

Brevet N° **84395**  
 du 29 septembre 1982  
 Titre délivré : **27 JUIN 1983**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre  
 de l'Économie et des Classes Moyennes  
 Service de la Propriété Intellectuelle  
 LUXEMBOURG

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

La société dite: SCHERING AKTIENGESELLSCHAFT BERLIN UND BERG- (1)  
 KAMEN, 170-178 Müllerstrasse, à 1000 BERLIN 65, Allemagne  
 Fédérale, représentée par Monsieur Jacques de Muyser, agis- (2)  
 sant en qualité de mandataire

dépose(nt) ce vingt-neuf septembre 1900 quatre-vingt-deux (3)  
 à 15 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :  
 "1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate, Verfahren zur (4)  
 Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende  
 Mittel mit wuchsregulatorischer und entblätternder Wirkung".

2. la délégation de pouvoir, datée de BERLIN le 23 juillet 1982  
 3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;  
 4. // planches de dessin, en deux exemplaires;  
 5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,  
 le 29 septembre 1982

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
 voir au verso (5)

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de  
 (6) brevet déposée(s) en (7) Allemagne Fédérale  
 le 1er octobre 1981 (No. P 31 39 505.8) (8)

au nom de la déposante  
 domicile (9)  
 élu(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg  
 35, bld. Royal (10)

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les  
 annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à // mois. (11)

Le mandataire

### II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des  
 Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

29 septembre 1982

à 15 heures



Pr. le Ministre  
 de l'Économie et des Classes Moyennes,  
 p. d.

A 68007

(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il a lieu «représenté par...» agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt  
 en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7)  
 pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois.

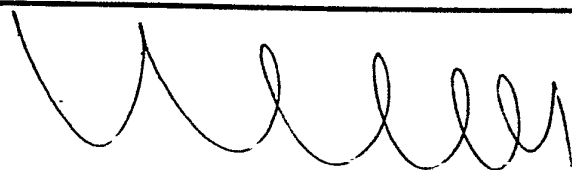
- 1.- Hans-Rudolf KRÜGER, Kulmbacher Strasse 15, à 1000 BERLIN 30,  
Allemagne Fédérale
- 2.- Friedrich ARNDT, Mühlenfeldstrasse 10, à 1000 BERLIN 28,  
Allemagne Fédérale
- 3.- Reinhard RUSCH, Wildkanzelweg 29, à 1000 BERLIN 28, Allemagne  
Fédérale

BEANSPRUCHUNG DER PRIORITÄT

der Patent/~~Qb~~/ - Anmeldung

In: DER BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Vom: 1. Oktober 1981



PATENTANMELDUNG

in

Luxemburg

Anmelder: SCHERING AKTIENGESELLSCHAFT BERLIN UND BERGKAMEN

Betr.: "1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit wuchsregulatorischer und entblätternder Wirkung".

Der Text enthält:

Eine Beschreibung: Seite 1 bis 7

gefolgt von:

Patentansprüchen : Seite 8 bis 39

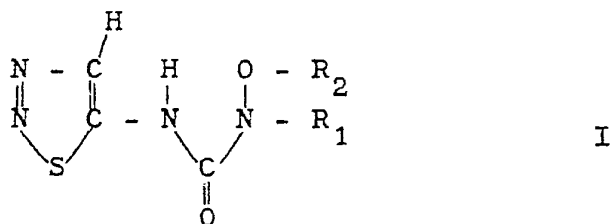


5 Die Erfindung betrifft neue 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-  
derivate, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen so-  
wie diese enthaltende Mittel mit wuchsregulatorischer und  
entblätternder Wirkung.

10 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate mit wuchsregulato-  
rischer und entblätternder Wirkung sind bereits bekannt  
(DE-OS 2 214 632; DE-OS 2 506 690). Trotz ausgezeichneter  
Wirkung des hiervon in die Praxis als Baumwollentblätte-  
rungsmittel eingeführten 1-Phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-  
15 yl)-harnstoffs besteht der Wunsch, dessen Wirkung zu ver-  
vollkommen oder sogar zu übertreffen.

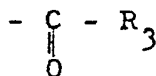
Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher die Zurverfü-  
gungstellung neuer 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate,  
20 welche das strukturanaloge praxisbekannte Baumwollentblätte-  
rungsmittel insbesondere in der entblätternden Wirkung über-  
treffen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch 1,2,3-  
25 Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate der allgemeinen Formel



30 in der  
 $\text{R}_1$  einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -  
Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxy und/oder die  
Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituier-  
ten aromatischen Kohlenwasserstoffrest und  $\text{R}_2$  Wasserstoff,  
35 ein einwertiges Metalläquivalent, einen gegebenenfalls sub-  
stituierten  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_3\text{-C}_6$ -Alkenyl- oder  
Alkynylrest, einen gegebenenfalls substituierten Aryl- $\text{C}_1\text{-C}_2$ -  
alkylrest oder den Rest

5

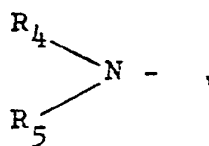


bedeuten, worin

10

$\text{R}_3$  Wasserstoff, einen gegebenenfalls substituierten  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_2\text{-C}_6$ -Alkenylrest, einen  $\text{C}_2\text{-C}_6$ -Alkinylrest, einen Aryl- $\text{C}_1\text{-C}_2$ -alkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl substituierten  $\text{C}_3\text{-C}_8$ -cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls substituierten heterocyclischen Kohlenwasserstoffrest, eine  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxygruppe, eine  $\text{C}_3\text{-C}_6$ -Alkenyl- oder Alkinyloxygruppe, eine gegebenenfalls substituierte Aryloxygruppe, eine  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkylthiogruppe, eine Arylthiogruppe oder eine Aminogruppe

20



darstellt, in der

25

$\text{R}_4$  und  $\text{R}_5$  gleich oder verschieden sind und jeweils Wasserstoff  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl, Aryl oder ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl, Halogen,  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxy, die Nitrogruppen und/oder die Trifluormethylgruppe substituiertes Aryl bedeuten.

30

Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich hervorragend zur Entblätterung von Baumwollpflanzen und übertreffen hierin überraschenderweise sowohl das bekannte Mittel analoger Konstitution als auch andere praxisbekannte Mittel gleicher Wirkungsrichtung. Der Einsatz von Pflückmaschinen für die Kapselernte wird hierdurch erheblich verbessert.

35

Außer in Baumwollkulturen können die Verbindungen vorteilhafterweise auch in Baumschulen, Obst- und Gemüsekulturen und Leguminosen angewandt werden. Die zu erntenden Pflanzen

- 10 -

5 oder Pflanzenteile werden hierdurch in vorteilhafter Weise sowohl leichter zugänglich gemacht als auch in ihrer Reife erheblich beschleunigt. Bei entsprechenden Umweltbedingungen bilden so behandelte Pflanzen später wieder gesundes, normales Blattwerk aus.

10 Die erfindungsgemäßen Verbindungen verzögern insbesondere das vegetative Wachstum. Allgemein kann der erzielte Effekt als Retardation bezeichnet werden. Es wird angenommen, daß eine Änderung des Hormonhaushaltes der Pflanze verursacht  
15 wird. Die Steuerung des natürlichen Wachstums ist visuell zu erkennen durch Veränderung der Größe, der Formgebung, der Farbe oder der Struktur der behandelten Pflanze oder irgendeiner ihrer Teile.

20 Beispielhaft werden folgende Entwicklungsänderungen der Pflanze genannt; die außer der Entblätterung durch die erfindungsgemäßen Verbindungen verursacht werden können:

Hemmung des vertikalen Wachstums,

Hemmung der Wurzelentwicklung,

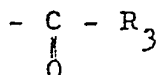
25 Anregung des Knospenaustriebes oder der Bestockung, oder auch totale Hemmung des Austriebes,

Intensivierung der Bildung von Pflanzenfarbstoffen.

30 Die Verbindungen können in verschiedener Weise auf die verschiedenen Pflanzenteile wie das Saatgut, die Wurzeln, den Stamm, die Blätter, die Blüten und die Früchte aufgebracht werden. Es können auch Spritzungen vor dem Auflauf beziehungsweise Austrieb der Pflanzen oder nach dem Auflauf beziehungsweise Austrieb derselben vorgenommen werden. Gegen  
35 eine Reihe von Unkräutern einschließlich Buschwerk können die Hemmeffekte in solcher Weise auftreten, daß sie zur Unkrautbekämpfung genutzt werden können.

5 Die Aufwandmengen für die gewünschte Regulierung des Pflanzenwachstums betragen bei Flächenbehandlung in der Regel 0,05 bis 5 kg Wirkstoff/ha. In bestimmten Fällen können diese Grenzen nach unten und nach oben überschritten werden. Die Art und Weise der wuchsregulierenden Wirkung ist indes-  
10 sen abhängig vom Behandlungszeitpunkt, von der Behandlungsart, von der Pflanzenart und von der Konzentration.

