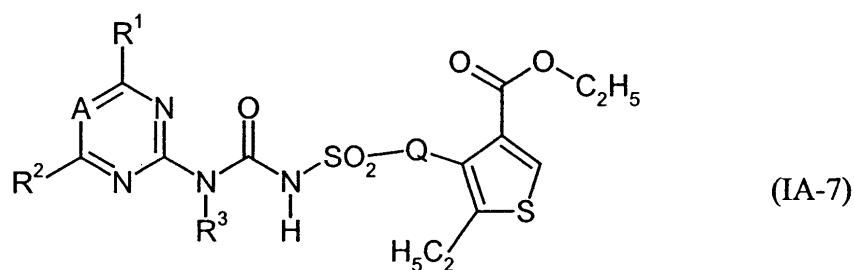
【0054】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。7群

50

【0055】

【化18】



10

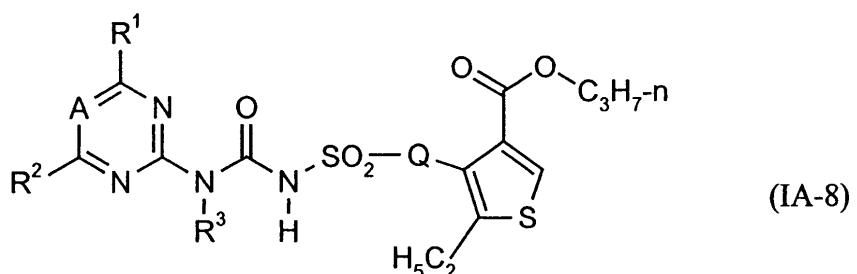
【0056】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

8群

【0057】

【化19】



20

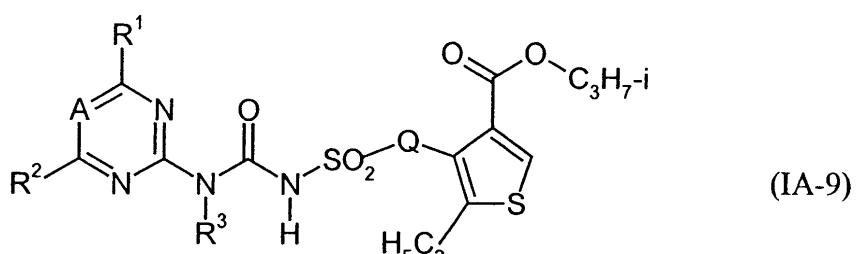
【0058】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

9群

【0059】

【化20】



30

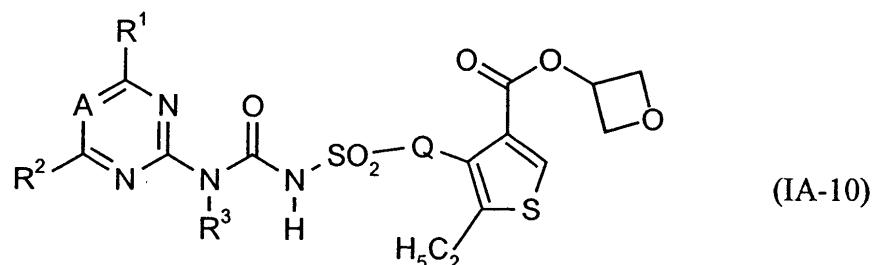
【0060】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

10群

【0061】

【化21】



40

【0062】

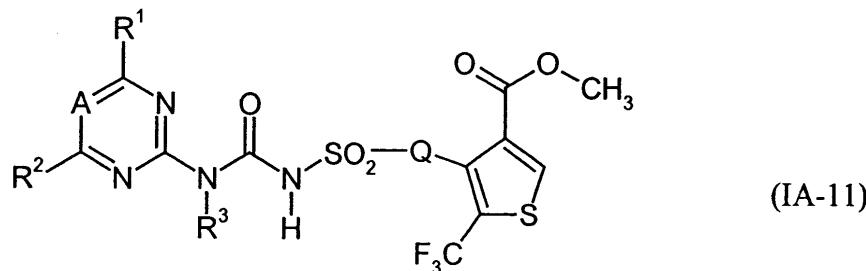
50

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

1 1 群

【0 0 6 3】

【化22】



10

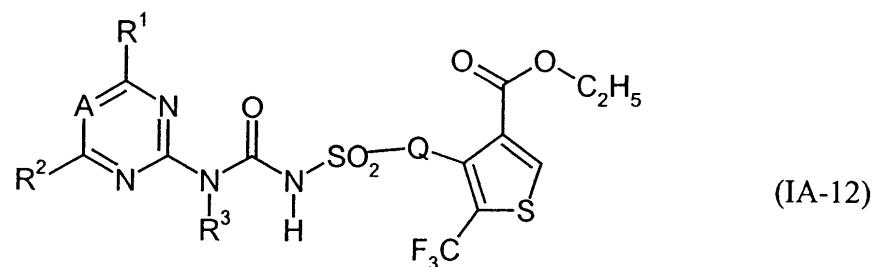
【0 0 6 4】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

1 2 群

【0 0 6 5】

【化23】



20

【0 0 6 6】

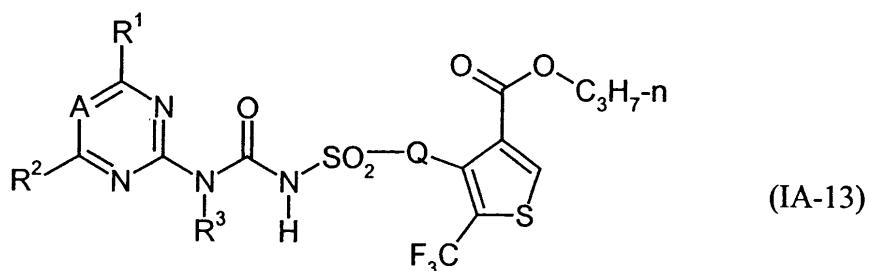
ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

1 3 群

【0 0 6 7】

【化24】

30



【0 0 6 8】

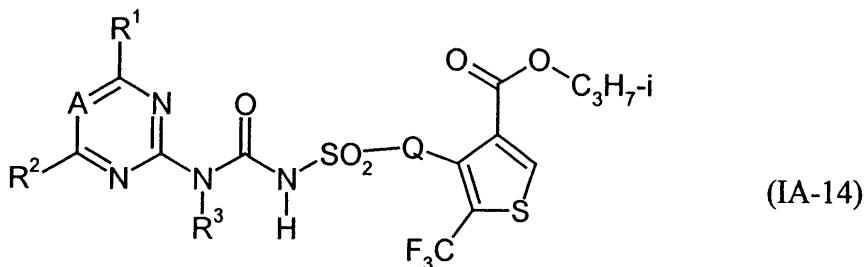
ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

40

1 4 群

【0 0 6 9】

【化25】



【0070】

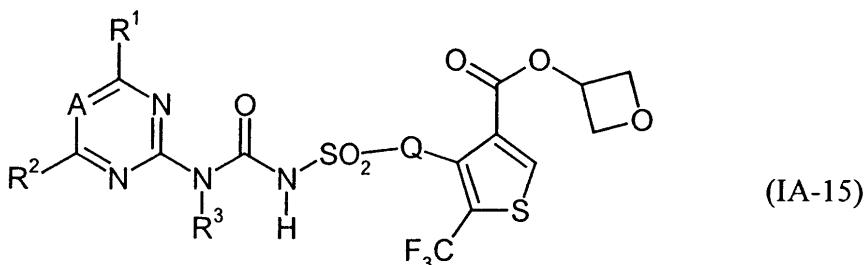
ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

