

〔19〕中华人民共和国专利局



〔12〕 发明专利申请公开说明书

〔11〕 CN 87 1 03510 A

〔51〕 Int.Cl.⁴

C07D 213/80
C07D 213/83
C07D 257/04
A01N 43/40
// (C07D 257/
04, 213 : 80)
(C07D 213/80,
213 : 72)

〔43〕公开日 1988年1月20日

〔21〕申请号 87 1 03510

〔22〕申请日 87.5.11

〔30〕优先权

〔32〕86.5.11 〔33〕US 〔31〕861,954

〔71〕申请人 孟山都公司

地址 美国密苏里州

〔72〕发明人 马克·格伦·多尔森 李能方

〔74〕专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 杨松坚

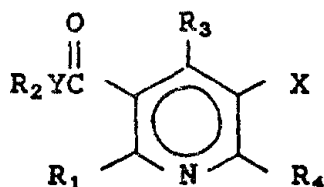
〔54〕发明名称 取代的吡啶除莠剂

〔57〕摘要

这里公开的是吡啶 3- 单羧酸酯,其 5- 位上被
卤素或以氮原子开头的基团所取代。

1. 具有结构式为

的化合物



其中:

Y选自 O 及 S;

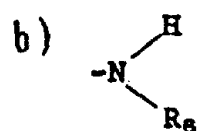
R_1 及 R_4 分别选自氟化甲基, 氯氟化甲基及 C_1-C_4 烷基, 条件是 R_1 和 R_4 两者不能都是 C_1-C_4 烷基;

R_2 选自氢, 低级烷基, 卤烷基, 烷烯基, 烷炔基, 卤烷烯基及一个阳离子;

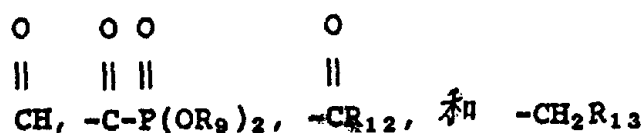
R_3 选自 C_1-C_5 烷基, 环烷基, 环烷基烷基, 羟基及烷氧基; 及

X 选自

a) 卤素 ;



其中 R_6 选自 H, $-\text{COR}_9$, $-\text{CSR}_9$, $-\text{CN}$

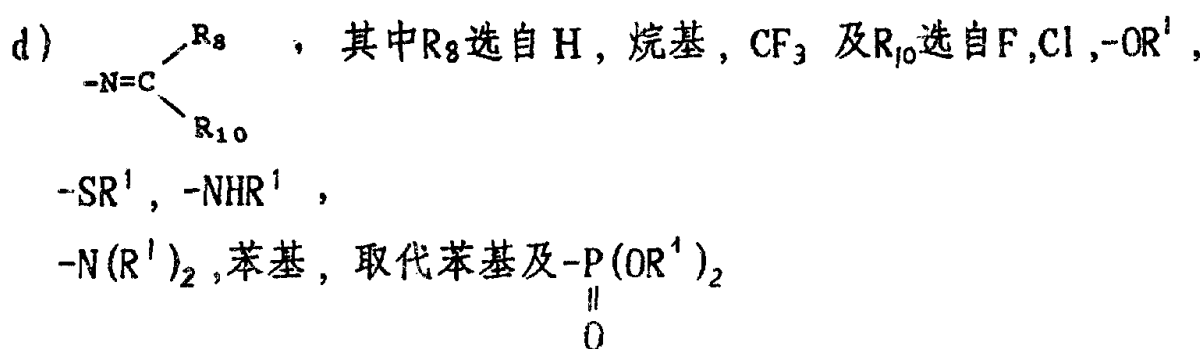


其中 R_9 是 C_1-C_4 烷基, R_{11} 选自 H 及 C_1-C_4 烷基, R_{12} 选自 R^1 及低级卤烷基,

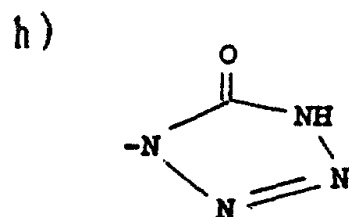
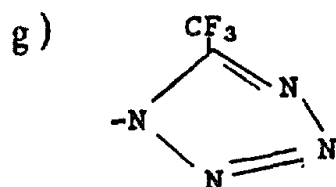
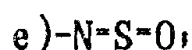
其中

R^1 是 C_1-C_4 烷基, R_{13} 是氢, 烷基或卤烷基;

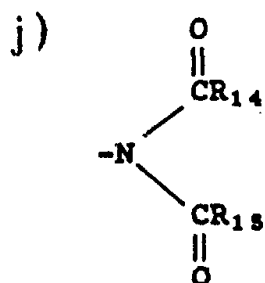
c) $-\text{N}_3$;



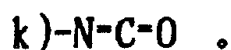
其中 R^1 规定如上;



i)



其中 R_{14} 及 R_{15} 分别选自氢及烷基; 及

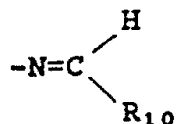


2. 根据权利要求1 的化合物其中 R_1 是 CF_3 及 R_4 是 CF_2H .

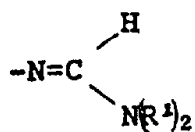
3. 根据权利要求2 的化合物其中X选自Cl, Br及 I.

4 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是-NH₂。

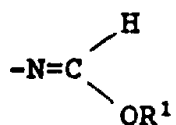
5 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是



6 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是

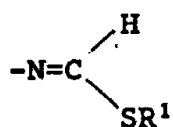


7 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是



8 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是-N₃ 。

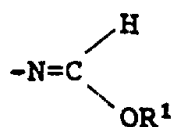
9 . 根据权利要求2 的化合物其中 X是



1 0 . 根据权利要求1 的化合物其中R₁是CF₂H及R₄是CF₃ 。

1 1 . 根据权利要求1 0 的化合物其中 X是-NH₂。

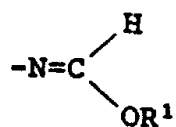
1 2 . 根据权利要求1 0 的化合物其中 X是



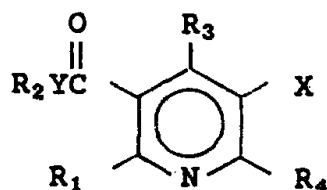
1 3 . 根据权利要求1 0 的化合物其中 X选自Cl ,Br 及 I。

1 4 . 根据权利要求1 的化合物其中R₁是CF₃ 及R₄是CH₃ 。

1 5 . 根据权利要求1 3 的化合物其中 X是



16. 除莠剂的组合物含有的化合物结构式为



其中:

Y选自O及S;

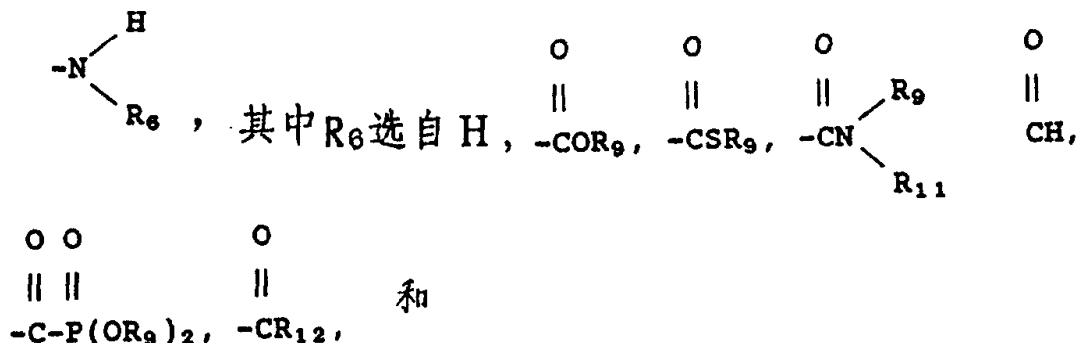
R₁及R₄分别选自氟化甲基, 氯氟化甲基及C₁-C₄ 烷基, 条件是R₁及R₄两者不能都是C₁-C₄ 烷基;

R₂选自氢, 低级烷基及一个阳离子;

R₃选自C₁-C₅ 烷基, 环烷基, 环烷基烷基, 羟基及烷氧基; 及
X选自

a) 卤素;

b)



$\text{-CH}_2\text{R}_{13}$, 其中R₉是C₁-C₄ 烷基, R₁₁选自H及C₁-C₄ 烷基, R₁₂选自R'¹及低级卤烷基, 其R'¹是C₁-C₄ 烷基, R₁₃是氢, 烷基或卤烷基;

c) -N₃;

d) $\begin{matrix} \text{R}_8 \\ \diagup \\ \text{-N=C} \\ \diagdown \\ \text{R}_{10} \end{matrix}$, 其中R₈选自H, 烷基及CF₃, R₁₀选自F,