Von den erfindungsgemäßen Verbindungen zeichnen sich in den beschriebenen Wirkungen insbesondere diejenigen aus, bei  
15 denen in der oben angeführten allgemeinen Formel I  $R_1$  einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest, wie zum Beispiel Phenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Chlorphenyl, 4-Chlorphenyl, 2-Methylphenyl, 3-Methylphenyl, 4-Methylphenyl, 2-Fluorphenyl, 2-Nitrophenyl oder 2-Methoxyphenyl und  $R_2$  Wasserstoff, ein  
20 einwertiges Metalläquivalent wie zum Beispiel ein Alkalimetallatom, vorzugsweise ein Lithium-, Natrium- oder Kaliumatom, ein entsprechendes Äquivalent eines zweiwertigen Metalls, zum Beispiel ein Calcium- oder Magnesiumatom, gegebenenfalls  $C_1$ - $C_6$ -substituierte Alkylreste wie zum Beispiel  
25 Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, tert.-Butyl, 2,2-Dimethyl-1-propyl, n-Pentyl, n-Hexyl, 2-Chloräthyl, 3-Chlorpropyl, 2-Brompropyl, 3-Brompropyl oder 2-Phenoxyäthyl,  $C_3$ - $C_6$ -Alkenyl- oder Alkynylreste wie zum Beispiel 2-Propenyl, 2-Methyl-2-propenyl, oder 2-Propinyl, ge-  
30 gegebenenfalls substituierte Aryl- $C_1$ - $C_2$ -Alkylreste wie zum Beispiel Benzyl, 2-Chlorbenzyl, 3-Chlorbenzyl, 4-Chlorbenzyl, 3,4-Dichlorbenzyl oder den Rest



35 bedeuten, worin

$R_3$  Wasserstoff, gegebenenfalls substituierte  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylreste, wie zum Beispiel Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, tert.-Butyl, n-Heptyl, n-Nonyl, n-Decyl, Chlor-methyl, Fluormethyl, 2-Chloräthyl, 1-Chloräthyl, Dichlor-methyl, Phenoxy-methyl, 1-Phenoxyäthyl, 2-Phenoxyäthyl,

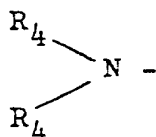
- 12 -

Formular Nr. 1439

Vorstand: Dr. Herbert Asmus · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanneke · Karl Otto Mittelstendscheid · Dr. Horst Witte  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eouard v. Schwentzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRE 293 u. AG Kamen HRE 0081

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 106 7036 00, Bankleitzahl 100 400 0  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5908, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5 (2,4-Dichlorphenoxy)-methyl,  $C_2$ - $C_6$ -Alkenylreste und  $C_2$ -  
 $C_6$ -Alkinylreste, wie zum Beispiel 2-Butenyl, Vinyl, 2-  
 Methyl-2-propenyl, Propen-1-yl, Äthinyl, aromatisch-alipha-  
 tische Kohlenwasserstoffreste, wie zum Beispiel Benzyl, 4-  
 Chlorbenzyl,  $C_3$ - $C_8$ -cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste  
 10 wie zum Beispiel Cyclopropyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl oder  
 Methylcyclohexyl, aromatische Kohlenwasserstoffreste wie  
 zum Beispiel Phenyl, 3-Chlorphenyl, 2-Chlorphenyl, 4-Chlor-  
 phenyl, 2,4-Dichlorphenyl, 2-Methylphenyl, 3-Methylphenyl,  
 4-Methylphenyl, 3-Nitrophenyl, 4-Nitrophenyl, 2-Methoxy-  
 15 phenyl, 4-Methoxyphenyl, 1-Naphthyl, 2-Naphthyl, 2-Furyl,  
 $C_1$ - $C_6$ -Alkoxyreste, wie zum Beispiel Methoxy, Äthoxy, Pro-  
 poxy, Isopropoxy oder n-Butoxy,  $C_3$ - $C_6$ -Alkenyl- oder Alkinyl-  
 reste, wie zum Beispiel 2-Propenyloxy, 2-Butenyloxy oder  
 2-Propinyloxy, Aryloxyreste wie zum Beispiel Phenoxy oder  
 20 4-Chlorphenoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkylthioester, wie zum Beispiel  
 Methylthio, Äthylthio oder Propylthio, Arylthioester, wie  
 zum Beispiel Phenylthio oder 4-Chlorphenylthio oder eine  
 Aminogruppe



darstellt, in der

$R_4$  und  $R_5$  gleich oder verschieden sind und jeweils Wasser-  
 stoff, Methyl, Phenyl oder 4-Chlorphenyl bedeuten.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können entweder allein,  
 in Mischung miteinander oder mit anderen Wirkstoffen ange-  
 wendet werden. Gegebenenfalls können andere Entblätterungs-,  
 Pflanzenschutz- oder Schädlingsbekämpfungsmittel je nach dem  
 gewünschten Zweck zugesetzt werden, beispielsweise herbizid  
 35 wirksame Mischungspartner Wirkstoffe aus der Gruppe der  
 Triazine, Aminotriazole, Anilide, Diazine, Uracile, alipha-  
 tische Carbonsäure und Halogencarbonsäuren, substituierte  
 Benzoessäuren und Aryloxycarbonsäuren, Hydrazide, Amide, ...



5 Nitrile, Ester solcher Carbonsäuren, Carbamidsäure- und Thiocarbamidsäureester, Harnstoffe, 2,3,6-Trichlorbenzyl-oxypropanil, rhodanhaltige Mittel und andere Zusätze.

10 Unter anderen Zusätzen sind zum Beispiel auch nicht phyto-toxische Zusätze zu verstehen, die mit Herbiziden eine synergistische Wirkungssteigerung ergeben können, wie unter anderem Netzmittel, Emulgatoren, Lösungsmittel und ölige Zusätze.

15 Das erfindungsgemäße Mittel kann als weitere Komponenten vorzugsweise die folgenden Wuchsregulatoren und/oder Entblättermittel enthalten:

Auxin,

$\alpha$ -(2-Chlorphenoxy)-propionsäure,

20 4-Chlorphenoxyessigsäure,

2,4-Dichlorphenoxyessigsäure,

Indolyl-3-essigsäure,

Indolyl-3-buttersäure,

$\alpha$ -Naphthylessigsäure,

25  $\beta$ -Naphthoxyessigsäure,

Naphthylacetamid,

N-m-Tolylphthalylamidsäure,

Gibberelline,

S,S,S-Tri-n-butyl-trithiophosphorsäureester,

30 Cytokinine,

2-Chloräthylphosphonsäure,

2-Chlor-9-hydroxyfluoren-9-carbonsäure,

2-Chloräthyl-trimethylammoniumchlorid,

N,N-Dimethylaminobornsteinsäureamid,

35 2-Isopropyl-4-trimethylammonio-5-methylphenylpiperidin-1-carbonsäureesterchlorid,

Phenyl-isopropylcarbamat,

3-Chlorphenyl-isopropylcarbamat,

Äthyl-2-(3-chlorphenylcarbamoyloxy)-propionat,

Maleinsäurehydrazid,

-14-

Formular-Nr.: 1439-40

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Brunn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mitterstentscheid · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eouard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 55 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

- 5 2,3-Dichlorisobuttersäure,  
Di-(methoxythiocarbonyl)-disulfid,  
1,1'-Dimethyl-4,4'-bipyridylium-dichlorid,  
3,6-Endoxohexahydrophthalsäure,  
3-Amino-1,2,4-triazol,  
10 1,2,3-Thiadiazolyl-5-yl-harnstoffderivate,  
1-(2-Pyridyl)-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff,  
2-Butylthio-benzthiazol,  
2-(2-Methylpropylthio)-benzthiazol,  
3,4-Dichlorisothiazol-5-carbonsäure,  
15 2,3-Dihydro-5,6-dimethyl-1,4-dithiin-1,1,4,4-tetroxid,  
Arsensäure,  
Cacodylsäure,  
Chlorat, vorzugsweise Calciumchlorat, Kaliumchlorat,  
Magnesiumchlorat oder Natriumchlorat,  
20 Calciumcyanamid,  
Kaliumjodid,  
Magnesiumchlorid,  
Abietinsäure,  
Nanol.

25  
Zweckmäßig werden die erfindungsgemäßen Wirkstoffe oder  
deren Mischungen in Form von Zubereitungen, wie Pulvern,  
Streumitteln, Granulaten, Lösungen, Emulsionen oder Sus-  
pensionen, unter Zusatz von flüssigen und/oder festen Trä-  
gerstoffen beziehungsweise Verdünnungsmitteln und gegebe-  
30 nenfalls Netz-, Haft-, Emulgier- und/oder Dispergierhilfs-  
mitteln, angewandt.