10

15群

【0071】

【化26】



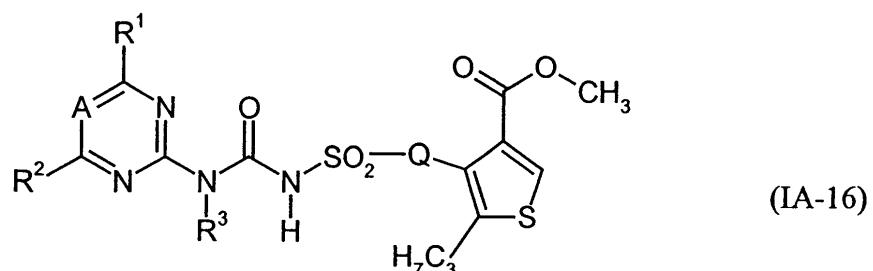
20

【0072】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。16群

【0073】

【化27】



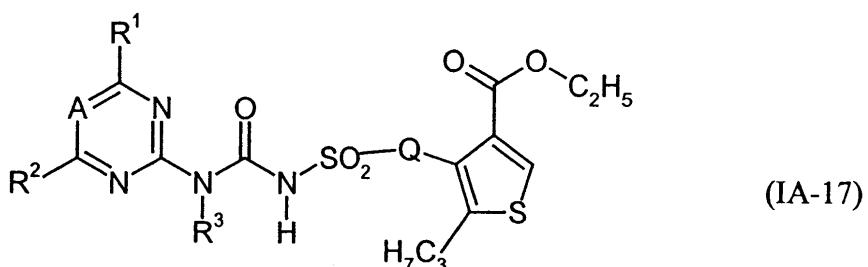
30

【0074】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。17群

【0075】

【化28】



40

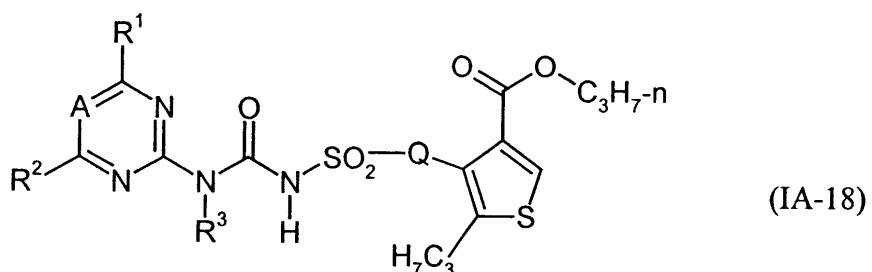
【0076】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。18群

50

【0077】

【化29】



10

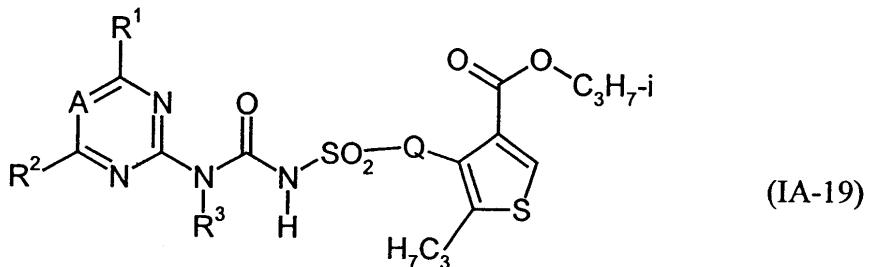
【0078】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

19群

【0079】

【化30】



20

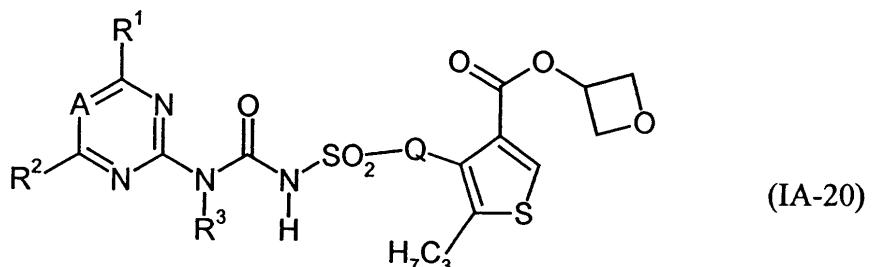
【0080】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

20群

【0081】

【化31】



30

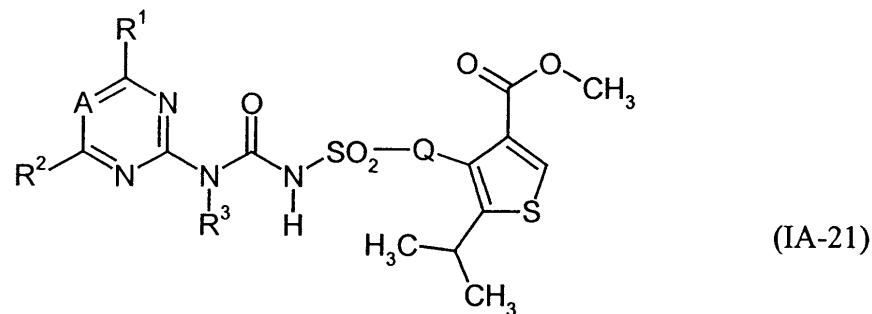
【0082】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

21群

【0083】

【化32】



40

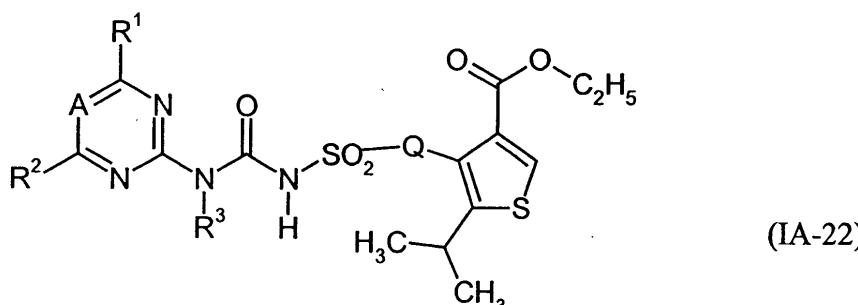
50

【0084】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えば1群において上記で示した意味を有する。22群

【0085】

【化33】

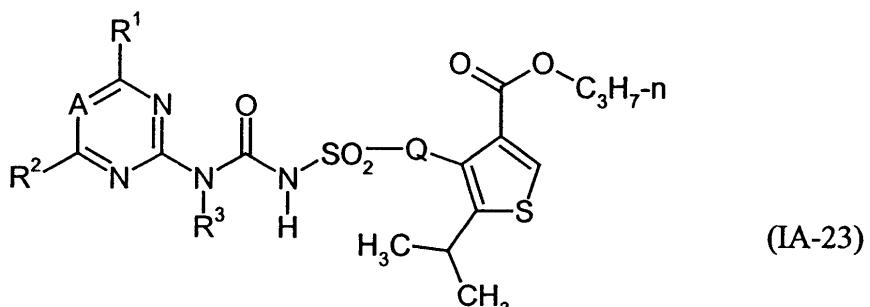


【0086】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えば1群において上記で示した意味を有する。23群

【0087】

【化34】

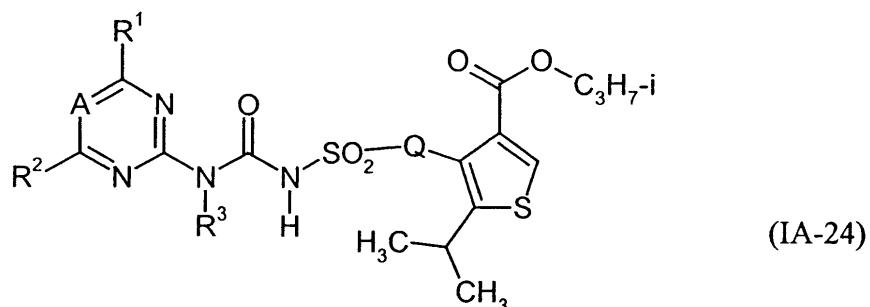


【0088】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えば1群において上記で示した意味を有する。24群

【0089】

【化35】

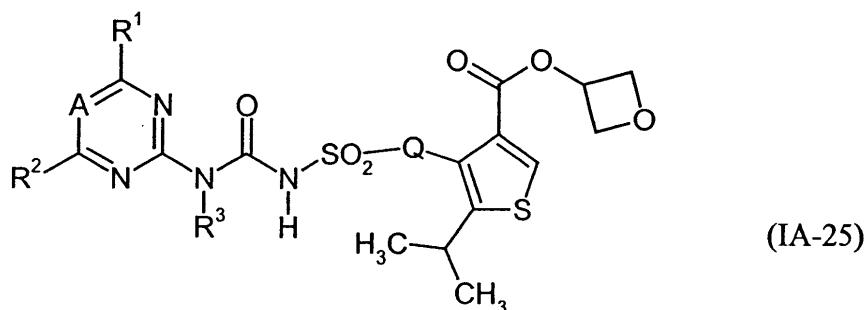


【0090】

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えば1群において上記で示した意味を有する。25群

【0091】

【化36】



【0092】

10

ここで、A、Q、R¹、R²及びR³は例えれば1群において上記で示した意味を有する。

【0093】

一般式(I)の新規な置換チエニル(アミノ)スルホニルウレアは強い除草活性を有する。

【0094】

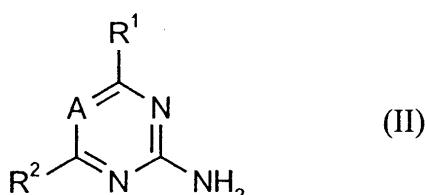
一般式(I)の新規な置換チエニル(アミノ)スルホニルウレアは、

(a)一般式(II)