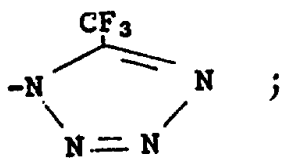
Cl, -OR¹, -SR¹, -SR, -NHR¹, -N(R¹)₂, 苯基, 取代苯基及-P(OR¹)₂

其中R¹规定如上，

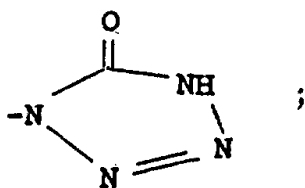
e) -N-S-O,

f) -NO₂,

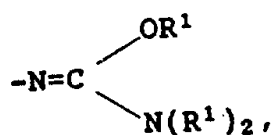
g)



h)

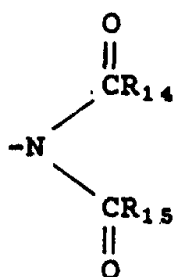


i)



其中R¹规定如上

j)



其中R₁₄ 及R₁₅ 分别选自氢及烷基；及

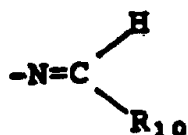
k) -N-C-O

1 7 . 根据权利要求1 6 的组合物其中R₁ 是CF₃ 及R₄是CF₂H

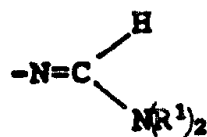
1 8 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X选自Cl ,Br ,I 。

1 9 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是-NH₂。

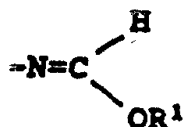
2 0 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是



2 1 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是

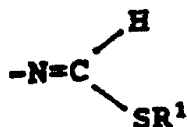


2 2 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是



2 3 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是 $-\text{N}_3$

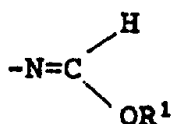
2 4 . 根据权利要求1 7 的组合物其中 X是



2 5 . 根据权利要求1 6 的组合物其中 R_1 是 CF_2H 及 R_4 是 CF_3 。

2 6 . 根据权利要求2 5 的组合物其中 X是 $-\text{NH}_2$ 。

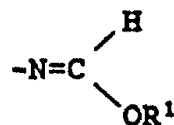
2 7 . 根据权利要求2 5 的组合物其中 X是



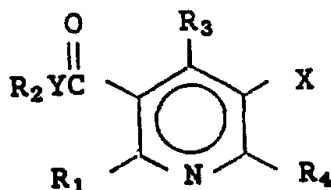
2 8 . 根据权利要求2 5 的组合物其中 X选自 Cl , Br , 及 I 。

2 9 . 根据权利要求1 6 的组合物其中 R_1 是 CF_3 及 R_4 是 CH_3 。

3 0 . 根据权利要求2 9 的组合物其中 X是



3 1 . 除莠的方法包括在种植场所施用下述结构式的化合物



其中：

Y选自 O 及 S，

R_1 及 R_4 分别选自氟化甲基，氯氟化甲基及 C_1 - C_4 烷基，条件是 R_1 及

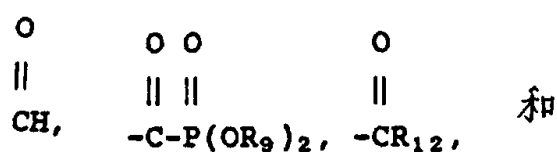
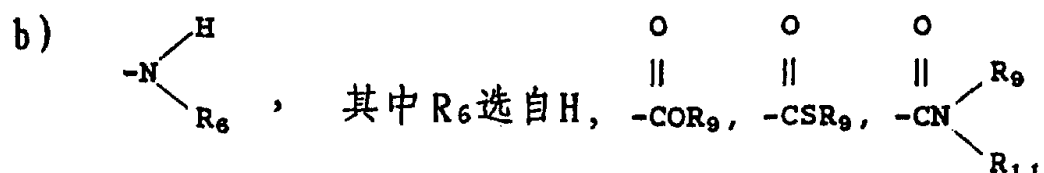
R_4 两者不能都是 C_1-C_4 烷基；

R_2 选自氢，低级烷基及一个阳离子；

R_3 选自 C_1-C_5 烷基，环烷基，环烷基烷基，羟基及烷氧基；及

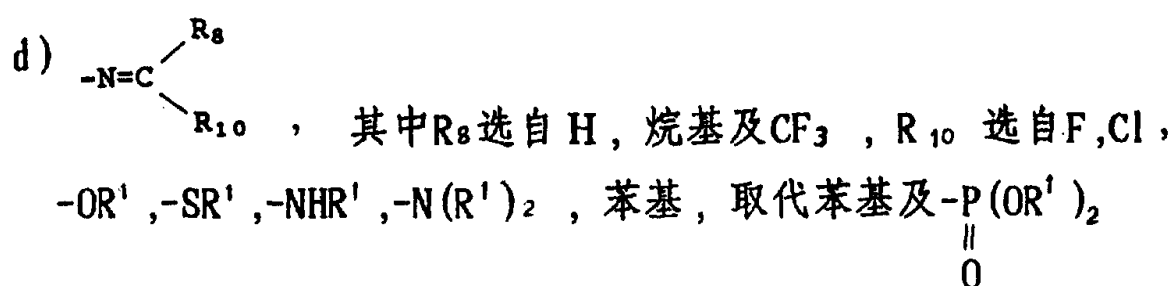
X 选自

a) 卤素；



$-\text{CH}_2\text{R}_{13}$, 其中 R_9 是 C_1-C_4 烷基, R_{11} 选自 H 及 C_1-C_4 烷基, R_{12} 选自 R' 及低级卤烷基, 其中 R' 是 C_1-C_4 烷基, R_{13} 是氢, 烷基或卤烷基；

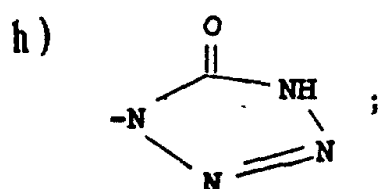
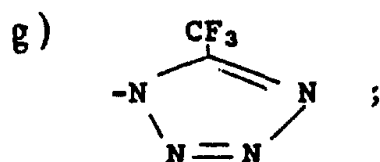
c) $-\text{N}_3$;



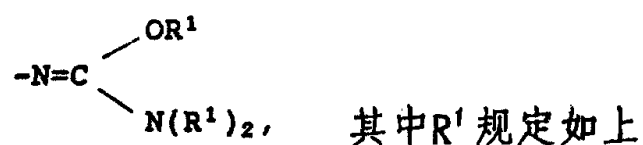
其 R' 规定如上；

e) $-\text{N}-\text{S}-\text{O}$;

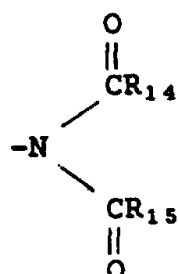
f) $-\text{NO}_2$;



i)



j)



其中R₁₄ 及R₁₅ 分别选自氢及烷基, 及

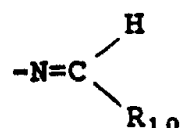
k) $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$

3 2 . 根据权利要求3 1 的方法其中R₁是CF₃ 及R₄是CF₂H。

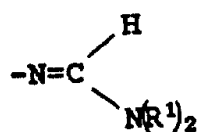
3 3 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X选自Cl, Br, 及I 。

3 4 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是-NH₂。

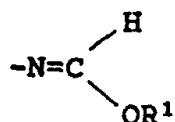
3 5 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是



3 6 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是

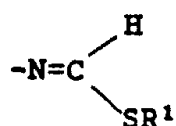


3 7 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是



3 8 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是-N₃ 。

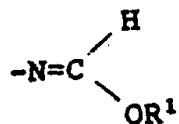
3 9 . 根据权利要求3 2 的方法其中 X是



4 0 . 根据权利要求3 1 的方法其中R₁ 是CF₂ H及R₄是CF₃

4 1 . 根据权利要求4 0 的方法其中 X是-NH₂。

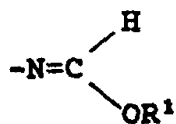
4 2 . 根据权利要求4 0 的方法其中 X是



4 3 . 根据权利要求4 0 的方法其中 X选自Cl ,Br ,及I 。

4 4 . 根据权利要求3 1 的方法其中R₁是CF₃ 及R₄是CH₃ 。

4 5 . 根据权利要求4 4 的方法其中 X是



取代的吡啶除莠剂

本发明叙述具有广泛活性的除莠剂，2,6-取代吡啶羧酸衍生物一类新的化合物。

吡啶衍生物在生物学中的应用已被研究了许多年，例如，如在美国专利3,748,334 所公布的2,6-双-(三氟甲基)-4-吡啶醇可用作除莠剂及杀真菌剂。这些化合物的特征是在4-位被一羟基取代。除了羟基外，吡啶核上也可被溴，氯或碘基取代。三氟甲基吡啶衍生物也曾公布在美国专利号2,516,402 及3,705,170 中，其中吡啶核进一步被卤素以及许多其他取代基取代，这些化合物中有一些也认为可用作除莠剂。