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

40 Als feste Trägerstoffe eignen sich Mineralerden, zum Bei-  
spiel Tonsil, Silicagel, Talkum, Kaolin, Attapulgit, Kalk-

-15-

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mittelschneid · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 35 HRB 283 u. AG Kamen HRB 3061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postsparkonto: Berlin West 1175-101, Bankleitzahl: 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7008 00, Bankleitzahl: 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5006, Bankleitzahl: 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft AG, Frankfurt, Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl: 100 202 00

5 stein, Kieselsäure, und pflanzliche Produkte, zum Beispiel Mehle.

An oberflächenaktiven Stoffen sind zu nennen, zum Beispiel Calciumligninsulfonat, Polyoxyäthylen-alkylphenoläther,  
10 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.  
15 Beispielsweise enthalten die Mittel etwa 5 bis 95 Gewichtsprozent Wirkstoffe, etwa 95 bis 5 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 von etwa 100 bis 5000 Liter/ha. Eine Anwendung der Mittel im sogenannten Low Volume- und Ultra-Low-Volume-Verfahren ist  
25 ebenso möglich wie ihre Applikation in Form von sogenannten Mikrogranulaten.

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

30 A. Spritzpulver

a) 80 Gewichtsprozent Wirkstoff

15 Gewichtsprozent Kaolin

5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf Basis des Natriumsalzes, des N-Methyl-N-oley-aurins und  
35 des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure.

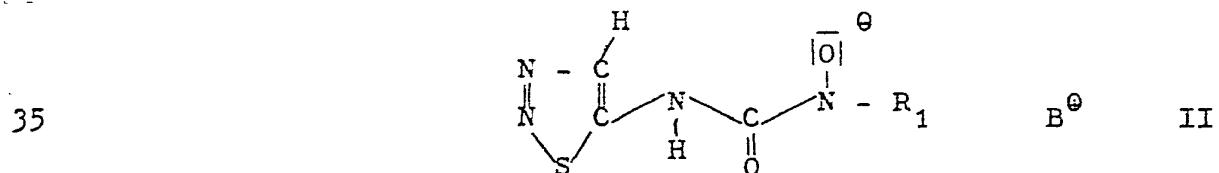
b) 50 Gewichtsprozent Wirkstoff

40 Gewichtsprozent Tonmineralien

5 Gewichtsprozent Zellpech

- ## B. Emulsionskonzentrat

- A) Metallverbindungen der allgemeinen Formel


$$R_3 - CO - X \quad \text{III}$$

- 17 -

5 mit Isocyanaten der allgemeinen Formel



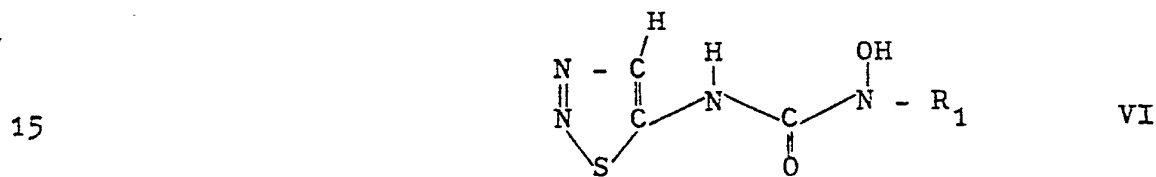
oder

mit Alkylhalogeniden der allgemeinen Formel



10 oder

B) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der allgemeinen Formel



in Gegenwart von säurebindenden Mitteln mit Acylhalogeniden der allgemeinen Formel

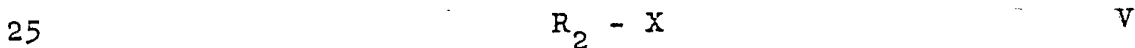


20 oder

mit Isocyanaten der allgemeinen Formel



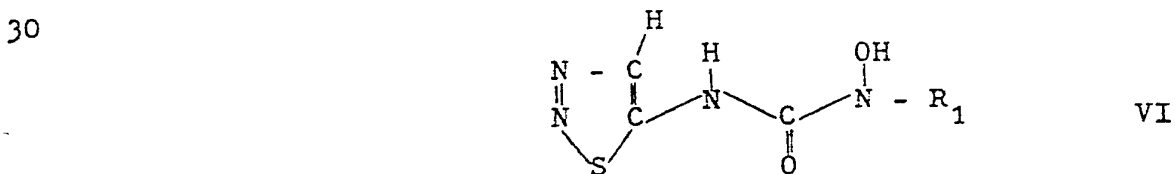
gegebenenfalls in Gegenwart eines Katalysators, oder mit Alkylhalogeniden der allgemeinen Formel



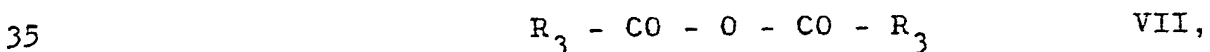
reagieren läßt

oder

C) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der allgemeinen Formel



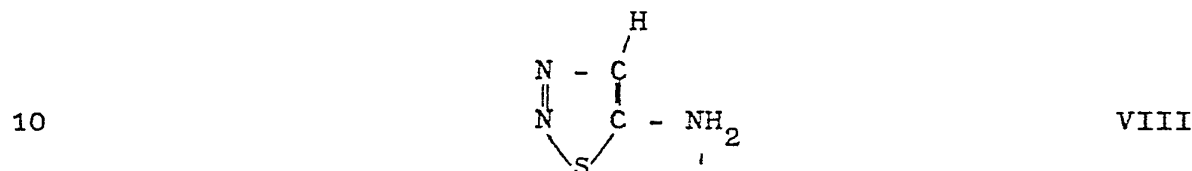
mit Säureanhydriden der allgemeinen Formel



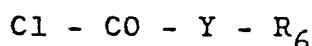
gegebenenfalls in Gegenwart eines Katalysators umgesetzt,

worin  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  die oben angeführte Bedeutung haben, X ein Halogenatom, vorzugsweise ein Chloratom und B ein einwertiges Metalläquivalent, vorzugsweise ein Natrium-,

- 5 Kalium- oder Lithiumatom, bedeuten,  
oder indem man - sofern  $R_2$  Wasserstoff bedeutet -  
D) 5-Amino-1,2,3-thiadiazol der Formel



- a) mit Chlorameisensäureestern der allgemeinen Formel

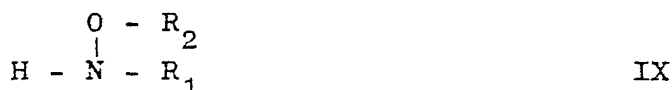


- in Gegenwart eines säurebindenden Mittels, wie zum Bei-  
15 spiel Triäthylamin, N,N-Dimethylanilin, Hexamethylphosphor-  
säuretriamid oder Pyridinbasen, in organischen Lösungsmit-  
teln, wie zum Beispiel Tetrahydrofuran, Methylenchlorid  
oder Dimethylformamid, bei Temperaturen von  $0^{\circ}C$  bis  $60^{\circ}C$ ,  
vorzugsweise bei Raumtemperatur, reagieren läßt und darauf  
20 mit Hydroxylamin-derivaten der allgemeinen Formel



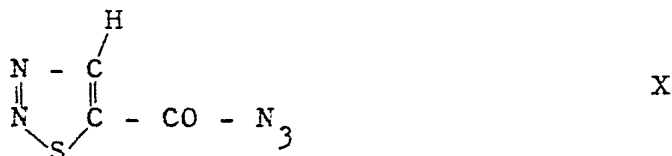
- gelöst in einem organischen Lösungsmittel, wie zum Beispiel  
Aceton, Dimethylformamid, Tetrahydrofuran oder Acetonitril,  
25 bei Temperaturen zwischen  $50^{\circ}$  und  $150^{\circ}C$ , vorzugsweise bei  
Siedetemperatur des Lösungsmittels, zur Reaktion bringt  
oder

- b) zunächst mit Phosgen in Gegenwart eines säurebindenden  
Mittels, wie zum Beispiel N,N-Dimethylanilin, unter Bildung  
30 des entsprechenden Isocyanats oder Carbamoylchlorids um-  
setzt und anschließend mit einem Hydroxylamin-derivat der  
allgemeinen Formel



- 35 zur Reaktion bringt  
oder

- E) indem man 1,2,3-Thiadiazol-5-carbonsäureazid der Formel

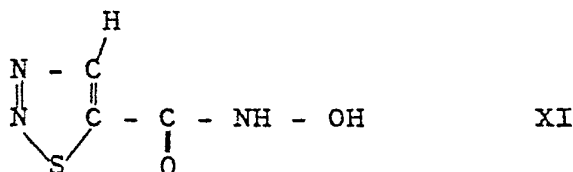


5 mit einem Hydroxylamin-derivat der allgemeinen Formel



in einem inerten organischen Lösungsmittel, wie zum Beispiel Toluol, Xylol, Benzol, Dioxan oder Cyclohexanon, bei Temperaturen von 20° bis 180°C, vorzugsweise bei Siedetemperaturen des Reaktionsgemisches, reagieren läßt, oder