【0095】

【化37】

20



【0096】

[式中、

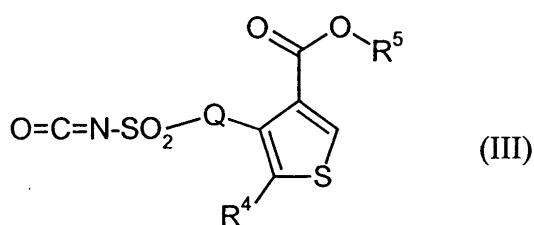
A、R¹及びR²はそれぞれ上記で定義した通りである]

のアミノアジンを一般式(III)

30

【0097】

【化38】



【0098】

40

[式中、

Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ上記で定義した通りである]

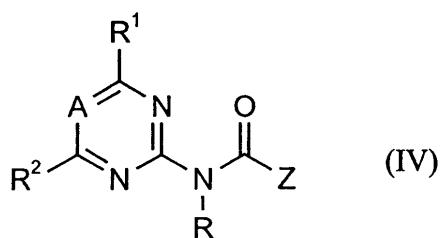
のチエニル(アミノ)スルホニルイソシアナートと、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釈剤の存在下において反応させるか、

あるいは

(b)一般式(IV)

【0099】

【化39】



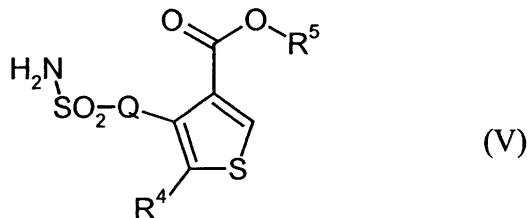
【0100】

[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ上記で定義した通りであり、
 Zはハロゲン、アルコキシ又はアリールオキシを示し、
 Rは上記でR³に関して示した意味を有するか、あるいは基-C(=O)-Zを示す]
 の置換アミノアジンを一般式(V)

【0101】

【化40】



10

20

【0102】

[式中、

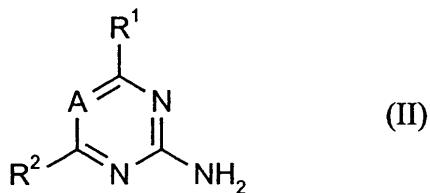
Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ上記で定義した通りである]
 のチオフェン誘導体と、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釈剤の存在下において反応させ
 るか、
 あるいは

(c)一般式(II)

【0103】

【化41】

30



【0104】

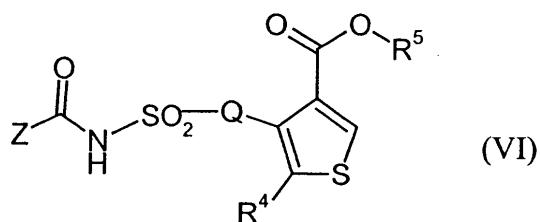
[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ上記で定義した通りである]
 のアミノアジンを一般式(VI)

【0105】

【化42】

40



【0106】

[式中、

Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ上記で定義した通りであり、

Zはハロゲン、アルコキシ又はアリールオキシを示す]

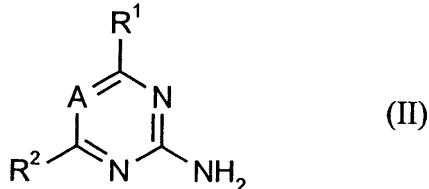
のチオフェン誘導体と、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釈剤の存在下において反応させること。

あるいは

(d) 一般式 (II)

【0107】

【化43】



【0108】

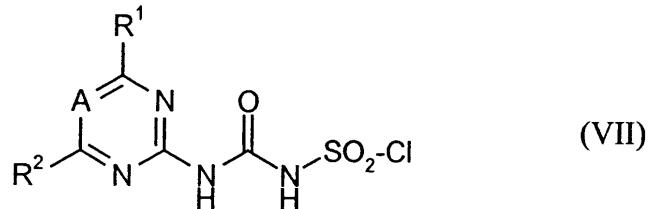
[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ上記で定義した通りである]

のアミノアジンを、適宜希釈剤の存在下で、クロロスルホニルイソシアナートと反応させ、得られる一般式 (VII)

【0109】

【化44】



【0110】

[式中、

A、R¹及びR²はそれぞれ上記で定義した通りである]

のクロロスルホニルアミノカルボニルアミノ-アジンを

- 中間体の単離の後又は「その場で」 - 、

一般式 (VIII)

【0111】

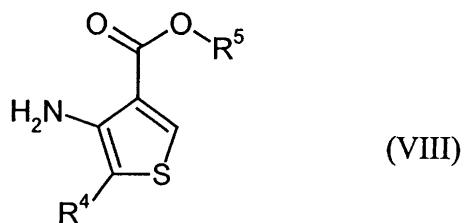
【化45】

10

20

30

40



【0112】

[式中、

R⁴及びR⁵はそれぞれ上記で定義した通りである]

10

の置換アミノチオフェンと、適宜反応助剤の存在下に且つ適宜希釀剤の存在下において反応させ、

方法(a)、(b)、(c)又は(d)により得られる式(I)の化合物を適宜通常の方法により塩に転換する

場合に得られる。

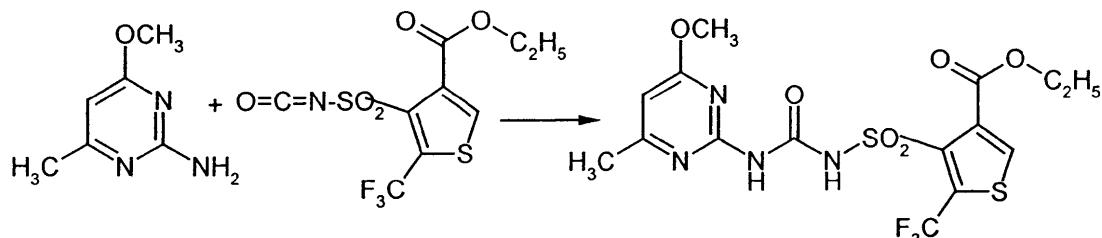
【0113】

例えば、2-アミノ-4-メトキシ-6-メチル-ピリミジン及び4-エトキシカルボニル-2-トリフルオロメチル-チエン-3-イル-スルホニルイソシアナートを出発材料として用いると、本発明に従う方法(a)における反応の経路は以下の式スキームにより示すことができる：

20

【0114】

【化46】



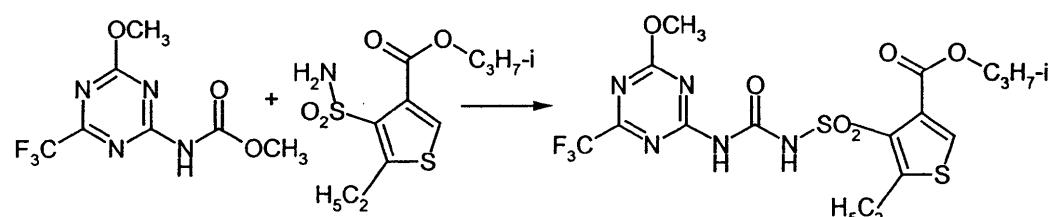
30

【0115】

例えば、2-メトキシカルボニルアミノ-4-メトキシ-6-トリフルオロメチル-1,3,5-トリアジン及び2-エチル-4-i-プロポキシカルボニル-チオフェン-3-スルホンアミドを出発材料として用いると、本発明に従う方法(b)における反応の経路は以下の式スキームにより示すことができる：