4-取代物2,6-二氯-3,5-二氟基-吡啶，其中4 位由烷基，苯基，萘基或吡啶基所取代，由于他们的杀真菌作用也为人所共知。这些化合物公布表在美国专利号3,284,293 ，同时4 位被具有氧或硫等杂原子的杂环所取代的类似化合物公布在美国专利号3,629,270 中。

在EPO 专利44,262中公布了2,6-二烷基-3- 苯基氨基甲酰-5- 吡啶羧酸酯类化合物及-5- 氟基化合物用作除莠剂，2-卤代烷基及吡啶环4 位有任何取代的均未公布。

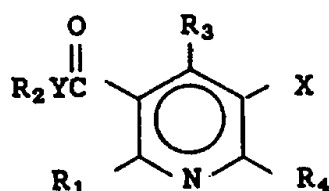
吡啶衍生物在搜寻新的除莠剂中也受到注意，曾在美国专利1,944,412,3,637,216 及3,651,070 中报导过。所有这些专利公布了二羧基吡啶的多卤代衍生物。所有化合物都共同点，即是在环碳原子的3-和5-位被一个卤素取代而2-和6-位为羧基所占据。4-位是容易被广范围的物质取代的，包括卤素，羟基，烷氧基及羧基等基团。这些化合物被用作除莠剂，杀菌剂，及杀真菌剂。当4 位被银盐占据时，美国专利号1,944,

412 公布这种化合物曾用来作静脉注射以拍摄X-光片子。

吡啶二羧酸酯类化合物用作除莠剂在欧洲专利申请133,612 中已有描述。这些化合物的2-,6- 位有氟化的甲基, 及3-, 5-位是羧酸的衍生物。

本发明的目的是利用本发明的新吡啶化合物提供除莠剂的方法及组合物。

本发明的新化合物可用作除莠剂, 或是能转变成除莠剂的中间体并由下列通式表示



其中:

Y选自 O及 S,

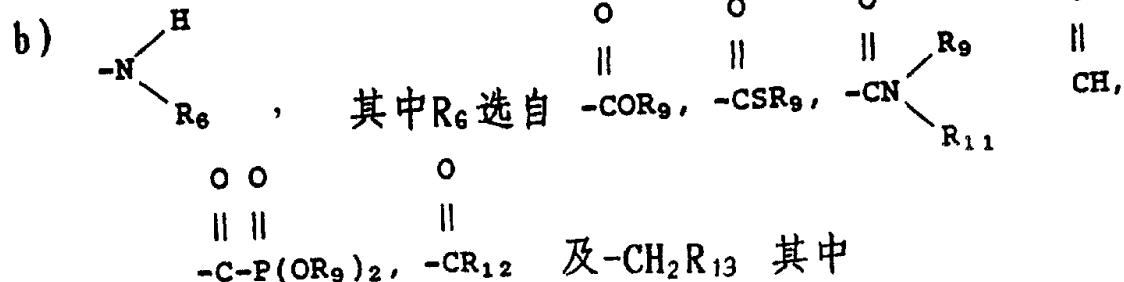
R₁及R₄分别选自氟化甲基, 氯氟化甲基, 及C₁-C₄ 烷基, 条件是R₁及R₄两者不均是C₁-C₄ 烷基;

R₂选自氢, 低级烷基, 卤烷基, 烷烯基, 烷炔基, 卤烷烯基, 芳香基, 苄基, 及一个阳离子;

R₃选自C₁-C₅ 烷基, 环烷基, 环烷基烷基, 羟基, 烷氧基, 烷硫基, 二烷氨基, 烷氨基, 环烷氨基, 环烷氧基, 及环烷硫基; 及

X选自

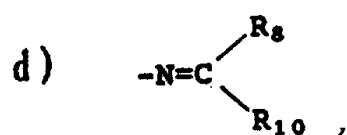
a) 卤素



R_9 是 C_1-C_4 烷基, R_{11} 选自 H 及 C_1-C_4 烷基, R_{12} 选自 R^1 及低级卤烷基其中

R^1 是 C_1-C_4 烷基, R_{13} 是氢, 烷基, 或卤烷基;

c) $-N_3$;



其中 R_9 选自氢, 烷基, CF_3 及 R_{10} 选自 F,

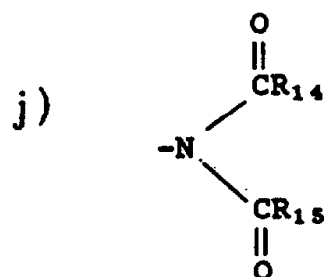
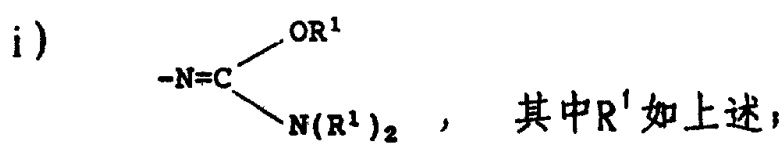
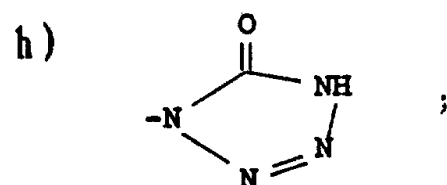
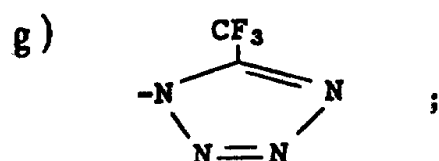
Cl, $-OR^1$, $-SR^1$, $-NHR^1$,

$-N(R^1)_2$, 苯基, 取代苯基及 $-P(OR^1)_2$,

R^1 如上述;

e) $-N-S-O$;

f) $-NO_2$;



其中 R_{14} 及 R_{15} 分别选自氢及烷基, 和

k) $-N-C-O$

术语“烷基”在此意为直链或支链基团包括乙基，甲基，正-丙基，1-乙丙基，1-甲丙基，正丁基，2,2-二甲基丙基，戊基，异丁基，异丙基，但不局限于这些基团。术语“环烷基”意为饱和的环基如环丙基，环丁基，环戊基，环己基，及环庚基，以及取代的环烷基

术语“低级烷基”在此意为具有1至7个碳原子的烷基。

术语“环烷基烷基”意指被 C_3-6 环烷基所取代的烷基。术语“卤烷基”意指被一个或多个卤原子所取代的烷基。术语“低级烷烯基”及“低级烷炔基”意指具有3至7个碳原子的烷烯基及烷炔基。这些烷烯基的例子包括2-丙烯基，2-丁烯基，3-丁烯基，2-甲基-2-丙烯基，等等。这些低级烷炔基的例子包括2-丙炔基等等。