F) indem man 1,2,3-Thiadiazol-5-carbohydroxamsäure der Formel



mit einem Säurehalogenid der allgemeinen Formel

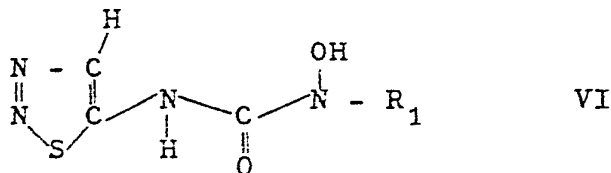


20 und einem Hydroxylamin-derivat der allgemeinen Formel



in einem inerten organischen Lösungsmittel, wie zum Beispiel Tetrahydrofuran, Acetonitril oder Toluol, in Gegenwart von säurebindenden Mitteln, wie beispielsweise Triäthylamin, Pyridin oder Natriumcarbonat, umgesetzt, wobei R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> die obige Bedeutung haben, X ein Halogenatom, vorzugsweise ein Chloratom, Y ein Sauerstoff- oder ein Schwefelatom, R<sub>6</sub> einen C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>-Alkylrest, zum Beispiel Methyl oder Äthyl, oder einen Arylrest, zum Beispiel den Phenylrest und R<sub>7</sub> einen gegebenenfalls substituierten Aryl- beziehungsweise Alkylsulfonylrest, beispielsweise Phenylsulfonyl, 4-Tolylsulfonyl, 4-Bromphenylsulfonyl, 4-Chlorphenylsulfonyl, 4-Nitrophenylsulfonyl, Methylsulfonyl, Äthylsulfonyl oder Benzylsulfonyl darstellen, oder daß man - im Falle daß R<sub>2</sub> ein einwertiges Metalläquivalent bedeutet -

G) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der allgemeinen Formel



5 mit Metallverbindungen der allgemeinen Formel

B      Z

XIII,

gegebenenfalls unter Verwendung eines Lösungsmittels, wie zum Beispiel Acetonitril, Tetrahydrofuran, Dioxan, Methanol oder Dimethylformamid, wobei  $R_1$  und B die oben angeführte

10 Bedeutung haben und Z Wasserstoff, Hydroxyl, niederes Alkoxy oder die Aminogruppe darstellt.

Die Ausgangsprodukte zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen sind an sich bekannt oder können nach an sich

15 bekannten Verfahren hergestellt werden.

Die Umsetzung der Reaktionspartner erfolgt zwischen  $0^\circ$  und  $120^\circ\text{C}$ , im allgemeinen jedoch zwischen Raumtemperatur und Rückflußtemperatur des entsprechenden Reaktionsgemisches.

20 Die Reaktionsdauer beträgt 1 bis 72 Stunden.

Zur Synthese der erfindungsgemäßen Verbindungen werden die Reaktanden in etwa äquimolaren Mengen eingesetzt. Geeignete

25 Reaktionsmedien sind gegenüber den Reaktanden inerte Lösungsmittel. Die Wahl der Lösungs- beziehungsweise Suspensionsmittel richtet sich nach dem Einsatz der entsprechenden Alkyl- beziehungsweise Acylhalogenide, der Isocyanate, der angewandten Säureakzeptoren und der Metallverbindungen.

30 Als Lösungs- beziehungsweise Suspensionsmittel seien beispielsweise genannt Äther, wie Diäthyläther, Diisopropyläther, Tetrahydrofuran und Dioxan, aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Petroläther, Cyclohexan, Hexan, Heptan, Benzol, Toluol und Xylol, Carbonsäurenitrile,

35 wie Acetonitril, und Carbonsäureamide, wie Dimethylformamid.

Als Säureakzeptoren eignen sich organische Basen, wie zum Beispiel Triäthylamin, N,N-Dimethylanilin und Pyridinbasen



5 oder anorganische Basen, wie Oxide, Hydroxide und Carbonate der Erdalkali- und Alkalimetalle. Flüssige Basen wie Pyridin können gleichzeitig als Lösungsmittel eingesetzt werden.

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

15 Die erfindungsgemäßen Verbindungen stellen in der Regel farb- und geruchlose kristalline Körper dar, die schwerlöslich in Wasser und aliphatischen Kohlenwasserstoffen sind, mäßig bis gut löslich in halogenierten Kohlenwasserstoffen, 20 wie Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff, Ketonen, wie Aceton, Carbonsäureamiden, wie Dimethylformamid, Sulfoxiden wie Dimethylsulfoxid, Carbonsäurenitrilen, wie Acetonitril, und niederen Alkoholen, wie Methanol und Äthanol.

25 Als Lösungsmittel zur Umkristallisation bieten sich insbesondere Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform, Toluol, Acetonitril und Essigester an.

30 Die folgenden Beispiele erläutern die Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen.

#### BEISPIEL 1

##### 1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

35 In einem dreifach tubulierten 1 l Rundkolben mit Thermometer und Rührer wird eine Lösung von 7,25 g (0,105 Mol) Natriumnitrit in 100 ml Wasser mit 200 ml Toluol versetzt. Zu dieser Mischung wird innerhalb von 30 Minuten bei 0 bis 5°C eine Lösung aus 14,4 g (0,1 Mol) 1,2,3-Thiadiazol-5-carbonsäurehydrazid, 100 ml Wasser und 8 ml (ca. 0,1 Mol) 40 konzentrierte Salzsäure getropft. Man rührt 15 Minuten bei

-22-

Formular-Nr.: 1489-2

Vorstand: Dr. Herbert Asmus - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hahnse - Karl Otto Mittersteinscheid - Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwarzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 263 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1000 Berlin 65 - Postfach 65 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 0  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5 0 bis 5°C nach, trennt die Toluolphase ab und trocknet diese über Magnesiumsulfat.

In einem dreifach tubulierten 1 l Rundkolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler werden inzwischen 50 ml  
10 Toluol auf 110°C vorgeheizt. Die getrocknete 1,2,3-thiadiazol-5-carbonsäureazidlösung und eine Lösung von 11,0 g (0,11 Mol) Phenylhydroxylamin in 200 ml Toluol werden gleichzeitig, aber separat, innerhalb von 15 Minuten so zuge-  
15 getropft, daß die Innentemperatur bei 100 bis 110°C gehalten wird. Man rührt noch 10 Minuten unter Rückfluß nach be-  
endeter Zugabe nach, wobei bereits schwach gelb gefärbte Kristalle sich abscheiden, und kühlt dann auf 5°C ab; saugt die Kristalle ab, die mit 50 ml diisopropyläther digeriert, im Vakuum bei 40°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wer-  
20 den.

Ausbeute: 19,6 g = 82,9 % der Theorie

Fp.: 177°C (Zersetzung)

DC: Laufmittel = Essigester R<sub>f</sub>-Wert: 0,445

Analyse: Berechnet C 45,76 % H 3,41 % N 23,72 % S 13,54%

25 Gefunden C 45,67 % H 3,29 % N 23,54 % S 13,19%

## BEISPIEL 2

### 1-Phenyl-1-propionyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

30 9,43 g (0,04 Mol) 1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff werden unter Zugabe von 6,15 ml (0,044 Mol) Triäthylamin in 100 ml Tetrahydrofuran gelöst. Hierzu wird unter Kühlung bei 20°C eine Lösung von 3,46 ml (0,04 Mol) Propionylchlorid in 10 ml Tetrahydrofuran innerhalb von 5  
35 Minuten getropft und anschließend eine Stunde nachgerührt. Nach Absaugen des Niederschlages wird das Filtrat eingeeengt und der Rückstand in 150 ml Äther aufgenommen. Die Ätherphase wird mit Wasser gewaschen, über Magnesiumsulfat getrocknet, wiederum eingeeengt und der Rückstand mit Diisopropyläther digeriert.

-23-

Formular-Nr. 1439-240

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hahnse · Karl Otto Mittelstendscheid · Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-100 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl: 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl: 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl: 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl: 100 202 00

5 Ausbeute: 8,2 g = 70,1 % der Theorie  
 Fp.: 115°C (Zersetzung)  
 DC: Laufmittel = Essigester  $R_f$ -Wert: 0,475  
 Analyse: Berechnet C 49,30 % H 4,14 % N 19,17 %  
 Gefunden C 49,42 % H 4,23 % N 19,19 %

10

BEISPIEL 31-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

15 4,72 g (0,02 Mol) 1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff werden in 40 ml Tetrahydrofuran suspendiert und mit 1,19 ml (0,02 Mol) Methylisocyanat versetzt. Nach Zugabe von 3 Tropfen Triäthylamin erhält man eine klare Lösung und nach weiteren 10 Minuten scheiden sich bereits

20 Kristalle ab. Das Reaktionsgemisch wird bei Raumtemperatur stehengelassen, dann werden die Kristalle abgesaugt und mit Diisopropyläther digeriert.