【0116】

【化47】



40

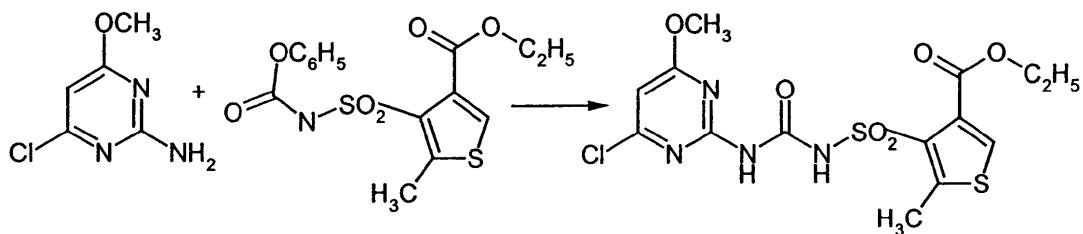
【0117】

例えば、2-アミノ-4-クロロ-6-メトキシ-ピリミジン及びO-フェニル-N-(4-エトキシカルボニル-2-メチル-チエン-3-イル-スルホニル)-ウレタンを出発材料として用いると、本発明に従う方法(c)における反応の経路は以下の式スキームにより示すことができる：

50

【0118】

【化48】

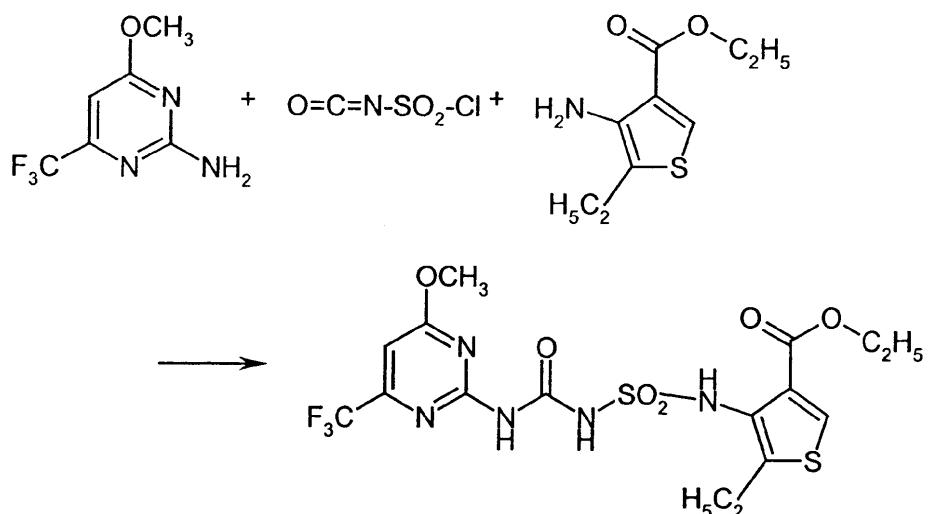


【0119】

例えば、2 - アミノ - 4 - メトキシ - 6 - トリフルオロメチル - ピリミジン、クロロスルホニルイソシアナート及び3 - アミノ - 2 - エチル - チオフェン - 4 - カルボン酸エチルを出発材料として用いると、本発明に従う方法 (d) における反応の経路は以下の式スキームにより示すことができる：

【0120】

【化49】



【0121】

式 (II) は一般式 (I) の化合物の製造のための本発明に従う方法 (a)、(c) 及び (d) において出発材料として用いられるべきアミノアジンの一般的定義を与える。式 (II) において、A、R¹及びR²はそれぞれ好ましくは又は特に、式 (I) の化合物の記載と関連して、A、R¹及びR²のために好ましい又は特に好ましいとしてすでに上記で挙げた意味を有する。

【0122】

式 (II) のアミノアジンは合成のための既知の化学薬品であり、それらのいくつかは商業的に入手可能である。

【0123】

式 (III) は本発明に従う方法 (a) において出発材料としてさらに用いられるべきチエニル (アミノ) スルホニルイソシアナートの一般的定義を与える。式 (III) において、Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ好ましくは又は特に、式 (I) の化合物の記載と関連して、Q、R⁴及びR⁵のために好ましい又は特に好ましいとして上記で挙げた意味を有する。

【0124】

式 (III) の出発材料は既知であるか及び / 又はそれ自体既知の方法により製造するこ

40

50

とができる(EP 30142 / US-A-4481029 / US-A-4599103 / US-A-4701535を参照されたい)。

【0125】

式(I II)のチエニル(アミノ)スルホニルイソシアナートは、一般式(V)-上記-のチオフェン誘導体を適宜アルキルイソシアナート、例えばブチルイソシアナートの存在下に、適宜反応助剤、例えばジアザビシクロ[2.2.2]オクタンの存在下に、且つ例えばトルエン、キシレン又はクロロベンゼンのような希釀剤の存在下に、80~150の温度でホスゲン又はチオホスゲンと反応させ、反応が終了した後に揮発性成分を減圧下で蒸留する場合に得られる。

【0126】

式(IV)は式(I)の化合物の製造のための本発明に従う方法(b)において出発材料として用いられるべき置換アミノアジンの一般的定義を与える。式(IV)において、A、R¹及びR²はそれぞれ好ましくは又は特に、式(I)の化合物の記載と関連して、A、R¹及びR²のために好ましい、又は特に好ましいとしてすでに上記で挙げた意味を有し; Zは好ましくはフッ素、塩素、臭素、C₁-C₄-アルコキシ又はフェノキシ、特に塩素、メトキシ、エトキシ又はフェノキシを示す。

【0127】

式(IV)の出発材料は既知であるか及び/又はそれ自体既知の方法により製造することができる(US 4 690 707、DE 19 501 174を参照されたい)。

【0128】

式(V)は本発明に従う方法(b)において出発材料としてさらに用いられるべきチオフェン誘導体の一般的定義を与える。式(V)において、Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ好ましくは又は特に、式(I)の化合物の記載と関連して、Q、R⁴及びR⁵のために好ましい又は特に好ましいとして上記すでに挙げた意味を有する。

【0129】

式(V)の出発材料は既知であるか及び/又はそれ自体既知の方法により製造することができる(EP 30 142 / US-A-4 481 029 / US-A-4 599 103 / US-A-4 701 535、製造実施例を参照されたい)。

【0130】

式(VI)は式(I)の化合物の製造のための本発明に従う方法(C)において出発材料として用いられるべき置換チオフェン誘導体の一般的定義を与える。式(VI)において、Q、R⁴及びR⁵はそれぞれ好ましくは又は特に、式(I)の化合物の記載と関連して、Q、R⁴及びR⁵のために好ましい又は特に好ましいとして上記すでに挙げた意味を有し; Zは好ましくはフッ素、塩素、臭素、C₁-C₄-アルコキシ又はフェノキシ、特に塩素、メトキシ、エトキシ又はフェノキシを示す。

【0131】

式(VI)の出発材料は既知であるか及び/又はそれ自体既知の方法により製造することができる。

【0132】

式(VIII)は一般式(I)の化合物の製造のための本発明に従う方法(d)において出発材料として用いられるべき置換アミノチオフェンの一般的定義を与える。一般式(VIII)において、R⁴及びR⁵はそれぞれ好ましくは又は特に、本発明に従う一般式(I)の化合物の記載と関連して、R⁴及びR⁵のために好ましい又は特に好ましいとして上記すでに挙げた意味を有する。

【0133】

一般式(VIII)の出発材料は既知であるか及び/又はそれ自体既知の方法により製造することができる(Aust. J. Chem., 48 (1995), 1907-1916を参照されたい)。

【0134】

本発明に従う方法(a)、(b)、(c)及び(d)を行うために適した希釀剤は特に不

10

20

30

40

50

活性有機溶媒である。これらには特に脂肪族、脂環式もしくは芳香族の場合によりハロゲン化していることができる炭化水素、例えばベンジン、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、石油エーテル、ヘキサン、シクロヘキサン、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素；エーテル類、例えばジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン又はエチレングリコールジメチルエーテルもしくはエチレングリコールジエチルエーテル；ケトン類、例えばアセトン、ブタノン又はメチルイソブチルケトン；ニトリル類、例えばアセトニトリル、プロピオニトリル又はブチロニトリル；アミド類、例えばN,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチルホルムアミド、N-メチルピロリドン又はヘキサメチルリン酸トリアミド；エステル類、例えば酢酸メチル又は酢酸エチルならびにスルホキシド類、例えばジメチルスルホキシドが含まれる。

【0135】

本発明に従う方法(a)、(b)、(c)及び(d)は好ましくは適した反応助剤の存在下で行われる。適した反応助剤はすべての通常の無機もしくは有機塩基である。これらには例えばアルカリ土類金属もしくはアルカリ金属水素化物、水酸化物、アミド、アルコキシド、酢酸塩、炭酸塩又は重炭酸塩、例えば水素化ナトリウム、ナトリウムアミド、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド、カリウムtert-ブトキシド、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸カルシウム、酢酸アンモニウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、重炭酸カリウム、重炭酸ナトリウム又は炭酸アンモニウム、ならびに又、第3級アミン類、例えばトリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、N,N-ジメチルアニリン、ピリジン、N-メチルピペリジン、N,N-ジメチルアミノピリジン、ジアザビシクロオクタン(DABCO)、ジアザビシクロノネン(DBN)又はジアザビシクロウンデセン(DBU)が含まれる。