术语“阳离子”意指由碱基衍生出来能成盐的阳离子，典型的阳离子包括，碱金属如钠，钾，锂，碱土金属如钙，有机胺及铵盐，铊盐，镉盐，及其他盐复合物，但不局限于这些。

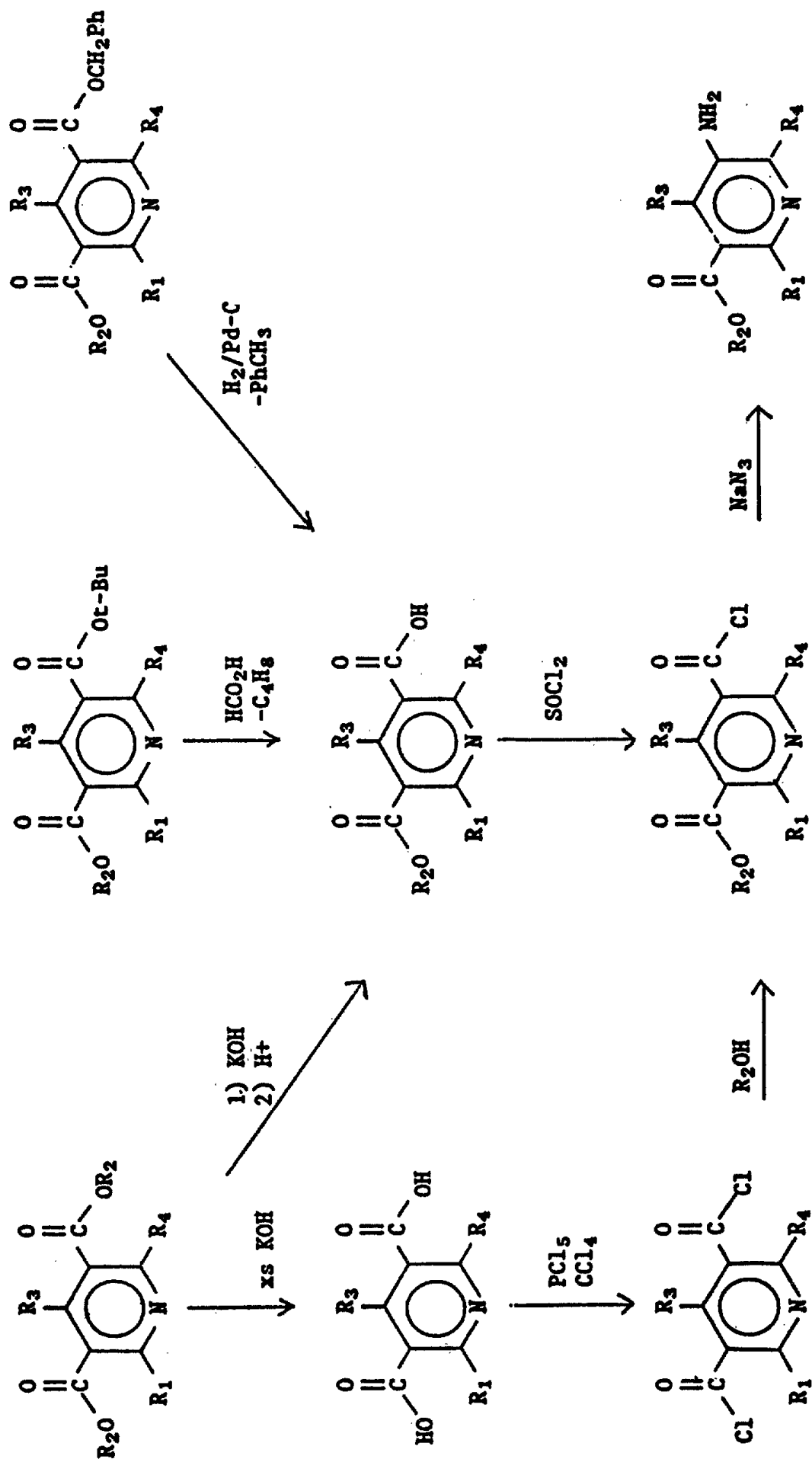
术语“氟化甲基”在此意指具有一个或多个氟原子的甲基基团，包括所有氢原子都被氟原子取代的基团。

术语“氯氟甲基”意指一个甲基基团中至少一个氢被氟取代以及至少其他一个氢被氯取代。

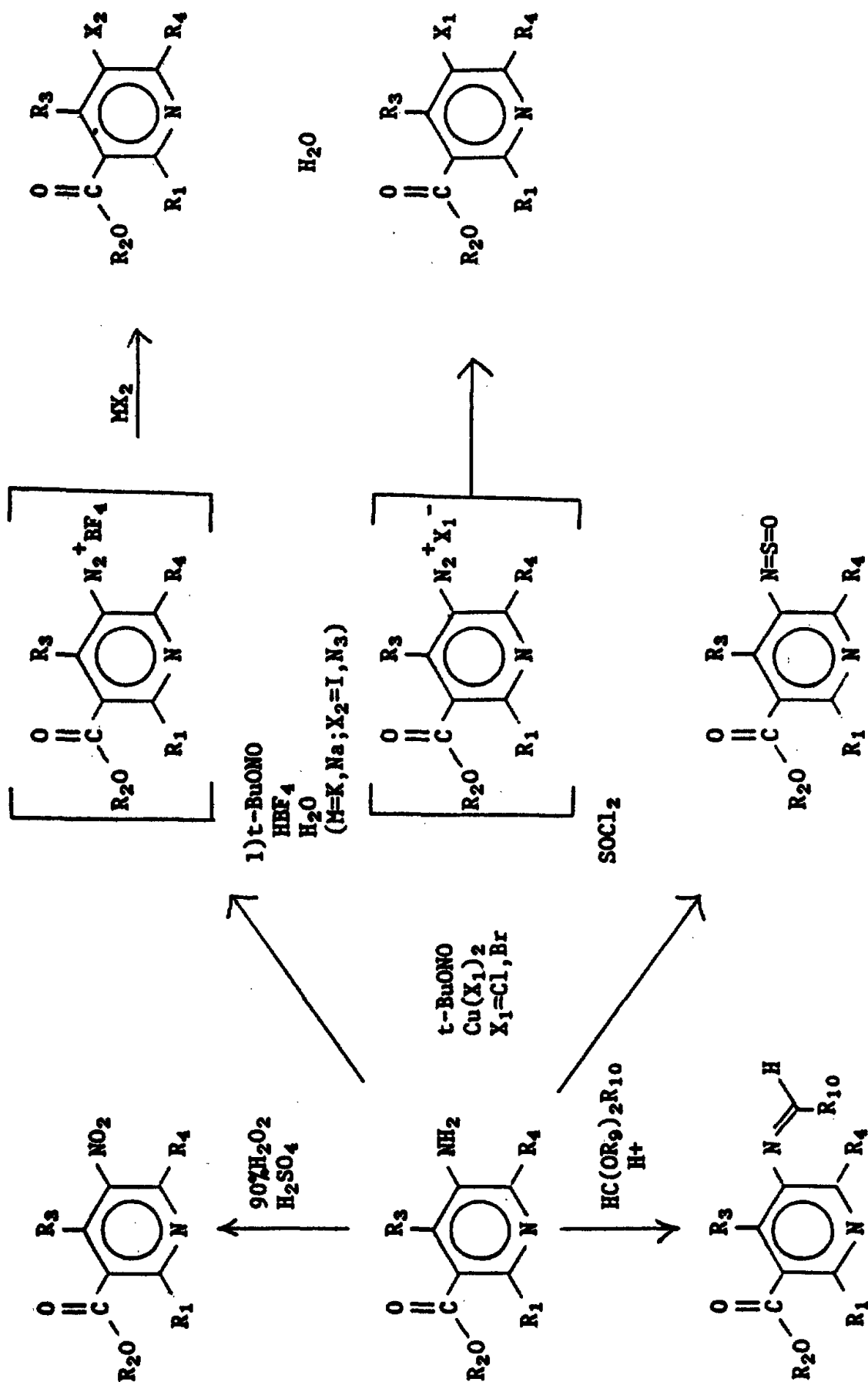
下列方案图表系统表描述了一种方法藉此本发明的吡啶单羧酸酯化合物可从那些已知的化合物来制备。

如从那些在欧洲专利申请号133,612中描述的吡啶二羧酸酯化合物开始，双酰氯是用氯化试剂如 PCl_5 或 $SOCl_2$ 处理制备的。3-或5-氨基单羧酸酯是将3-或5-氯羰基化合物用 NaN_3 处理接着经Curtis重排制备的。这样制备的3-或5-氨基化合物然后转变成3-或5-卤素取代的吡啶单羧酸酯化合物或者成一个化合物其中连接到吡啶环的3-或5-位上是一个氮原子，如在2，3及4方案图表中所示，介绍的实例对方案图表1-4中所示各步将提供详细的说明。