Ausbeute: 4,7 g = 80,1 % der Theorie

Fp.: 135°C (Zersetzung)

25 DC: Laufmittel = Essigester  $R_f$ -Wert: 0,290

Analyse: Berechnet: C 45,04% H 3,78% N 23,88%

Gefunden : C 45,57% H 3,77% N 24,29%

30 BEISPIEL 41-Methoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

7,1 g (0,03 Mol) 1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff werden in 75 ml Tetrahydrofuran weitgehend gelöst und mit 1,44 g (0,03 Mol) einer 50 %igen Dispersion

35 von Natriumhydrid in Öl vorsichtig versetzt. Es wird eine Stunde bei Raumtemperatur bis zum Ende der Gasentwicklung nachgerührt, dann werden 1,9 ml (0,03 Mol) Methyljodid hinzugefügt und das Reaktionsgemisch 30 Minuten auf 60°C erwärmt.

-24-

5 Anschließend wird das Reaktionsgemisch im Vakuum eingeengt, mit 100 ml Eiswasser vorsichtig versetzt; dann werden die resultierenden schmierigen Kristalle mit 50 ml Diisopropyläther digeriert und bei 40°C im Vakuum bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

10 Ausbeute: 3,8 g = 50,7 % der Theorie

Fp.: 163 - 164°C (Zersetzung)

DC: Laufmittel = Essigester  $R_f$ -Wert: 0,45

Analyse: Berechnet: C 47,99% H 4,04% N 22,39%

Gefunden: C 47,80% H 4,03% N 21,98%

15

In analoger Weise lassen sich die folgenden erfindungsgemäßen Verbindungen herstellen.

	Name der Verbindungen	Physikalische Konstante
20	1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 155°C (Zersetzung)
	1-Äthoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 167-168°C (Zersetzung)
25	1-Phenyl-1-phenylcarbamoyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 115°C (Zersetzung)
	1-Chloracetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 70°C (Zersetzung)
	1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 130°C (Zersetzung)
30	1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 85°C (Zersetzung)
	1-Butyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 127°C (Zersetzung)
	1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 165°C (Zersetzung)
35	1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 113°C (Zersetzung)
	1-Dimethylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 102°C (Zersetzung)
	1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 134 - 136°C (Zersetzung)

5	Name der Verbindungen	Physikalische Konstante
	1-Cyclopropylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 139°C
	1-(2,2-Dimethylpropionyl)-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 245°C (Zersetzung)
10	1-Decylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	n <sub>D</sub> 20: 1,5401
	1-Cyclohexylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 135 - 136°C
	1-Formyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	Fp.: 155 - 157°C (Zersetzung)

15 Die folgenden Ausführungsbeispiele dienen zur Erläuterung der Anwendungsmöglichkeiten der erfindungsgemäßen Verbindungen, die in Form der oben angeführten Zubereitungen erfolgte.

#### 20 BEISPIEL 5

Im Gewächshaus wurden die in der Tabelle aufgeführten erfindungsgemäßen Verbindungen in einer Aufwandmenge von 5 kg Wirkstoff/ha dispergiert in 600 Liter

25 Wasser/ha auf die Testpflanzen Sinapis (Si), Solanum (So), Beta (Be), Gossypium (Go), Hordeum (Ho), Zea Mays (Ze), Lolium (Lo) und Setaria (Se) im Vor- (V) und Nachauflaufverfahren (N) gespritzt. 3 Wochen nach der Behandlung wurde das Behandlungsergebnis bonitiert, wobei

0 = keine Wirkung

30 1-2 = wuchsregulatorische Effekte in Form von intensiver Färbung der Primärblätter

Retardation

Wuchsdepression und Verkleinerung der Blätter

35 geringere Wurzelentwicklung

3-4 = die unter 1-2 beschriebenen Effekte treten besonders stark auf

bedeuten.

Erfindungsgemäße Verbindungen	Si V/N	So V/N	Be V/N	Go V/N	Ho V/N	Ze V/N	Lo V/N	Se V/N
1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4/3	4/3	4/4	3/4	1/1	2/1	3/3	3/4
1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	2/3	3/2	3/3	3/4	2/1	2/2	3/3	3/4
1-Methoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4/3	4/2	2/3	2/3	0/0	1/0	3/1	3/3
1-Äthoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	0/3	0/1	1/3	0/3	0/0	0/0	2/0	1/3
1-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/2	1/2	3/3	2/3	2/1	2/1	2/2	3/4
1-Phenyl-1-phenylcarbamoyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	1/3	1/3	3/3	3/4	1/0	1/0	3/3	3/3
1-Chloracetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	1/3	1/3	3/3	2/4	1/1	1/1	3/1	2/3
1-Phenyl-1-propionyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/3	3/3	4/3	3/4	2/1	1/2	3/3	3/3
1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	0/2	0/2	0/3	0/3	0/1	1/0	1/1	1/3
1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/3	3/3	3/3	3/4	3/2	2/2	3/3	3/4
1-Butyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/3	3/3	2/3	2/3	1/3	1/1	3/2	2/4
1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/3	3/3	3/3	3/3	1/1	1/1	3/2	2/3
1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3/3	3/3	3/3	3/3	1/1	1/1	3/2	2/1

5

10

15

20

25

30

35

Erfindungsgemäße Verbindungen	Si V/N	So V/N	Be V/N	Go V/N	Ho V/N	Ze V/N	Lo V/N	Se V/N
-------------------------------	-----------	-----------	-----------	-----------	-----------	-----------	-----------	-----------

1-Dimethylcarbamoxyloxy-1-phenyl-  
3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harn-  
stoff

3/3 3/3 3/3 3/3 1/1 1/1 3/3 2/3

1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-  
thiadiazol-5-yl)-harnstoff

3/4 3/4 4/4 2/3 0/0 2/1 3/2 2/3

5 BEISPIEL 6

Im Gewächshaus wurden die aufgeführten Pflanzen vor dem  
Auflaufen mit den genannten erfindungsgemäßen Mitteln in  
einer Aufwandmenge von 3kg Wirkstoff/ha behandelt. Die  
10 Mittel wurden zu diesem Zweck mit 500 Liter Wasser/ha  
gleichmäßig auf den Boden ausgebracht, 3 Wochen nach der  
Behandlung wurde bonitiert nach dem Boniturschema

0 - 10, wobei

0 - 3 = starke

15 4 - 7 = mittlere und

8 - 10 = keine Wuchshemmung

bedeuten.

Abhängig von Pflanzenart und Wirkstoff ergaben sich Hemm-  
effekte unterschiedlicher Größenordnung und Verwendbarkeit.

20

25

30

35

Formular-Nr.: 1438-B

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hannse · Karl Otto Mittelstendscheid · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 63 HRE 283 u. AG Kamen HRE 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 55 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 106 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00



5

10

15

20

25

30

35

40

3 kg  
Wirkstoff/ha1-Hydroxy-1-phen-  
yl-3-(1,2,3-thia-  
diazol-5-yl)-harn-  
stoff

-29-

1-Acetoxy-1-phen-  
yl-3-(1,2,3-thia-  
diazol-5-yl)-  
harnstoff1-Äthoxy-1-pheny-  
l-3-(1,2,3-thiadia-  
zol-5-yl)-harn-  
stoff1-Methoxy-1-phen-  
yl-3-(1,2,3-thia-  
diazol-5-yl)-  
harnstoff1-Butyryloxy-1-  
phenyl-3-(1,2,3-  
thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff1-Benzoyloxy-1-  
phenyl-3-(1,2,3-  
thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff

Brassica	1	0	1	1	0	1
Solanum	1	2	2	1	5	4
Allium	3	3	2	3	3	8
Cucumis	1	0	2	0	0	0
Medicago	2	1	0	2	4	2
Phaseolus	5	3	2	2	9	8
Helianthus	2	0	5	2	0	5
Stellaria media	1	0	3	1	1	2
Abutilon theophrastii	0	0	1	0	0	1
Matricaria chamomilla	1	0	0	0	0	0
Viola tricolor	1	0	0	0	0	1
Centaurea cyanus	5	0	0	1	2	3
Amaranthus retroflexus	0	1	2	0	0	1
Galium aparine	2	5	0	0	-	-
Chrysanthemum segetum	1	0	1	1	0	0
Ipomea purpurea	2	10	6	6	7	9
Fagopyrum esculentum	5	10	7	3	-	-
Avena fatua	3	3	4	3	3	5
Alopecurus myosuroides	3	4	6	3	1	5
Echinochloa crus galli	1	3	2	2	0	2
Setaria italica	4	3	4	3	3	6
Digitaria sanguinalis	1	1	3	3	1	1
Cyperus esculentus	6	10	5	4	7	9
Sorghum halepense	1	5	3	6	3	5
Poa annua	3	1	2	2	2	3
Unbehandelt	10	10	10	10	10	10

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
 Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mittelsteinscheid · Dr. Horst Witzel  
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
 Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
 Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241.5008, Bankleitzahl 100 700 00  
 Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
 Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5