【0136】

本発明に従う方法(a)、(b)、(c)及び(d)を行う場合、比較的広い範囲内で反応温度を変えることができる。一般に、該方法は-20～+150、好ましくは-10～+120の温度で行われる。

【0137】

本発明に従う方法(a)、(b)、(c)及び(d)は一般に大気圧下で行われる。しかしながら、加圧下もしくは減圧下-一般に0.1バール～10バール-において本発明に従う方法を行うこともできる。

【0138】

本発明に従う方法(a)、(b)、(c)及び(d)を行うために、出発材料は一般に大体等モル量で用いられる。しかしながら、比較的大過剰の成分の1つを用いることができる。反応は一般に適した希釈剤中で、反応助剤の存在下において行われ、反応混合物は一般に必要な温度で数時間攪拌される。仕上げは通常の方法により行われる(製造実施例を参照されたい)。

【0139】

適宜、本発明に従う一般式(I)の化合物から塩を製造することができる。そのような塩は、塩の形成のための通常の方法により簡単なやり方で、例えば式(I)の化合物を適した溶媒、例えば、塩化メチレン、アセトン、tert-ブチルメチルエーテル又はトルエン中に溶解するか又は分散させ、適した塩基を加えることにより得られる。次いで塩を-適宜長時間の攪拌の後に-濃縮又は吸引濾過により単離することができる。

【0140】

本発明に従う活性化合物を落葉剤(defoliants)、乾燥剤(desiccants)、殺茎剤(haulm killers)及び特に殺雑草剤(weed killers)として用いることができる。雑草により、最も広い意味において、それらが望まれていない場所で生育するすべての植物が理解されるべきである。本発明に従う物質が全体的除草剤として作用するか又は選択的除草剤として作用するかは、本質的に用いられる

10

20

30

40

50

量に依存する。

【0141】

本発明に従う活性化合物を例えれば以下の植物と関連して用いることができる：

以下の属の双子葉雑草：イチビ、ヒュ、ブタクサ、アノダ (*Anoda*)、アンテミス (*Anthemis*)、アファネス (*Aphanes*)、アトリプレクス (*Atriplex*)、ヒナギク、センダングサ、ナズナ、カルデウス (*Carduus*)、カシヤ、ヤグルマギク、アカザ、ノアザミ、コンボルブルス (*Convolvulus*)、チョウセンアサガオ、フジカンゾウ、エメクス (*Emex*)、エリシムム (*Erysimum*)、ハナキリン、チシマオドリコ、ガリンソガ (*Galinoga*)、ヤエムグラ、フヨウ、サツマイモ、ホウキギ、オドリコソウ、マメグンバイナズナ、リンデルニア (*Lindernia*)、マツリカリア (*Matricaria*)、ハッカ、ヤマアイ、ムルゴ (*Mullugo*)、ワスレナグサ、ケシ、ファルビチス (*Pharbitis*)、オオバコ、ミチヤナギ、スペリヒュ、キンポウゲ、ダイコン、イヌガラシ、ロタラ (*Rotala*)、スイバ、オカヒジキ、ハンゴンソウ、セスバニア (*Sesbania*)、キンゴジカ、カラシ、ナス、ノゲシ、スフェノクレア (*Sphenoclea*)、ハコベ、タンポポ、トラスピ (*Thlaspi*)、シロツメクサ、イラクサ、クワガタソウ、スミレ、オナモミ。
10

以下の属の双子葉作物：ナンキンマメ、フダンソウ、アブラナ、キウリ、カボチャ、ヒマワリ、ニンジン、ダイズ、ワタ、サツマイモ、アキノノゲシ、アマ、トマト、タバコ、インゲンマメ、エンドウ、ナス、ソラマメ。
20

以下の属の单子葉雑草：タルホコムギ、カモジグサ、ヌカボ、スズメノテッポウ、アペラ (*Apera*)、カラスムギ、ブラキアリア (*Brachiaria*)、キツネガヤ、センクリス (*Cenchrus*)、ツユクサ、シノドン (*Cynodon*)、カヤツリグサ、ダクチロクテニウム (*Dactyloctenium*)、ヒメシバ、ヒエ、ハリイ、オヒシバ、カゼクサ、エリオクロア (*Eriochloa*)、ウシノケグサ、テンツキ、ヘテランテラ (*Heteranthera*)、チガヤ、カモノハシ、レプトクロア (*Lepthochloa*)、ドクムギ、コナギ、キビ、スズメノヒエ、クサヨシ、アワガエリ、イチゴツナギ、ロトボエリア (*Rotboellia*)、オモダカ、ホタルイ、エノコロ、モロコシ。

以下の属の单子葉作物：ネギ、パインアップル、アスパラガス、カラスムギ、オオムギ、イネ、キビ、サトウキビ、ライムギ、モロコシ、ツリチカレ (*Triticale*)、コムギ、トウモロコシ。
30

【0142】

しかしながら、本発明に従う活性化合物の使用はこれらの属に何ら制限されるものではなく、他の植物にも同じ様に拡張される。

【0143】

濃度に依存して、本発明に従う活性化合物は例えば工業地域及び線路上ならびに木が立っているかもしくは立っていない道及び広場上の雑草の全体的抑制に適している。同様に、本発明に従う活性化合物を多年生作物、例えば森林、装飾用植物栽培、果樹園、ブドウ園、柑橘果樹園、ナツツ園 (*nut orchards*)、バナナプランテーション、コーヒープランテーション、茶プランテーション、ゴムプランテーション、油ヤシプランテーション、ココアプランテーション、液果 (*soft fruit*) 栽培及びホップ畠中、芝生、芝地及び牧草地の雑草の抑制ならびに一年生作物中における選択的雑草抑制に用いることができる。
40

【0144】

本発明に従う式 (I) の化合物は、土壤及び植物の地上部分に用いた場合、強い除草活性及び広い活性範囲を有する。それらは発芽 - 前及び発芽 - 後の両方により、单子葉及び双子葉作物中の单子葉及び双子葉雑草の選択的抑制にもある程度まで適している。

【0145】

活性化合物を通常の調剤、例えは溶液、乳剤、水和性粉剤、懸濁剤、粉剤、微粉剤、塗布
50

剤、可溶性粉剤、顆粒剤、懸濁乳剤濃厚液 (suspo-emulsion concentrates)、活性化合物が含浸された天然及び合成物質ならびにポリマー性物質中の非常に微細なカプセルに転換することができる。

【0146】

これらの調剤は既知の方法で、例えば活性化合物を伸展剤、すなわち液体溶媒及び／又は固体担体と、場合により界面活性剤、すなわち乳化剤及び／又は分散剤及び／又は発泡剤を使用して混合することにより調製される。

【0147】

用いられる伸展剤が水の場合、例えば補助溶媒として有機溶媒を用いることもできる。適した液体溶媒は本質的に以下のものである：芳香族化合物、例えば、キシレン、トルエン又はアルキルナフタレン、塩素化芳香族化合物及び塩素化脂肪族炭化水素、例えばクロロベンゼン、クロロエチレン又は塩化メチレン、脂肪族炭化水素、例えばシクロヘキサン又はパラフィン類、例えば石油留分、鉱油及び植物油、アルコール類、例えばブタノール又はグリコールならびに又それらのエーテル類及びエステル類、ケトン類、例えばアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン又はシクロヘキサン、強力に極性の溶媒、例えばジメチルホルムアミド及びジメチルスルホキシドならびに又、水。

10

【0148】

適した固体担体は：例えばアンモニウム塩及びカオリン、クレー、タルク、チョーク、石英、アタバルジャイト、モントモリロナイト又はケイソウ土のような粉碎された天然鉱石ならびに微粉碎されたシリカ、アルミナ及びケイ酸塩のような粉碎された合成鉱石であり；顆粒剤のための適した固体担体は：例えば方解石、大理石、軽石、海泡石及び白雲石のような粉碎されて分別された天然岩石ならびにまた、無機及び有機粉末の合成顆粒ならびにおが屑、ココヤシの殻、とうもろこしの穂軸及びタバコの茎のような有機材料の顆粒であり；適した乳化剤及び／又は発泡剤は：例えば非イオン性及びアニオン性乳化剤、例えばポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪族アルコールエーテル、例えばアルキルアリールポリグリコールエーテル、アルキルスルホネート、アルキルサルフェート、アリールスルホネートならびにタンパク質加水分解産物であり；適した分散剤は：例えばリグニン-サルファイト廃液及びメチルセルロースである。