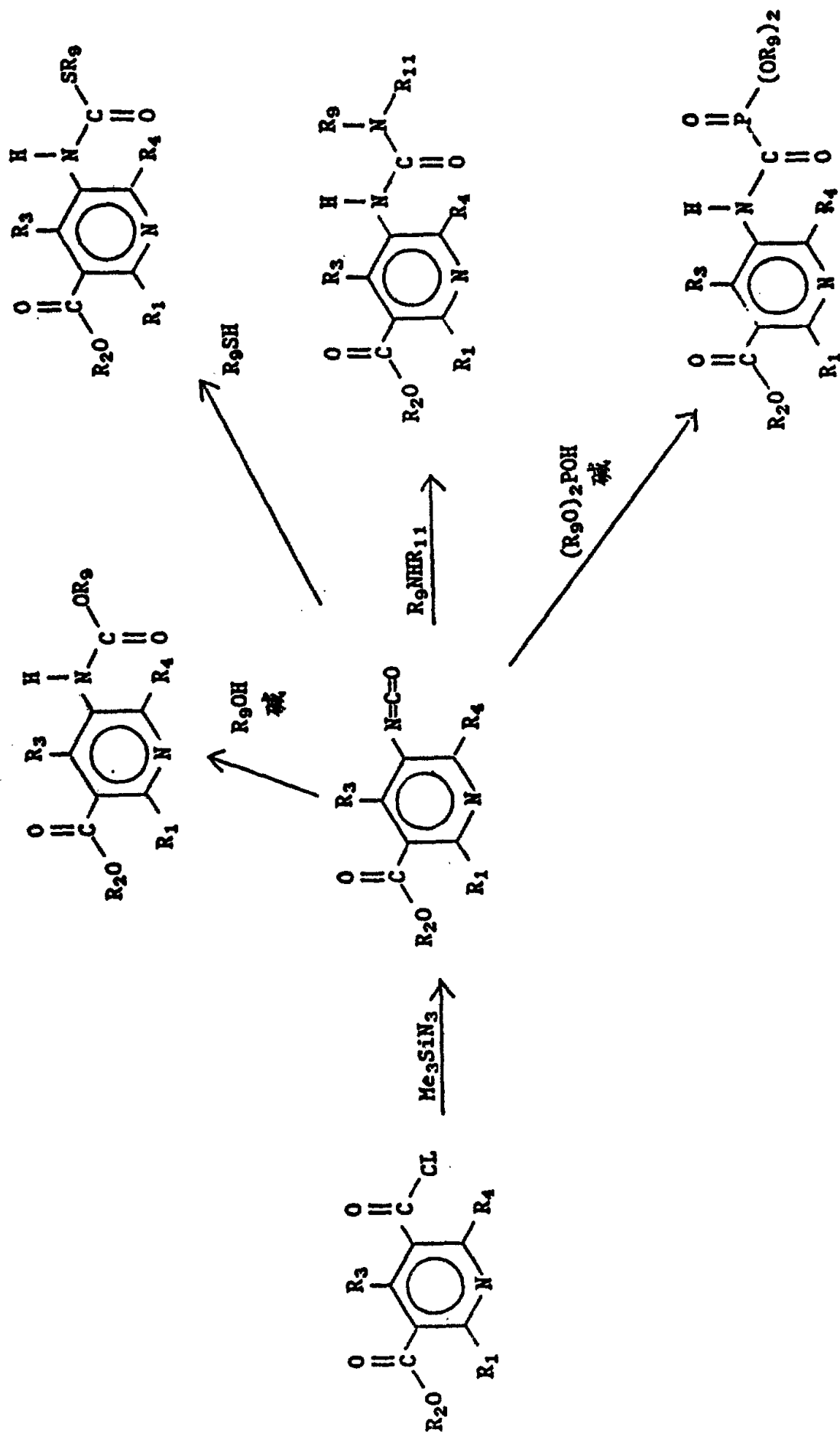
方案一



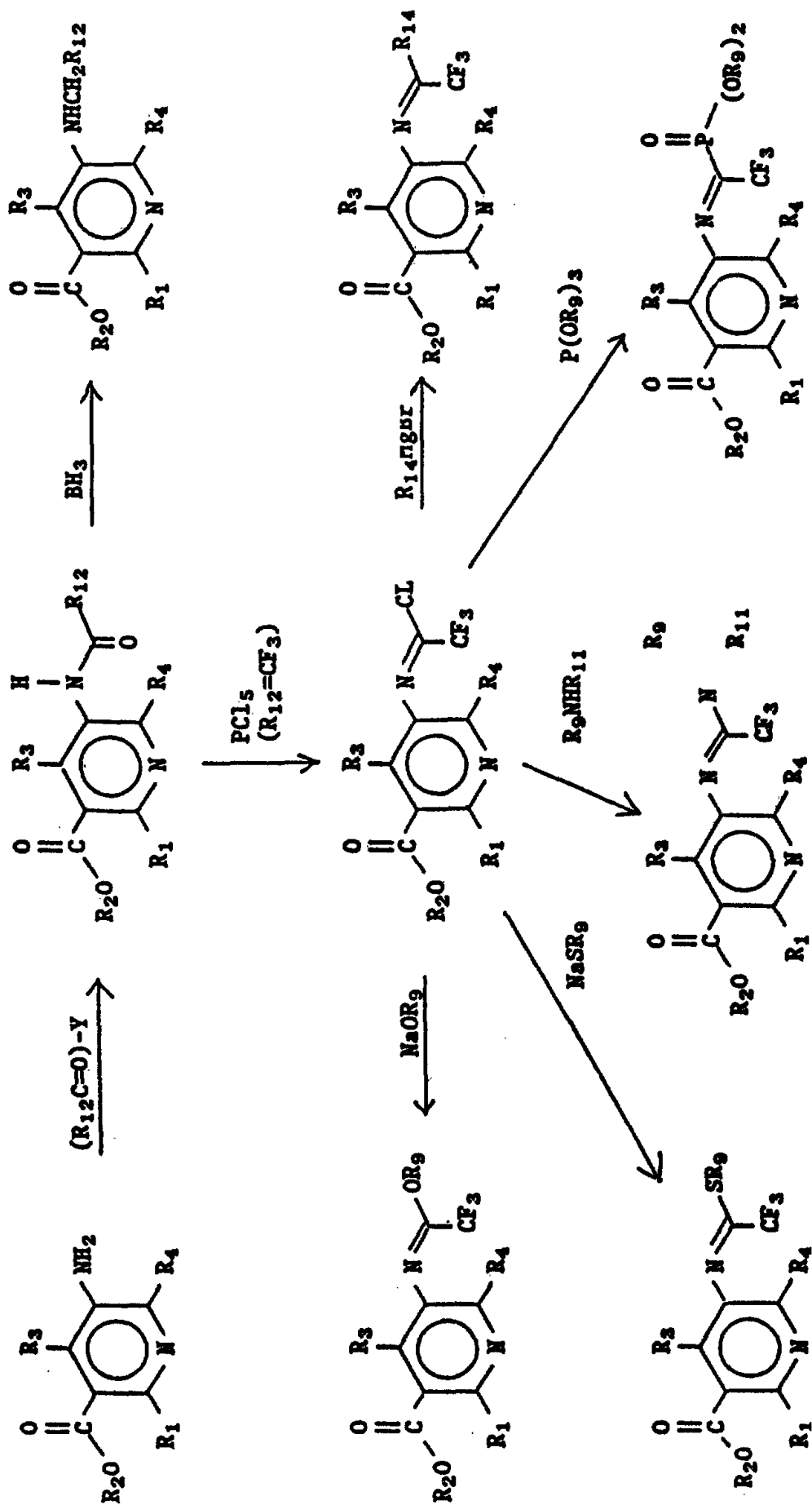
方案二



方案三



方案四



本发明其他化合物的制备方法从所提图表以及下列实例，将会清楚。

下列缩写当用在整个说明书（包括实例）中时具有下面的意义：

LDA-锂二异丙酰胺

THF-四氢呋喃

DME-二甲基醚

DBU-1,8-重氮双环- (5,4,0) -11 碳-5- 烯

DMF-N,N-二甲基甲酰胺

ETFAA-三氟乙酰乙酸乙酯

MCPBA-间氯过氧苯甲酸

HPLC- 高压液相色谱

TLC-薄层色谱

n-BnLi-n- 丁基锂

DMSO- 二甲基亚砷

Pd/c- 氢化催化剂，是钯沉积在细微的碳上

TsCl- 甲苯磺酰氯

在下面实例中，所用的术语常规处理（“Workup as usual ”）或标准处理（“Normal Workup ”）或相当的词句是指用食盐水洗有机提取液，通过无水硫酸钠锥形体干燥，和在真空中浓缩。

实例1

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-异丁基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 中实例32的6 克 (15.1 毫摩尔) 产物加到含有0.95克89% 氢氧化钾(15.1 毫摩尔) 的35 毫升乙醇中，在室温搅拌1 天。将反应混合物倒入135 毫升水中，用乙醚洗(2×20毫升) 及用浓盐酸酸化。用乙醚(2×50毫升) 提取产物，用常规处理得到4.91克(88 %) 所需的一元酸，为灰白色固体，适用于进一步反应。该物与亚硫酸酰氯(25 毫升) 回流过夜。在真空中除去多余

的亚硫酸氯，得到的酰氯滴加到激烈搅拌的含1.8 克叠氮化钠在15毫升4:1 丙酮：水的浆状物中。该溶液在室温下搅拌过周末，然后用75毫升水稀释及用乙醚(3×20毫升)提取。用常规处理得到4.66克(91%总产量)产物，为褐色固体，用环己烷重结晶得到分析纯物质，熔点68-70 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	49.41	5.04	8.23
实验值	49.23	4.97	8.26