3 kg  
Wirkstoff/ha

1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

1-Dimethylcarbamoxyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

1-Isobutyryl-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

10

15

20

25

30

35

Brassica	1	1	1	0	0
Solanum	4	9	5	5	1
Allium	8	6	5	3	3
Cucumis	0	1	0	0	0
Medicago	2	9	5	0	1
Phaseolus	8	10	10	10	4
Helianthus	5	8	2	7	0
Stellaria media	2	0	0	0	0
Abutilon theophrastii	1	6	1	1	0
Matricaria chamomilla	0	0	0	0	0
Viola tricolor	1	1	1	0	0
Centaurea cyanus	3	7	1	1	0
Amaranthus retroflexus	1	0	1	0	0
Galium aparine	-	-	-	-	-
Chrysanthemum segetum	0	0	0	0	0
Ipomea purpurea	9	10	10	10	8
Fagopyrum esculentum	-	-	-	-	-
Avena fatua	5	10	5	8	2
Alopecurus myosuroides	5	8	7	8	3
Echinochloa crus galli	5	5	5	3	0
Setaria italica	6	6	7	5	2
Digitaria sanguinalis	1	1	1	1	1
Cyperus esculentus	9	10	10	10	10
Sorghum halepense	5	10	6	8	2
Poa annua	3	8	5	7	1
Unbehandelt	10	10	10	10	10

-31-

Formular-Nr. 1459-a

Vorstand: Dr. Herbert Asmis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann  
 Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mitteleisen - Dr. Horst Witzel  
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
 Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1000 Berlin 65 - Postfach 65 03 11  
 Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 128 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241 5008, Bankleitzahl 100 700 00  
 Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - , Berlin,  
 Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5

3 kg  
Wirkstoff/ha

1-Phenyl-1-phenylcarbamoyl-oxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff  
1-Chloracetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff  
1-Phenyl-propionyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff  
1-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

10

15

20

25

30

35

Brassica	0	0	1	1
Solanum	1	3	1	2
Allium	1	10	3	3
Cucumis	0	1	0	0
Medicago	3	8	3	3
Phaseolus	3	3	5	5
Helianthus	0	3	0	0
Stellaria media	0	0	1	1
Abutilon theophrastii	0	0	0	0
Matricaria chamomilla	0	0	0	0
Viola tricolor	0	0	0	0
Centaurea cyanus	0	2	0	1
Amaranthus retroflexus	0	0	0	0
Galium aparine	-	-	-	-
Chrysanthemum segetum	0	0	0	0
Ipomea purpurea	8	8	4	5
Fagopyrum esculentum	-	-	4	3
Avena fatua	2	5	3	4
Alopecurus myosuroides	1	3	2	2
Echinochloa crus galli	0	1	1	1
Setaria italica	1	5	1	3
Digitaria sanguinalis	0	2	1	1
Cyperus esculentus	8	10	10	10
Sorghum halepense	3	10	4	3
Poa annua	1	2	1	1
Unbehandelt	10	10	10	10

-32-

Formular-Nr.: 1498a

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mittelestern · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postsparkonto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 105 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-352, Bankleitzahl 100 202 00

5 BEISPIEL 7

Im Gewächshaus wurden die aufgeführten Pflanzen nach dem Auflaufen mit den genannten erfindungsgemäßen Mitteln in einer Aufwandmenge von 1 kg beziehungsweise 3 kg Wirkstoff/ha behandelt.

10

Die Mittel wurden zu diesem Zweck mit 500 Liter Wasser/ha gleichmäßig auf die Testpflanzen ausgebracht. 14 Tage nach der Behandlung wurde bonitiert nach dem Boniturschema 0 bis 10, wobei

15

0 - 3 = starke Wuchshemmung

4 - 7 = mittlere Wuchshemmung

8 - 10 = keine Wuchshemmung

bedeuten. Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäßen Mittel eine große Anzahl von Pflanzen im Wuchs unterschiedlich hemmen.

20



25

30

35

Formular-Nr.: 1439-B

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanneke · Karl Otto Mittelstentscheid · Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 85 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101 · Bankleitzahl: 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG · Berlin · Konto-Nr. 108 7006 00 · Bankleitzahl: 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG · Berlin · Konto-Nr. 241/5008 · Bankleitzahl: 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft · Frankfurter Bank · Berlin,  
Konto-Nr. 14-362 · Bankleitzahl: 100 222 00

	35	30	25	20	15	10	5		
	1	1	3	3	3	3	3	3	3
Kg Wirkstoff/ha	1	1	3	3	3	3	3	3	3
1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	10	9	6	7	8	7	7	8	9
1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	3	5	3	2	4	4	5	7	5
1-Äthoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	5	5	2	4	2	3	4	5	10
1-Phenyl-1-phenylcarbamoyl-oxo-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	10	10	8	7	9	6	10	10	3
1-Phenyl-1-propionyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4	1	2	2	2	1	3	3	5
1-Butyryloxy-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4	3	4	4	6	4	4	5	1
1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	10	10	8	9	8	8	10	10	3
1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4	3	4	4	3	3	3	3	5
1-Dimethylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	10	10	8	9	8	8	10	10	3
1-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	4	3	4	4	3	3	3	3	5
1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	10	10	8	9	8	8	10	10	3

Allium  
Cucumis  
Medicago  
Phaseolus  
Glycine  
Helianthus  
Stellaria media  
Abutilon  
Matricaria chamomilla  
Viola tr.  
Centaurea cyanus  
Amaranthus retroflexus  
Galium aparine

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Brunn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanneß · Karl Otto Mitteisenscheid · Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Edgar v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1000 Berlin 65 - Postfach 65 03 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commercialbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl. 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 220 00

5

10

15

20

25

30

35

40

1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff  
1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

kg Wirkstoff/ha

Allium	8	3	2
Cucumis	1	1	1
Medicago	5	1	1
Phaseolus	3	4	4
Glycine	10	7	7
Helianthus	3	2	2
Stellaria media	4	0	0
Abutilon	0	0	0
Matricaria chamomilla	2	4	4
Viola tr.	0	0	0
Centaurea cyanus	4	0	0
Amaranthus retroflexus	0	0	0
Galium aparine	8	10	10

40

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Jannse · Karl Otto Mitteisenscheid · Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRE 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 81 23 11  
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 12 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 490 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5

10

15

20

25

30

35

1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff  
1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff

kg Wirkstoff/ha

Chrysanthemum segetum

Ipomoea purpurea

Fagopyrum es.

Avena

Alopecurus

Echinochloa crus galli

Setaria italica

Digitaria sanguinalis

Cyperus es.

Sorghum halepense

Poa annua

Unbehandelt

1	0	0	9	9	7	4	5	10	8	8	10
4	5	4	7	7	5	0	7	8	9	6	10

Formular-Nr. 1492-B

Vorstand: Dr. Herbert Asmis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanneke - Karl Otto Mittelstentscheid - Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 63 HRB 263 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1000 Berlin 65 - Postfach 65 03 11  
Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - , Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 222 00



5 BEISPIEL 8

Baumwollpflanzen im Stadium von 5 bis 7 entwickelten Laubblättern wurden mit nachstehend angegebenen erfindungsgemäßen Verbindungen dispergiert in 500 Liter Wasser/ha behandelt (Wiederholung 4-fach). Drei Wochen später wurde der Prozentsatz abgeworfener Blätter festgestellt. Die Ergebnisse sind der folgenden Tabelle zu entnehmen.

15	Erfindungsgemäße Verbindungen	Dosis in g Wirkstoff/ha	Entblätterung in %
	1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	81
20	1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	91
25	<u>VERGLEICHSMITTEL</u>		
	S,S,S-Tri-n-butyl-trithiophosphorsäureester	500	50

30

35

5 BEISPIEL 9

Baumwollpflanzen im Stadium von 5 entwickelten Laubblättern wurden mit nachstehend angegebenen erfindungsgemäßen Verbindungen dispergiert in 500 Liter Wasser/ha behandelt (Wiederholung 4-fach). Zwei Wochen später wurde der Prozentsatz abgeworfener Blätter festgestellt. Die Ergebnisse sind der folgenden Tabelle zu entnehmen.

15	Erfindungsgemäße Verbindung	Dosis in g Wirkstoff/ha	Entblätterung in %
20	1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	40	50

VERGLEICHSMITTEL

25	1-Phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	40	40
30	S,S,S-Tri-n-butyl-trithiophosphorsäureester	40	9

35

5 BEISPIEL 10

Baumwollpflanzen im Stadium von 4 bis 6 entwickelten Laubblättern wurden mit nachstehend angegebenen erfindungsgemäßen Verbindungen dispergiert in 500 Liter Wasser/ha (Wiederholung 4-fach). Einige Tage später wurde der Prozentsatz abgeworfener Blätter festgestellt. Die Ergebnisse sind der folgenden Tabelle zu entnehmen.