20

【0149】

粘着付与剤、例えばカルボキシメチルセルロースならびに粉末、顆粒もしくはラテックスの形態の天然及び合成ポリマー、例えばアラビアゴム、ポリビニルアルコール及びポリ酢酸ビニル、ならびにセファリン及びレシチンのような天然リン脂質ならびに合成リン脂質を調剤中で用いることができる。他の可能な添加剤は鉱油及び植物油である。

30

【0150】

着色剤、例えば無機顔料、例えば酸化鉄、酸化チタン及びブルシアンブルーならびにアリザリン染料、アゾ染料及び金属フタロシアニン染料のような有機染料ならびに鉄、マンガン、ほう素、銅、コバルト、モリブデン及び亜鉛の塩のような微量栄養素を使用することができる。

【0151】

調剤は一般に0.1～9.5重量パーセントの活性化合物、好ましくは0.5～9.0%の活性化合物を含有する。

40

【0152】

雑草の抑制のために、そのままのもしくはこれらの調剤における本発明に従う活性化合物を、既知の除草剤との混合物として用いることもでき、完成調剤又はタンク混合が可能である。

【0153】

混合物のための可能な成分は既知の除草剤、例えば

アセトクロル、アシフルオルフェン（-ナトリウム）、アクロニフェン、アラクロル、アロキシジム（-ナトリウム）、アメツリン、アミドクロル、アミドスルフロン、アニロフオス、アスマム、アトラジン、アザフェニジン、アジムスルフロン、ベナゾリン（-エチ

50

ル)、ベンフレセート、ベンスルフロン(-メチル)、ベンタゾン、ベンゾビサイクロン、ベンゾフェナブ、ベンゾイルプロプ(-エチル)、ビアラフォス、ビフェノクス、ビスピリバク(-ナトリウム)、プロモブチド、プロモフェノキシム、プロモキシニル、ブタクロル、ブトロキシジム、ブチレート、カフェンストロール、カロキシジム、カルベタミド、カルフェントラゾン(-エチル)、クロメトキシフェン、クロラムベン、クロリダゾン、クロリムロン(-エチル)、クロルニトロフェン、クロルスルフロン、クロルトルロン、シニドン(-エチル)、シンメチリン、シノスルフロン、クレフォキシジム、クレトイジム、クロジナフォブ(-プロパルギル)、クロマゾン、クロメプロブ、クロピラリド、クロピラスルフロン(-メチル)、クロランスラム(-メチル)、クミルロン、シアナジン、シブツリン、シクロエート、シクロスルファロムン、シクロキシジム、シハロフォブ(-ブチル)、2,4-D、2,4-DB、2,4-DP、デスマジファム、ジアレート、ジカンバ、ジクロホブ(-メチル)、ジクロスラム、ジエタチル(-エチル)、ジフェンゾクアト、ジフルフェニカン、ジフルフェンゾピル、ジメフロン、ジメピベレート、ジメタクロル、ジメタメツリン、ジメテナミド、ジメキシフラム、ジニトラミン、ジフェナミド、ジクアト、ジチオピル、ジウロン、ジムロン、エポプロダン、EPTC、エスプロカルブ、エタルフルラリン、エタメツルフロン(-メチル)、エトフメセート、エトキシフェン、エトキシスルフロン、エトベンザニド、フェノキサプロブ(-P-エチル)、フェントラザミド、フラムプロブ(-イソプロピル)、フラムプロブ(-イソプロピル-L)、フラムプロブ(-メチル)、フラザスルフロン、フロラスラム、フルアジホブ(-P-ブチル)、フルアゾレート、フルカルバゾン、フルフェナセト、フルメツラム、フルミクロラク(-ペンチル)、フルミオキサジン、フルミプロピン、フルメツラム、フルオメツロン、フルオロクロリドン、フルオログリコフェン(-エチル)、フルボキサム、フルプロパシル、フルルピルスルフロン(-メチル、-ナトリウム)、フルレノル(-ブチル)、フルリドン、フルロキシピル(-メチル)、フルルブリミドル、フルルタモン、フルチアセト(-メチル)、フルチアミド、フォメサフェン、グルフォシネット(-アンモニウム)、グリフォセート(-イソプロピルアンモニウム)、ハロサフェン、ハロキシフォブ(-エトキシエチル)、ハロキシフォブ(-P-メチル)、ヘキサジノン、イマザメタベンズ(-メチル)、イマザメタピル、イマザモクス、イマザピク、イマザピル、イマザクイン、イマゼタピル、イマゾスルフロン、イオドスルフロン(-メチル、-ナトリウム)、イオキシニル、イソプロパリン、イソプロツロン、イソウロン、イソキサベン、イソキサクロルトレ、イソキサフルトレ、イソキサピリフォブ、ラクトフェン、レナシル、リヌロン、MCPA、MCPP、メフェナセト、メソツリオン、メタミツロン、メタザクロル、メタベンズチアズロン、メトベンズロン、メトブロムロン、(アルファ-)メトラクロル、メトスラム、メトクスロン、メツリブジン、メツルフロン(-メチル)、モリネート、モノリヌロン、ナプロアニリド、ナプロパミド、ネブロン、ニコスルフロン、ノルフルラゾン、オルベンカルブ、オリザリン、オキサジアルギル、オキサジアゾン、オキサスルフロン、オキサジクロメフォン、オキシフルオルフェン、パラクアト、ペラルゴン酸、ベンジメタリン、ペンドラリン、ペントキサゾン、フェンメジファム、ピペロフォス、プレチラクロル、ブリミスルフロン(-メチル)、プロメツリン、プロパクロル、プロバニル、プロパケイザフォブ、プロピソクロル、プロピザミド、プロスルフォカルブ、プロスルフロン、ピラフルフェン(-エチル)、ピラゾレート、ピラゾスルフロン(-エチル)、ピラゾキシフェン、ピリベンゾキシム、ピリブチカルブ、ピリデート、ピリミノバク(-メチル)、ピリチオバク(-ナトリウム)、クインクロラク、クインメラク、クイノクラミン、クイザロフォブ(-P-エチル)、クイザロフォブ(-P-テフリル)、リムスルフロン、セトキシジム、シマジン、シメツリン、スルコトリオン、スルフェントラゾン、スルホメツロン(-メチル)、スルフォセート、スルホスルフロン、テブタム、テブチウロン、テプラロキシジム、テルブチラジン、テルブツリン、テニルクロル、チアフルアミド、チアゾピル、チジアジミン、チフェンスルフロン(-メチル)、チオベンカルブ、チオカルバジル、トラルコキシジム、トリアレート、トリアスルフロン、トリベヌロン(-メチル)、トリクロピル、トリジファン、トリフルラリン及びトリフルスルフロン

10

20

30

40

50

である。

【0154】

他の既知の活性化合物、例えば殺菌・殺カビ剤（fungicides）、殺虫剤（insecticides）、殺ダニ剤（acaricides）、殺線虫剤（nematicides）、鳥類忌避剤、植物栄養及び土壤構造を改良する薬剤との混合物も可能である。

【0155】

活性化合物はそのままで、それらの調剤の形態で又はさらに希釀することによりそれから調製される使用形態、例えば調製済み溶液、懸濁剤、乳剤、粉剤、塗布剤及び顆粒剤において用いることができる。それらは通常の方法で、例えば散水、スプレー噴霧、噴霧又は散布により用いられる。10

【0156】

本発明に従う活性化合物を植物の発芽の前及又は後に適用することができる。播種の前に土壤中にそれらを入れることもできる。

【0157】

用いられる活性化合物の量は比較的広い範囲内で変わり得る。それは本質的に所望の効果の性質に依存する。一般に用いられる量は土壤表面のヘクタール当たりに 1 g ~ 10 kg の活性化合物、好ましくはヘクタール当たりに 5 g ~ 5 kg である。

【0158】

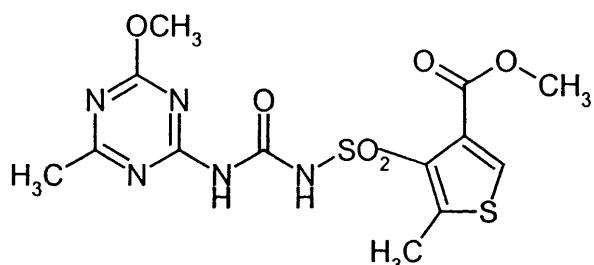
本発明に従う活性化合物の製造及び使用を、続く下記の実施例から知ることができる。20