实例2

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 中实例55的35.0克(0.103摩尔)产物和60毫升亚硫酸氯的混合物回流过夜。在真空中除去多余的亚硫酸氯，酰氯用10毫升丙酮稀释，将该溶液加到含有14.3克NaN₃,25毫升H₂O，90毫升丙酮的浆状物中。放热反应发生，猛烈放出气体。待反应混合物冷却到室温后，加入300 毫升水，用氯仿提取产物，用常规方法处理得30.9克产物(96%)，为褐色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得到分析纯物质，熔点92-94 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	46.16	4.20	8.97
实验值	46.08	4.23	8.94

实例3

6-(二氟甲基)-5-[(甲氧基羰基)-氨基]-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将按发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 方法制备的13.7克(0.037摩尔)6-(二氟甲基)-5-(氯羰基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯和40毫升亚硫酸氯的混合物搅拌回流7 小时，然后在真空中浓缩。残留物用球管蒸馏(Kugelrohr distillation, 130°C,

在1 托) 得到13.4克(93%) 相应的酰氯为黄色油。将1.03克(0.013摩尔) 吡啶和14.5毫升(0.0149 摩尔) 的1.025 摩尔叠氮酸氯仿溶液在0 °C 滴到含5 克(0.013摩尔) 酰氯的50毫升氯仿溶液中。滴加完毕后, 反应混合物在室温搅拌30分钟, 用20毫升甲醇稀释, 在加热板上加热, 直到气体放出停止。将该溶液倒入100 毫升水中, 用氯仿(3×40毫升) 提取。用正常方法处理得到5.03克(97%) 产物为褐色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得到分析纯物质, 熔点109-110 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	48.25	4.81	7.03
实验值	48.03	4.76	7.21

实例4

5-({ (双(1- 甲乙基) 氨基) 羰基) 氨基)-6-(二氧甲基)-4-(2- 甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将按发表于1985年2 月27日欧洲专利申请号133,612 的方法制备的13.7克(0.037摩尔)6-(二氟甲基)-5-(氯羰基)-4-(2- 甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶- 羧酸乙酯和40毫升亚硫酸氯的混合物搅拌回流7 小时, 然后在真空中浓缩。残留物用球管蒸馏(130°C, 在1 托) 得到13. 克(93 %) 相应的酰氯为黄色油, 将5.0(0.013 毫摩尔) 酰氯在50毫升氯仿中的0 °C 溶液滴加到含1.03克(0.013摩尔) 吡啶及14.5毫升(0.015 摩尔) 的1.025 摩尔叠氮酸的氯仿溶液中。滴加完成后, 在室温搅拌30 分钟。然后将20毫升二异丙胺加入产生放热反应。让反应冷却至室温再用100 毫升水稀释。用氯仿(3×40毫升) 提取产物。经常规处理得到 5.54克(91%) 产物, 为褐色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得到分析纯物质, 熔点137-139 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	53.96	6.47	8.99
实验值	53.91	6.46	8.95

实例5

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将按发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 方法制备的45.0克(0.132摩尔) 5-羧基-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯, 8.91(0.135摩尔) 85% 氢氧化钾, 125 毫升甲醇及15毫升水的混合物在室温搅拌24小时。将反应混合物倒入水中(500毫升) 用氯仿洗(2×200 毫升), 然后用浓盐酸酸化。用乙酸乙酯(3×150 毫升) 提取接着用常规方法处理得到38.2克(88%) 相应的羧酸为白色固体。该酸38.2克(0.117摩尔) 及50毫升亚硫酰氯的溶液回流3 小时。在真空中除去过量的亚硫酰氯, 余留的酰氯溶在丙酮(15 毫升) 中。将此溶液加到快速搅拌的含17.8克(0.27 摩尔) 叠氯化钠, 30毫升水及100 毫升丙酮的浆状物中,发生放热反应有激烈气体放出。2 小时后, 用200 毫升水稀释反应混合物, 用氯仿(3×70毫升) 提取。用常规处理得33克(86%) 产物, 为褐色固体。用乙酸乙酯 / 环己烷重结晶得到分析纯物质, 熔点92-93 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	44.30	3.72	9.39
实验值	44.59	3.83	9.16

实例6

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-〔(甲氧基羰基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 实例28的5.0 克(0.015摩尔) 产物与15毫升亚硫酰氯的溶液一起回流过夜。在真空中除

去过剩的亚硫酸氯，所得的酰氯用25毫升二氯甲烷稀释并冷却至0℃。将1.16克吡啶及含16毫升1.0 摩尔叠氮酸的氯仿滴加至上述搅拌的溶液中。加完后，将反应混合物温热至室温10分钟。然后，将35毫升甲醇加入，在热板上温热反应混合物直到气体停止放出为止。然后用100 毫升水稀释该溶液并用氯仿提取(3×40毫升)。经常规处理得到5.6 克(定 量)产物为灰白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶，得到分析纯物质，熔点84-86℃。

元素分析	C	H	N
计算值	45.41	4.08	7.51
实验值	45.17	4.08	8.14

实例7

6-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-5-((三氟乙酰基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将含8.0 克(0.023摩尔)实例1 产物的10毫升四氢呋喃溶液加到含1.08克(0.027摩尔) 60% 氢氧化钠和10毫升无水四氢呋喃的浆状物中。回流2 小时，然后在室温搅拌过夜。将5.5 克(0.026摩尔)三氟醋酸酐滴加到该溶液中。搅拌1 小时，然后倒入100 毫升5 % 盐酸中并用氯仿提取(3×50毫升)。经常规处理得到11克棕色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得到9.53克(90%) 产物，为白色固体，熔点102-104℃。

元素分析	C	H	N
计算值	44.05	3.70	6.42
实验值	44.45	3.76	6.44

实例8

5-氯-6-(二氟甲基)-4-异丁基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将2.96克(0.022摩尔)氯化铜，2.26克(0.018摩尔)亚硝酸叔- 丁酯及40毫升乙腈的混合物滴加到含有5 克(0.015摩尔)实例1 产物的10

毫升乙腈中。在室温搅拌过夜，然后倒入100 毫升2.5 摩尔盐酸中。用3 × 50毫升乙醚提取产物。经常规处理得到5.26克深棕色油。在Prep-500 上进行色谱分离，用2 % 乙酸乙酯 / 环己烷作洗脱液。第1 部分得2.14克(41%) 产物，为无色油状物质， n_D^{25} 1.456

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	46.75	4.20	3.89	9.86
实验值	46.82	4.24	3.86	9.90

实例9

6-(二氟甲基)-5-碘-4- 异丁基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将1.34克(0.013摩尔) 亚硝酸- 叔- 丁酯加入含有4.0 克(0.012摩尔) 实例1 的产物，2.16克(0.012摩尔) 48% 氟硼酸及3 毫升乙腈的0 °C 混合溶液中。在0 °C 搅拌30分钟，然后将此混合溶液加入含有30克碘化钾的150 毫升水中。搅拌30分钟后，用氯仿(4×40毫升) 提取反应混合物。用10% 硫代硫酸钠(2×50毫升)，食盐水(50 毫升) 洗氯仿提取液，通过硫酸钠锥形体干燥。在真空中浓缩得4.82克橙色油，在硅胶上用2 % 乙酸乙酯 / 环己烷进行色谱分离。第1 部分含1.98克(37%) 产物，为无色油， n_D^{25} 1.493 。

元素分析	C	H	N
计算值	37.27	3.35	3.10
实验值	37.55	3.42	3.13

第二部分含1.65克(31%) 产物，为淡黄色油， n_D^{25} 1.488 。

元素分析	C	H	N
计算值	37.27	3.35	3.10
实验值	37.57	3.40	3.09

实例10

5-氯-6-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将含5 克(0.016摩尔) 实例2 产物的5 毫升乙腈加到含有2.55克(0.019摩尔) 氯化铜, 2.48克(0.024摩尔) 亚硝酸- 叔- 丁酯及70毫升无水乙腈的浆状物中。室温搅拌2 小时, 用200 毫升10% 盐酸稀释并用氯仿(3×40毫升) 提取。经常规处理得到橙色油, 用球管蒸馏(120℃在1 托) 得4.57克(86%) 产物, 为无色液体。

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	43.46	3.34	4.22	10.69
实验值	43.44	3.41	4.30	10.81