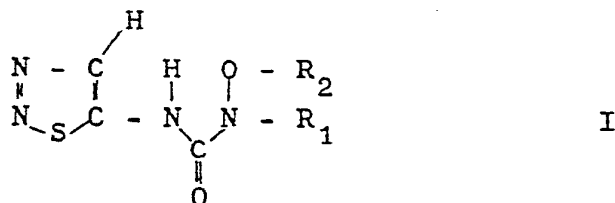
	Erfindungsgemäße Verbindungen	Dosis in g Wirkstoff/ha	Entblätterung in %
15	1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	90
	1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	85
	1-Methoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	70
20	1-Äthoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	75
	1-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	85
	1-Phenyl-phenylcarbamoyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	80
25	1-Chloracetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	90
	1-Phenyl-1-propionyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	90
	1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	71,4
30	1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	81,0
	1-Butyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	75
	1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	90
35	1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	90
	1-Dimethylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	70
	1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff	500	70
40	<u>VERGLEICHSMITTEL</u>		
	2,3-Dihydro-5,6-dimethyl-1,4-dithiin-1,1,4,4-tetroxide	500	10,5

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hannse · Karl Otto Mitteleisen · Dr. Horst Witzel  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduardo v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRE 283 u. AG Kamen HRE 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 100 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5006, Bankleitzahl 100 100 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin, Konto-Nr. 14-562, Bankleitzahl 100 232 00

Z U S A M M E N F A S S U N G

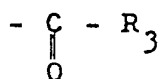
Die Erfindung betrifft neue  
1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate der allgemeinen  
Formel



in der

$\text{R}_1$  einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest und

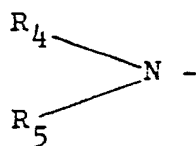
$\text{R}_2$  Wasserstoff, ein einwertiges Metalläquivalent, einen gegebenenfalls substituierten  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_3$ - $\text{C}_6$ -Alkenyl- oder Alkynylrest, einen gegebenenfalls substituierten Aryl- $\text{C}_1$ - $\text{C}_2$ -alkylrest oder den Rest



bedeuten, worin

$\text{R}_3$  Wasserstoff, einen gegebenenfalls substituierten  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_2$ - $\text{C}_6$ -Alkenylrest, einen Aryl- $\text{C}_1$ - $\text{C}_2$ -alkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkyl substituierten  $\text{C}_3$ - $\text{C}_8$ -cycloaliphatischer Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls substituierten heterocyclischen Kohlenwasserstoffrest, eine  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkoxygruppe, eine  $\text{C}_3$ - $\text{C}_6$ -Alkenyl- oder Alkynyl-oxygruppe, eine gegebenenfalls substituierte Aryloxygruppe, eine  $\text{C}_1$ - $\text{C}_4$ -Alkylthiogruppe, eine Arylthiogruppe oder eine

5 Aminogruppe



10 darstellt, in der

$R_4$  und  $R_5$  gleich oder verschieden sind und jeweils Wasserstoff  $C_1-C_6$ -Alkyl, Aryl oder ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch  $C_1-C_6$ -Alkyl, Halogen,  $C_1-C_6$ -Alkoxy, die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituiertes Aryl darstellen,

Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit wuchsregulatorischer und entblättern-der Wirkung.

20



25

30

35

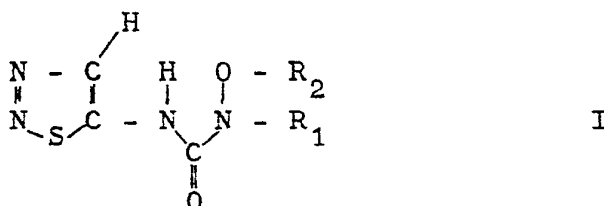
Formular-Nr.: 1430-8

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mitteleisen · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Borkum  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRE 0051

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl: 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7005 00, Bankleitzahl 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

P A T E N T A N S P R Ü C H E

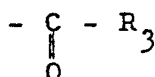
1. 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate der allgemeinen Formel



10 in der

$\text{R}_1$  einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest und

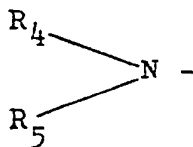
15  $\text{R}_2$  Wasserstoff, ein einwertiges Metalläquivalent, einen gegebenenfalls substituierten  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_3\text{-C}_6$ -Alkenyl- oder Alkynylrest, einen gegebenenfalls substituierten Aryl- $\text{C}_1\text{-C}_2$ -alkylrest oder den Rest



bedeuten, worin

25  $\text{R}_3$  Wasserstoff, einen gegebenenfalls substituierten  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ -Alkylrest, einen  $\text{C}_2\text{-C}_6$ -Alkenylrest, einen Aryl- $\text{C}_1\text{-C}_2$ -alkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl substituierten  $\text{C}_3\text{-C}_8$ -cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkyl und/oder Halogen und/oder  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest, einen gegebenenfalls substituierten heterocyclischen Kohlenwasserstoffrest, eine  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -Alkoxygruppe, eine  $\text{C}_3\text{-C}_6$ -Alkenyl- oder Alkynyl-oxygruppe, eine gegebenenfalls substituierte Aryloxygruppe, eine  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkylthiogruppe, eine Arylthiogruppe oder eine

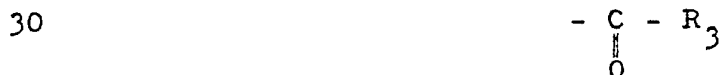
5 Aminogruppe



10 darstellt, in der  
 $R_4$  und  $R_5$  gleich oder verschieden sind und jeweils Wasserstoff  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl, Aryl oder ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl, Halogen,  $C_1$ - $C_6$ -Alkoxy, die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituiertes Aryl bedeuten.

2. 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivate gemäß Anspruch 1, worin

20  $R_1$  Phenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Chlorphenyl, 4-Chlorphenyl, 2-Methylphenyl, 3-Methylphenyl, 4-Methylphenyl, 2-Fluorphenyl, 2-Nitrophenyl oder 2-Methoxyphenyl und  
 $R_2$  Wasserstoff, ein Alkalimetallatom, ein Äquivalent eines Calcium- oder Magnesiumatoms, Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, tert.-Butyl, 2,2-Dimethyl-1-propyl, n-Pentyl, n-Hexyl, 2-Chloräthyl, 3-Chlorpropyl, 2-Brompropyl, 3-Brompropyl, 2-Phenoxyäthyl, 2-Propenyl, 2-Methyl-2-propenyl, 2-Propinyl, Benzyl, 2-Chlorbenzyl, 3-Chlorbenzyl, 4-Chlorbenzyl, 3,4-Dichlorbenzyl oder den Rest



bedeuten, worin

35  $R_3$  Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, tert.-Butyl, n-Heptyl, n-Nonyl, n-Decyl, Chlormethyl, Fluormethyl, 2-Chloräthyl, 1-Chloräthyl, Dichlormethyl, Phenoxyäthyl, 2-Phenoxyäthyl, (2,4-Dichlorphenoxy)-methyl, 2-Butenyl, Vinyl, 2-Methyl-2-propenyl, Propen-1-yl, Äthinyl, Benzyl, 4-Chlorbenzyl, Cyclopropyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Methylcyclohexyl, Phenyl, 3-Chlorphenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Methylphenyl, 4-Methylphenyl, 3-Nitrophenyl, 4-Nitrophenyl, -3-

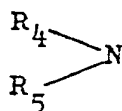
Formular-Nr. 1430

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann  
 Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mittelsternscheid · Dr. Horst Witze  
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen  
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
 Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
 Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101 · Bankleitzahl 100 100 10  
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7005 00 · Bankleitzahl 100 400 00  
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 24 15202 · Bankleitzahl 100 700 00  
 Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
 Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

5 2-Methoxyphenyl, 4-Methoxyphenyl, 1-Naphthyl, 2-Furyl,  
Methoxy, Äthoxy, Propoxy, Isopropoxy, n-Butoxy, 2-Propenyl-  
oxy, 2-Butenyloxy, 2-Propinyloxy, Phenoxy, 4-Chlorphenoxy,  
Methylthio, Äthylthio, Propylthio, Phenylthio, 4-Chlorphen-  
ylthio oder eine Aminogruppe

10



15

darstellt, in der  $R_4$  und  $R_5$  gleich oder verschieden sind  
und jeweils Wasserstoff, Methyl, Phenyl oder 4-Chlorphenyl  
bedeuten.

20

3. 1-Hydroxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
4. 1-Phenyl-1-propionyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
5. 1-Methylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.

25

6. 1-Methoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
7. 1-Acetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
8. 1-Äthoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
9. 1-Phenyl-1-phenylcarbamoyloxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.
10. 1-Chloracetoxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
11. 1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
12. 1-Isobutyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.

30

13. 1-Butyryloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
14. 1-Benzoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
15. 1-(2-Chlorbenzoyloxy)-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.

35

16. 1-Dimethylcarbamoyloxy-1-phenyl-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.
17. 1-Phenyl-1-propoxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.
18. 1-Cyclopropylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-  
harnstoff.

40

19. 1-(2,2-Dimethylpropionyl)-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-  
yl)-harnstoff.