製造実施例：

実施例 1

【0159】

【化 50】



30

【0160】

(方法 (b))

0.75 g (2.9ミリモル) の 2 - フェノキシカルボニルアミノ - 4 - メトキシ - 6 - メチル - 1 , 3 , 5 - トリアジンを 40 ml のアセトニトリル中に溶解し、0.75 g (3.2ミリモル) の 2 - メチル - 3 - スルファモイル - チオフェン - 4 - カルボン酸メチル及び 0.49 g (3.2ミリモル) のジアザビシクロウンデセン (DBU) と連続的に混合する。反応混合物を室温 (約 20) で 12 時間攪拌し、次いで水流ポンプ真空下で濃縮する。残留物を塩化メチレン中に取り上げ、混合物を 2 N 塩酸及び水で洗浄し、硫酸マグネシウムを用いて乾燥し、濾過する。濾液を水流ポンプ真空下で濃縮し、残留物をジエチルエーテルを用いて温浸し、得られる結晶生成物を吸引濾過により単離する。40

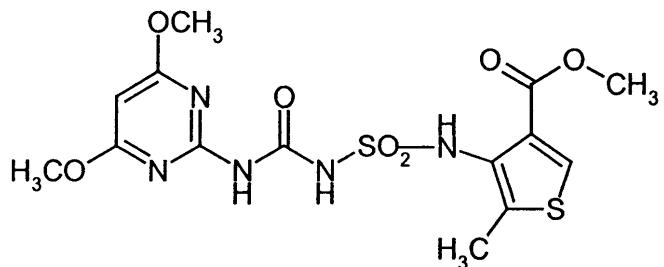
【0161】

これは融点が 195 の N - (4 - メトキシ - 6 - メチル - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル) - N' - (4 - メトキシカルボニル - 2 - メチル - チエン - 3 - イル - スルホニル) - ウレアを 0.60 g (理論値の 52 %) 与える。

実施例 2

【0162】

【化 51】



〔 0 1 6 3 〕

(方法(d))

10

1.05 g (7.5ミリモル) のクロロスルホニルイソシアナートを最初に 75 ml の塩化メチレン中に入れる。-10℃に冷却した後、30 ml の塩化メチレン中の 1.16 g (7.5ミリモル) の 2-アミノ-4,6-ジメトキシ-ピリミジンの溶液を攪拌しながらこの混合物に滴下し、混合物を -10℃ で 30 分間攪拌する。次いで 0℃において 50 ml の塩化メチレン中の 1.28 g (7.5ミリモル) の 3-アミノ-2-メチル-チオフェン-4-カルボン酸メチル及び 0.75 g (7.5ミリモル) のトリエチルアミンの溶液を滴下し、反応混合物を室温(約 20℃)で 12 時間攪拌する。次いで 100 ml の 2 N 塩酸中の 100 ml の水を加え、有機相を分離し、50 ml の水で洗浄し、硫酸マグネシウムを用いて乾燥し、濾過する。濾液を水流ポンプ真空下で濃縮し、残留物をエタノールから結晶化する。

20

【 0 1 6 4 】

これは融点が 174 の N-(4,6-ジメトキシ-ピリミジン-2-イル)-N'-(4-メトキシカルボニル-2-メチル-チエン-3-イル-アミノ-スルホニル)-ウレアを 2.1 g (理論値の 66 %) 与える。

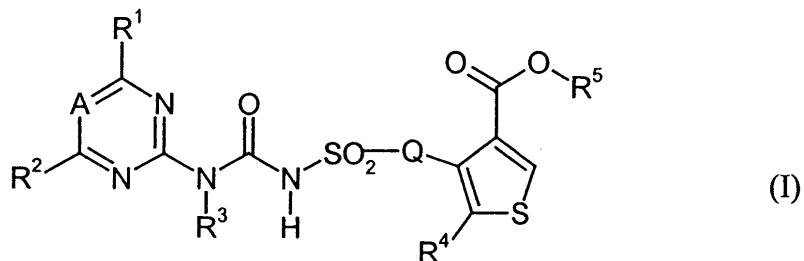
【 0 1 6 5 】

実施例 1 及び 2 に類似して、且つ本発明に従う製造法の一般的記載に従って、例えば、下記の表 1 に挙げる一般式 (I) の化合物を製造することもできる。

【 0 1 6 6 】

【化 5 2】

30



【 0 1 6 7 】

【表3】

表1:式(I)の化合物の例

実施 例 番号	A	Q	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	融点 (°C)
3	CH	NH	OCH ₃	OCH ₃	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	140
4	CH	NH	OCH ₃	OCH ₃	H	i-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	154
5	CH	NH	OCH ₃	OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	195
6	CH	-	OCH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	194

10

【0168】

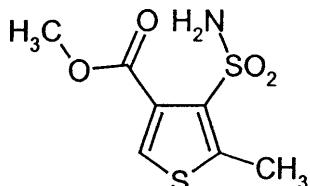
式(V)の出発材料:

実施例(V-1)

【0169】

【化53】

20



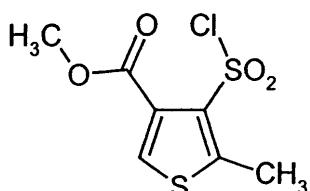
【0170】

段階1

【0171】

【化54】

30



【0172】

0 ~ 5において、60mlの水中の19.9g(0.29モル)の亜硝酸ナトリウムの溶液を75mlの10%濃度塩酸水溶液中の42.7g(0.25モル)の3-アミノ-2-メチル-チオフェン-4-カルボン酸メチルの溶液に攪拌しながら滴下する。反応混合物を0 ~ 5で60分間攪拌する。続いてアミドスルホン酸を用いて過剰の亜硝酸塩を破壊する。次いで0 ~ 5において、混合物を攪拌しながら300mlの塩化メチレン中の35g(0.55モル)の二酸化硫黄の溶液に滴下する。1.5gの塩化銅(I)及び1.5gのドデシル-トリメチルアンモニウムプロミドの添加の後、反応混合物を40で60分間、及び次いで20で12時間攪拌する。次いで18mlの35%濃度塩酸水溶液を加え、混合物を20で4時間攪拌し、次いで相を分離する。水相を塩化メチレンで再-抽出し、合わせた有機相を水で洗浄し、硫酸マグネシウムを用いて乾燥し、濾過する。濾液を水流ポンプ真空下で濃縮し、残留物をヘキサンから結晶化する。

40

50

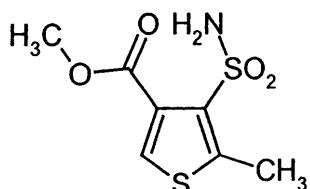
【0173】

これは 51.7 g (理論値の 81%) の塩化 4 - メトキカルボニル - 2 - メチル - チオフェン - 3 - スルホニルを与える。

段階 2

【0174】

【化 55】



10

【0175】

45 g (177ミリモル) の塩化 4 - メトキカルボニル - 2 - メチル - チオフェン - 3 - スルホニル、34 g (354ミリモル) の炭酸アンモニウム及び 400 ml の塩化メチレンの混合物を室温 (約 20°) で 12 時間攪拌する。混合物を濾過し、水流ポンプ真空下で濾液から溶媒を蒸留し、残留物をジエチルエーテルを用いて温浸し、結晶生成物を吸引濾過により単離する。

【0176】

20

これは 21.5 g (理論値の 52%) の 4 - メトキカルボニル - 2 - メチル - チオフェン - 3 - スルホンアミドを与える。

使用実施例 :実施例 A

発芽 - 前試験

溶媒 : 5 重量部のアセトン

乳化剤 : 1 重量部のアルキルアリールポリグリコールエーテル

活性化合物の適した調製物を作るために、1 重量部の活性化合物を上記の量の溶媒と混合し、上記の量の乳化剤を加え、水を用いて濃厚液を所望の濃度に希釈する。

【0177】

30

試験植物の種子を通常の土壤中に撒く。約 24 時間後、単位面積当たりに所望の特定の量の活性化合物が適用されるように、土壤に活性化合物の調製物をスプレー噴霧する。ヘクタール当たり 1000 リットルの水において、所望の特定の量の活性化合物が適用されるようにスプレー液の濃度を選ぶ。