实例11

5-氯-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将含有6 克实例5 产物的10毫升乙腈溶液加到含有3.23克(0.024摩尔) 氯化铜, 3.09克(0.03 摩尔) 亚硝酸叔- 丁酯及65毫升乙腈的溶液中。在室温搅拌3 小时后, 将反应混合物倒入200 毫升10% 盐酸中并用氯仿(3×70毫升) 提取。经常规处理得6.32克橙色油, 在Prep-500上用2 % 乙酸乙酯/ 正己烷溶液进行色谱分离。第一部分经处理得到4.12克(66%) 产物, 为白色固体。用正己烷重结晶得分析物质, 熔点62-62 °C

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	41.59	2.86	4.41	11.16
实验值	41.57	2.79	4.34	11.18

实例12

5-溴-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将含6 克(0.019摩尔) 实例2 产物的5 毫升乙腈溶液加到含有5.09克(0.023摩尔) 溴化铜, 2.94克(0.029摩尔) 亚硝酸叔- 丁酯及70毫升无水乙腈的溶液中。室温搅拌2 小时, 然后倾入10% 盐酸(200毫升) 中, 用氯仿(3×40毫升) 提取。经常规处理得到6.95克淡黄色油。用球管蒸馏(125℃在1 托) 得到6.35克(89%) 产物, 为白色固体。用环己烷重结

晶得分析纯物质，熔点39-41 °C。

元素分析	C	H	N	Br
计算值	38.32	2.95	3.72	21.25
实验值	38.47	2.99	3.77	21.40

实例13

5-溴-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将含有6 克(0.02 摩尔) 实例5 产物的10毫升乙腈溶液加到含有5.36克(0.024摩尔) 溴化铜，3.09克(0.03 摩尔) 亚硝酸叔- 丁酯和6.5 毫升乙腈的溶液中。室温搅拌3 小时后，将反应混合物加到200 毫升10% 盐酸中，用氯仿提取。经常规处理得7.05克棕色油，在硅胶上用2 % 乙酸乙酯 / 环己烷进行色谱分离。第一部分处理得到4.83克(68%) 产物，为白色固体，用环己烷重结晶得分析纯物质，熔点61-62 °C。

元素分析	C	H	N	Br
计算值	36.49	2.51	3.87	22.07
实验值	36.56	2.55	3.86	22.16

实例14

6-(二氟甲基)-4-乙基-5- 碘-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将0.72克亚硝酸叔- 丁酯加入含有2 克(6.4毫摩尔) 实例2 产物，1.18克(6.4毫摩尔) 48% 氟硼酸及10毫升乙腈的0 °C 溶液中。溶液在0 °C 搅拌15分钟，然后加到快速搅拌的含12克碘化钾的100 毫升水溶液中。搅拌30分钟后用氯仿(3×40毫升) 提取，用10% 硫代硫酸钠(2×100 毫升)，盐水(50 毫升) 洗涤合并的氯仿提取液，并通过一硫酸钠锥形干燥，在真空中浓缩得到橙色油，通过一短的硅胶柱过滤(5 % 乙酸乙酯 / 环己烷作洗脱剂) 得到2.1 克(78%) 产物，为白色固体，用环己烷重结晶得到分析纯物质，熔点63-65 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	34.06	2.62	3.31
实验值	34.32	2.68	3.30

实例15

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-碘-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将2.38克(0.023摩尔)亚硝酸叔-丁酸酯慢慢滴入含有6.25克(0.021摩尔)实例5产物, 3.84克(0.021摩尔) 48% 氟硼酸及55毫升乙腈的0℃溶液中。溶液在0℃搅拌30分钟, 然后加入快速搅拌的含有55克碘化钾的200毫升水溶液中。20分钟后, 该溶液用水(200毫升)稀释, 用氯仿(3×50毫升)提取。提取液用10% 硫代硫酸钠(2×50毫升)及盐水(100毫升)洗涤, 通过硫酸钠干燥。在真空中浓缩得到7.8克棕色油, 在硅胶上用2% 乙酸乙酯/环己烷进行色谱分离。第一部分处理得到4.58克(56%)产物, 为白色固体。用环己烷重结晶得分析纯物质。熔点62-63℃。

元素分析	C	H	N
计算值	32.30	2.22	3.42
实验值	32.37	2.26	3.38

实例16

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将按发表于1985, 2, 27的欧洲专利申请号133, 612的实例47的产物0.9克(0.292摩尔)在30毫升丙酮中的溶液慢慢加到搅拌的含41.3克叠氮化钠, 75毫升水及260毫升丙酮的浆状物中。放热反应产生, 有猛烈气体放出。反应混合物冷却至室温后, 用水(500毫升)稀释并用氯仿(3×150毫升)提取。经常规处理得94.8克(定量)产物为一灰白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点73-75℃。

元素分析	C	H	N
计算值	47.86	4.63	8.59
实验值	47.99	4.66	8.59

实例17

6-(二氟甲基)-5-((乙氧基亚甲基)氨基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将20克(0.061摩尔)实例16的产物, 22.7克(0.153摩尔)原甲酸三乙酯及300 毫克对甲苯磺酸在110 °C加热, 并蒸去乙醇。4 小时后, 在真空中除去多余的原甲酸三乙酯, 残留物用球管蒸馏(140 °C, 在1 托)得23.3克(定量)产物, 为无色液体, n_D^{25} 1.462.

元素分析	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.18	5.01	7.29

实例18

5-氨基-4-乙基-6-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

由欧洲专利申请号133,612 中方法制备的19.2克(0.054摩尔) 4-乙基-2-甲基-6-(三氟甲基)-3,5-吡啶双羧酸3-叔-丁基 5-乙酯和40毫升 97% 甲酸的溶液在85 °C搅拌过夜。在真空中浓缩反应混合物得到橙色油, 用50毫升亚硫酸氯稀释并回流3 小时。在真空中除去过量的亚硫酸氯, 残留物用球管蒸馏得13.4克(78%) 酰氯。酰氯溶于5 毫升丙酮中并加到搅拌着的含有7.5 克叠氮化钠, 13毫升水及50毫升丙酮的浆状物中。放热反应产生, 有激烈气体放出。反应混合物冷却至室温后, 用200 毫升水稀释并用氯仿(3×75毫升) 提取。经常规处理得到油状固体, 用20 % 乙酸乙酯 / 环己烷在硅胶上进行色谱分离, 得到6.35(55%) 产物, 为白色固体。用乙酸乙酯 / 环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点107-109 °C

元素分析	C	H	N
计算值	52.17	5.47	10.14
实验值	52.26	5.54	10.11

实例19

4-乙基-6-甲基-5-硝基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将含3.5克(0.013摩尔)实例18产物的15毫升冰醋酸溶液加到含7.82克高硼酸钠(0.051摩尔)及40毫升冰醋酸的55℃浆状物中。反应混合物保持在55℃2小时,然后倒入150毫升水中,并用氯仿提取(3×40毫升)。经常规处理得深色的油,用球管蒸馏(130℃在1托)得1.57克产物,为淡黄油。不蒸馏的残留物在硅胶上色谱分离(1%乙酸乙酯/环己烷)得到另外的1克产物,总计得到2.57克(66%), n_D^{25} 1.465。

元素分析	C	H	N
计算值	47.07	4.28	9.15
实验值	47.01	4.29	9.23

实例20

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-硝基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将10毫升90%过氧化氢,在0℃小心地加到含4克(0.013摩尔)实例2产物的100毫升浓硫酸溶液中。将该溶液在三小时中慢慢温热到室温,然后搅拌过夜。反应混合物用冰(300克)稀释,用氯仿提取,经常规处理得到白色固体,用1%乙酸乙酯/环己烷在硅胶上进行色谱分离。第一部分处理得2.02克(46%)产物,为白色固体,熔点44-46℃。

元素分析	C	H	N
计算值	42.12	3.24	8.19
实验值	42.28	3.25	8.15

实例21

6-(二氟甲基)-5-硝基-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将36毫升90% 过氧化氢小心地加到含15克(0.046摩尔) 实例16产物及360 毫升浓硫酸的0 °C 溶液中。然后在三小时中使它慢慢温热并室温并搅拌过夜。用冰(300克) 使反应混合物骤冷并用氯仿提取(3×100 毫升)。经常规处理得白色固体, 用1 % 乙酸乙酯 / 环己烷在硅胶上进行色谱分离。第一部分处理得9.35克(57%) 产物, 为白色固体, 熔点63-65 °C

元素分析	C	H	N
计算值	43.83	3.68	7.86
实验值	43.83	3.69	7.86

实例22

2-(三氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-5-硝基-6-(二氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将13.5毫升90% 过氧化氢小心地滴加到含6 克(0.018摩尔) 实例1产物及135 毫升浓硫酸的0 °C 溶液中。慢慢地在三小时内温热到室温, 然后搅拌过夜。溶液中加入200 克冰屑, 用氯仿(3×75毫升) 提取所得的水溶液。经常规处理得棕色油, 在硅胶上(1 % 乙酸乙酯/环己烷) 进行色谱分离, 经处理得3.53克(54%) 产物, 为白色固体, 熔点44-46 °C