-4-

Formular-Nr.: 1489

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Brunn · Hans-Jürgen Hamann  
Dr. Heinz Hannse · Karl Otto Mittelstenscheld · Dr. Horst Witze  
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Edoard v. Schwartzkoppen  
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen  
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1000 Berlin 65 · Postfach 65 03 11  
Postscheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl: 100 100 10  
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl: 100 400 00  
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl: 100 700 00  
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,  
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl: 100 202 00



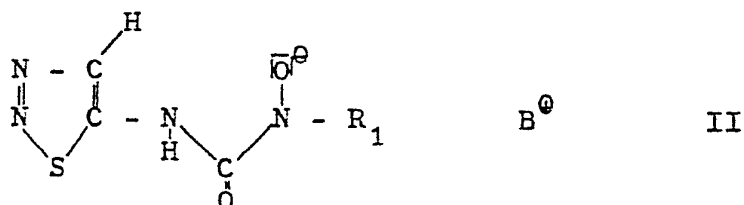
- 5 20. 1-Decylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.  
21. 1-Cyclohexylcarbonyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.  
22. 1-Formyl-3-phenyl-1-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoff.

10

23. Verfahren zur Herstellung von 1,2,3-Thiadiazol-5-yl-harnstoff-derivaten gemäß Ansprüchen 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß man

A) Metallverbindungen der allgemeinen Formel

15



20

mit Acylhalogeniden der allgemeinen Formel



oder

mit Isocyanaten der allgemeinen Formel



25

oder

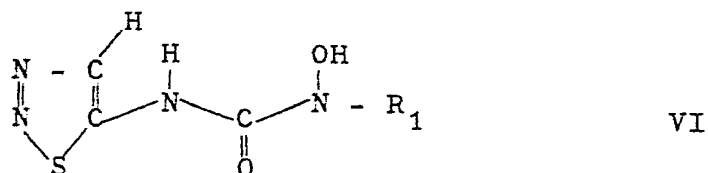
mit Alkylhalogeniden der allgemeinen Formel



umsetzt oder

30

- B) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der allgemeinen Formel



35

in Gegenwart von säurebildenden Mitteln mit Acylhalogeniden der allgemeinen Formel



oder

5 mit Isocyanaten der allgemeinen Formel



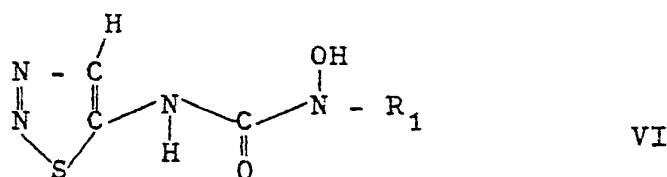
gegebenenfalls in Gegenwart eines Katalysators oder mit Alkylhalogeniden der allgemeinen Formel



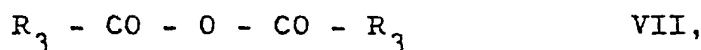
10 reagieren läßt  
oder

C) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der allgemeinen Formel

15



mit Säureanhydriden der allgemeinen Formel



20

gegebenenfalls in Gegenwart eines Katalysators, umsetzt, worin  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  die oben angeführte Bedeutung haben, X ein Halogenatom, vorzugsweise ein Chloratom und B ein einwertiges Metalläquivalent, vorzugsweise ein Natrium-, Kalium- oder Lithiumatom, bedeuten,

25

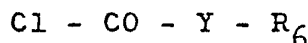
oder indem man - sofern  $R_2$  Wasserstoff bedeutet -

D) 5-Amino-1,2,3-thiadiazol der Formel

30



a) mit Chlorameisensäureestern der allgemeinen Formel



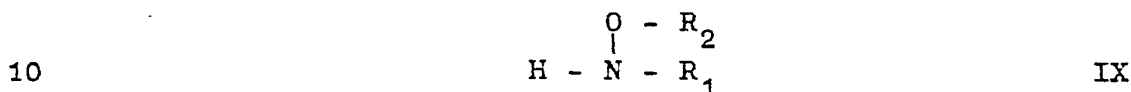
in Gegenwart eines säurebindenden Mittels, in organischen Lösungsmitteln reagieren läßt und darauf mit Hydroxylamin-derivaten der allgemeinen Formel

35



gelöst in einem organischen Lösungsmittel zur Reaktion bringt oder

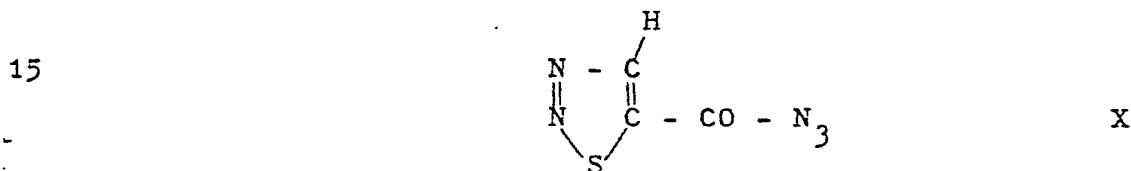
- 5 b) zunächst mit Phosgen in Gegenwart eines säurebindenden Mittels unter Bildung des entsprechenden Isocyanats oder Carbamoylchlorids umgesetzt und anschließend mit einem Hydroxyamin-derivat der allgemeinen Formel



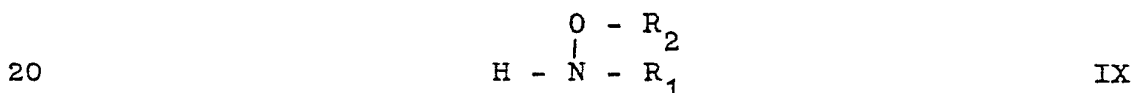
zur Reaktion bringt

oder

- E) indem man 1,2,3-Thiadiazol-5-carbonsäureazid der Formel



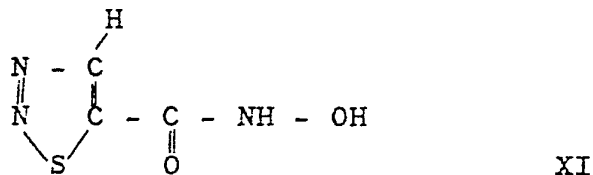
mit einem Hydroxylamin-derivat der allgemeinen Formel



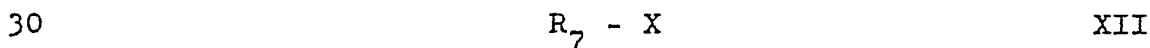
in einem inerten organischen Lösungsmittel reagieren läßt

oder

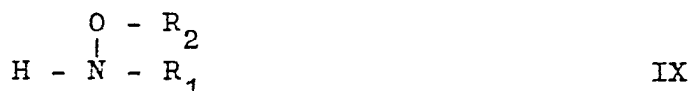
- 25 F) indem man 1,2,3-Thiadiazol-5-carbohydroxamsäure der Formel



mit einem Säurehalogenid der allgemeinen Formel



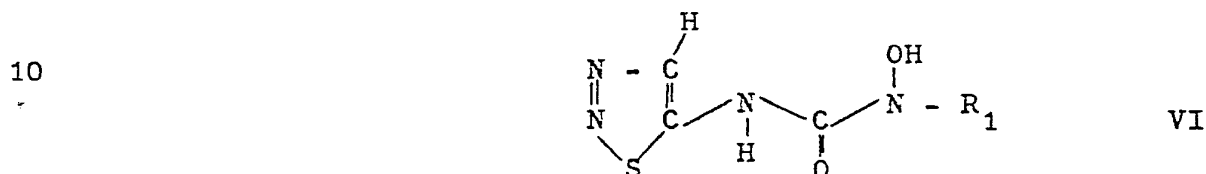
und einem Hydroxylamin-derivat der allgemeinen Formel



- 35 in einem inerten organischen Lösungsmittel in Gegenwart von säurebindenden Mitteln umgesetzt, wobei  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$  die obige Bedeutung haben, X ein Halogenatom, Y ein Sauerstoff- oder Schwefelatom,  $\text{R}_6$  einen  $\text{C}_1$ - $\text{C}_5$ -Alkylrest oder einen Arylrest und  $\text{R}_7$  einen gegebenenfalls substituierten Aryl- oder Alkylsulfonylrest darstellen,

5 oder daß man - im Falle daß  $R_2$  ein einwertiges Metall-  
äquivalent bedeutet -

G) 1-Hydroxy-3-(1,2,3-thiadiazol-5-yl)-harnstoffe der all-  
gemeinen Formel



mit Metallverbindungen der allgemeinen Formel



15 gegebenenfalls unter Verwendung eines Lösungsmittels um-  
setzt, wobei  $R_1$  und B die oben angeführte Bedeutung ha-  
ben und Z Wasserstoff, Hydroxyl, niederes Alkoxy oder  
die Aminogruppe darstellt.

20 24. Wuchsregulatorische und entblätternde Mittel, gekennzeich-  
net durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung gemäß  
den Ansprüchen 1 bis 22.

25 25. Mittel gemäß Anspruch 24 in Mischung mit Träger und/oder  
Hilfsstoffen.