【0178】

3 週間後、植物に対する損傷の程度を未処理標準の生育への比較における % 損傷として評価する。

【0179】

数字は :

0 % = 効果なし (未処理標準と同じ)

40

100 % = 全体的破壊

を示す。

【0180】

この試験で、例えば、製造実施例 1、2、3、4、5 及び 6 の化合物は雑草に対する非常に強い活性を示し、それらのいくつかは例えば綿、トウモロコシ及び大豆のような作物植物により十分に許容される。

【0181】

【表 4】

表A1: 発芽-前試験/温室

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	綿 (Cotton)	スズメノ ツツボウ (Alope- curus)	ヒユ (Ama- ranthus)	ハコベ (Stellaria)	スミレ (Viola)
	(6)	15	0	80	90	100

【0182】

【表5】

10

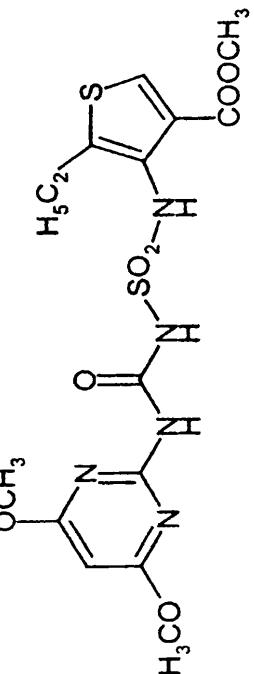
20

30

40

表A2: 発芽前試験/温室

【0183】
【表6】

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	トウモロコシ (Maize)	アカサ (Chenopodium)	カヤツリグサ (Cyperus)	マツリカリア (Matri- caria)	スミレ (Viola)
						
(5)	125	20	95	95	100	95

10

20

30

40

表A3:発芽-前試験/温室

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	大豆 (Soya)	マツリカリア (Matri- caria)	ハコベ (Stellaria)	クワガタソウ (Veronica)	スミレ (Viola)
(1)	4	10	95	95	95	100

【0184】
【表7】

10

20

30

40

表A4: 発芽-前試験/温室

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	ススキ アロペカル (Alope-	イチビ (Abutilon)	ヒュ ランthus)	カラシ (Sinapis)
 <chem>O=C1C=CC(O)=N2C=C(C=C2N1C(=O)N3C=C(C=C3S(=O)(=O)N4C=C(C=C4COC(=O)C)C)C)C</chem>	(3)	250	70	80	90

【0 1 8 5】

【表8】

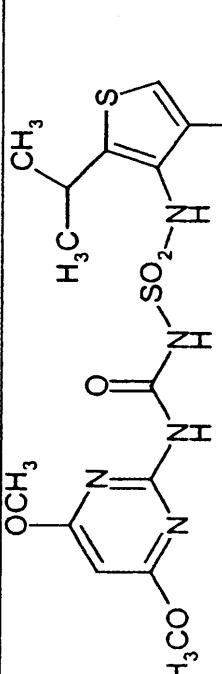
10

20

30

40

表A5 発芽-前試験/温室

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	スズメ/ アロペカ (Alope- curus)	カヤツリグサ (Cyperus)	イチビ (Abutilon)	ヒコ ランthus (Ama- ranthus)	カラシ (Sinapis)
	(4)	250	100	90	95	90
		20				10

【0186】

【表9】

30

40

20

表A6: 発芽-前試験/温室

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	トウモロコシ (Maize)	カヤツリグサ (Cyperus)	イチビ (Abutilon)	ヒュ- ランthus (Amaranthus)	カラシ (Sinapis)
	(2)	250	20	95	90	95

【 0 1 8 7 】

実施例 B

発芽 - 後試験

溶媒 : 5 重量部のアセトン

乳化剤 : 1 重量部のアルキルアリールポリグリコールエーテル

10

20

30

40

50

活性化合物の適した調製物を作るために、1重量部の活性化合物を上記の量の溶媒と混合し、上記の量の乳化剤を加え、水を用いて濃厚液を所望の濃度に希釈する。

【0188】

5～15cmの高さを有する試験植物に、単位面積当たりに所望の特定の量の活性化合物が適用されるように、活性化合物の調製物をスプレー噴霧する。ヘクタール当たり100リットルの水において、所望の特定の量の活性化合物が適用されるようにスプレー液の濃度を選ぶ。

【0189】

3週間後、植物に対する損傷の程度を未処理標準の生育への比較における%損傷として評価する。

10

【0190】

数字は：

0% = 効果なし(未処理標準と同じ)

100% = 全体的破壊

を示す。

【0191】

この試験で、例えば製造実施例1、2、5及び6の化合物は雑草に対する非常に強い活性を示し、それらのいくつかは例えば大麦及び小麦のような作物植物により十分に許容される。

【0192】

20

【表10】

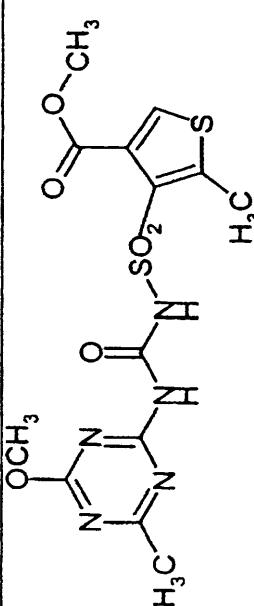
10

20

30

40

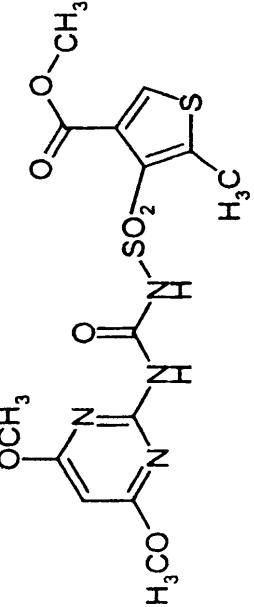
表B1: 発芽-後試験

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	ススキ アロエ (Alope- curus)	ヒエ (Echino- chloa)	ドクムギ (Lolium)	イチビ (Abu- tilon)	ハコベ (Stel- laria)	クリガタ ソウ (Veronica)	スミレ (Viola)
								
(1)	15	100	100	100	100	100	100	100

【0193】

【表11】

表B2: 種芽-後試験

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	大麦 (Barley)	スズメノテヅホウ (Alopeurus)	イチビ (Abutilon)	ヒユ (Amaranthus)	ハコベ (Stellaria)
						
(6)	4	20	90	100	100	95

【0194】
【表12】

10

20

30

40

表B3: 種芽-後試験

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当たりの 活性成分のg)	小麦 (Wheat)	ヒユ (Amaranthus)	マツリカリア (Matricaria)	スミレ (Viola)	オナモミ (Xanthium)
	(2)	125	0	100	100	100
						95

【0195】
【表13】

10

20

30

40

表B4:発芽-後試験

活性化合物の製造実施例番号	適用率 (ヘクタール当りの 活性成分のg)	小麦 (Wheat)	ハコベ (Stellaria)	アカザ (Cheno- podium)	サツマイモ (Ipomoea)	マツリカリア (Matri- caria)
(5)	125	20	90	100	100	100

10

20

30

40

フロントページの続き

(72)発明者 クルト , ヨアヒム
 ドイツ・デー - 4 0 7 6 4 ランゲンフェルト・ファイルネブルクシユトラーセ 6 9
(72)発明者 ミュラー , クラウス - ヘルムート
 ドイツ・デー - 4 0 5 9 3 デュッセルドルフ・ゾルフシユトラーセ 1 9
(72)発明者 ドリューズ , マーク・ビルヘルム
 ドイツ・デー - 4 0 7 6 4 ランゲンフェルト・ゲーテシユトラーセ 3 8
(72)発明者 ダーメン , ペーター
 ドイツ・デー - 4 1 4 7 0 ノイス・アルテビリユツカーシュトラーセ 6 3
(72)発明者 フォイヒト , デイーター
 ドイツ・デー - 4 0 7 8 9 モンハイム・アカーベーク 9
(72)発明者 ポンツエン , ロルフ
 ドイツ・デー - 4 2 7 9 9 ライヒリンゲン・アムクロスター 6 9

審査官 富永 保

(56)参考文献 特開昭 5 6 - 1 0 3 1 7 9 (J P , A)
 特開昭 5 9 - 0 0 5 1 8 1 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.CI. , D B 名)

C07D

A01N

CA/REGISTRY(STN)