元素分析	C	H	N
计算值	45.41	4.08	7.57
实验值	45.47	4.03	7.75

实例23

6-(二氟甲基)-4-甲基-5- 硝基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将36毫升90% 过氧化氢小心地滴加到含15克(0.05 摩尔) 实例71产物及360 毫升浓硫酸的0 °C 溶液中。溶液慢慢在三小时中温热至室温搅拌过夜。然后, 加入300 克冰屑, 用氯仿(3×75毫升) 提取产物, 经常规处理得灰白色固体, 用球管蒸馏(140°C在1 托) 得11.8克(72%) 产物,

为白色固体，熔点93-95 °C

元素分析	C	H	N
计算值	40.26	2.76	8.54
实验值	40.43	2.75	8.33

实例24

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-硝基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将12毫升90%过氧化氢小心地滴加到5克(0.017摩尔)实例5产物及120毫升浓硫酸的0 °C溶液中。在0 °C搅拌3小时，然后慢慢加温到室温并搅拌过夜。用200克冰稀释反应混合物并用氯仿提取。经常规处理得白色固体，在硅胶上(1%乙酸乙酯/环己烷)进行色谱分离。第一部分处理得2.73克(50%)产物，为白色固体，熔点65-67 °C

元素分析	C	H	N
计算值	40.26	2.76	8.54
实验值	40.30	2.76	8.54

实例25

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(三氟乙酰)氨基]-2-三氟甲基-3-吡啶羧酸乙酯

4克(0.16摩尔)实例2产物，35毫升三氟乙酸酐及20毫升二氯甲烷溶液在室温搅拌3小时。然后反应混合物在真空中浓缩(50 °C在20托)得6.19克(95%)产物，为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质，熔点98-100 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	41.19	2.96	6.86
实验值	41.49	3.09	6.95

实例26

6-(二氟甲基)-4-甲基-5-[(三氟乙酰基)氨基]-2-(三氟甲

基)-3-吡啶羧酸乙酯

7.44克(0.025摩尔)实例71产物, 20克三氟乙酸酐及20毫升氯仿的溶液在室温搅拌2小时。反应混合物在真空中浓缩得白色固体, 用乙酸乙酯/环己烷重结晶得8.5克(90%)产物, 熔点112-114 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	39.61	2.56	7.14
实验值	39.55	2.58	7.11

实例27

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(五氟丙酰基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

4克(0.0128摩尔)实例71产物, 15毫升二氯甲烷及5克(0.16摩尔)五氟丙酸酐的溶液在室温搅拌1天。反应混合物在真空中浓缩并用球管蒸馏(150°C在0.5托)得4.8克(82%)产物, 为白色固体, 熔点113-115 °C

元素分析	C	H	N
计算值	39.32	2.64	6.11
实验值	39.72	2.68	6.17

实例28

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(五氟丙酰基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

3克(0.01摩尔)实例5产物, 9毫升五氟丙酸酐及14毫升氯仿的溶液在室温搅拌3小时。反应混合物在真空中浓缩, 得白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得4.07克(92%)产物, 为白色固体, 熔点96-98 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	37.85	2.27	6.31
实验值	38.10	2.41	6.50

实例29

6-(二氟甲基)-5-(甲酰氨基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

在0℃，将24.4克(0.53摩尔)甲酸加到43.2克(0.42摩尔)乙酸酐中。加温至室温，然后在50℃加热15分钟。溶液立刻冷却至0℃，并加入4.68克(0.016摩尔)实例71产物。在室温搅拌40分钟，反应混合物在真空中浓缩，所得固体用乙酸乙酯重结晶，得3.51克(67%)产物，为白色固体熔点151-152℃。

元素分析	C	H	N
计算值	44.18	3.40	8.59
实验值	44.11	3.43	8.57

实例30

5-[(α -氯乙酰基)氨基]-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.0128摩尔)实例2的产物，1.5克(0.013摩尔)氯乙酰氯及10毫升乙腈的溶液在室温搅拌过夜。按气相色谱测定有小量原始材料剩留，因此另加75毫克氯乙酰氯，反应物再搅拌4小时。反应混合物在真空中浓缩得5.1克(定量)产物，为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质，熔点104-106℃。

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	43.26	3.63	7.21	9.12
实验值	43.40	3.67	7.26	9.10

实例31

5-〔(α , α -二氯丙酰基) 氨基]-6-(二氟甲基)-1-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4.0克(0.0128摩尔)实例2产物, 2.42克(0.015摩尔)2,2-二氯丙酰氯, 1.18克(0.015摩尔)吡啶及10毫升乙腈的溶液回流24小时。将反应混合物倒入50毫升1摩尔盐酸中并用氯仿提取。经常规处理得深色固体, 用球管蒸馏(160℃在1托)得4.52克(81%)产物, 为灰白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点145-146℃

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	41.21	3.46	6.41	16.22
实验值	41.26	3.46	6.37	16.15

实例32

6-(二氟甲基)-5-〔(乙氧基亚甲基) 氨基]-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将5克(0.0168摩尔)实例71产物, 7克原甲酸三乙酯及100毫克对甲苯磺酸的溶液在110℃加热, 同时蒸馏除去乙醇。3小时后, 反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管馏(140℃1托)得到5.1克(86%)产物, 为无色液体, n_D^{25} 1.465。

元素分析	C	H	N
计算值	47.46	4.27	7.91
实验值	47.47	4.29	7.89

实例33

6-(二氟甲基)-5-((乙氧基亚甲基)氨基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.013摩尔)实例2产物, 5.7克(0.038摩尔)原甲酸三乙酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃搅拌2小时, 同时蒸馏除去乙醇。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得3.86克(82%)产物, 为无色油, n_D^{25} 。

元素分析:	C	H	N
计算值	48.92	4.65	7.61
实验值	48.78	4.62	7.51

实例34

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.013摩尔)实例2产物, 4克(0.038摩尔)原甲酸三甲酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃加热2小时, 蒸馏除去生成的甲醇。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得3.9克(86%)产物, 为无色油, n_D^{25} 1.463。

元素分析:	C	H	N
计算值	47.46	4.27	7.91
实验值	47.67	4.36	7.86

实例35

6-(二氟甲基)-5-((乙氧基亚甲基)氨基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将3.75克(0.011摩尔)实例1产物, 4.9克(0.033摩尔)原甲酸三乙酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃加热2小时, 蒸馏除去生成的乙醇。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得

3.83克(88%) 产物, 为无色液体, n_D^{25} 1.464。

元素分析:	C	H	N
计算值	51.52	5.34	7.07
实验值	51.80	5.48	7.03

实例36

6-(二氟甲基)-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-4-甲基-3-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.013摩尔)实例71产物, 4.2克(0.04摩尔)原甲酸三甲酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃加热2小时, 蒸馏除去生成的甲醇。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得4.01克(88%)产物, 为淡黄色油; n_D^{25} 1.463

元素分析:	C	H	N
计算值	45.89	3.85	8.23
实验值	45.89	3.94	8.03

实例37

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将3.5克(0.012摩尔)实例5产物, 3.82克(0.036摩尔)原甲酸三甲酯及30毫克对甲苯磺酸的溶液搅拌回流2小时, 然后在真空中浓缩。残留物用球管蒸馏(145℃在1托)得3.47克(84%)产物, 为无油, 它慢慢固化, 熔点29-30℃

元素分析:	C	H	N
计算值	45.89	3.85	8.23
实验值	46.04	3.82	8.11

实例38

6-(二氟甲基)-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-4-丙基-2-(三氟甲

基)-3-吡啶羧酸乙酯

将3 克(0.0092 摩尔) 实例16产物, 10毫升原甲酸三甲酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100 °C 搅拌2 小时。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(135°C 在1 托) 得3.13克(92%) 产物为无色油,

n_D^{25} 1.465

元素分析:	C	H	N
计算值	48.92	4.65	7.61
实验值	48.66	4.57	7.33

实例39

6-(二氟甲基)-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4.1 克(0.012摩尔) 实例1 产物, 7毫升原甲酸三甲酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100 °C 搅拌过夜。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150°C 在1 托) 得4.07克(89%) 产物, 为无色油, n_D^{25} 1.457。

元素分析:	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.16	5.19	7.01

实例40

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-((甲氧基亚甲基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯

将4 克(0.013摩尔) 实例1 产物, 10毫升原甲酸三乙酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在100 °C 加热3 小时。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(150°C 在1 托) 得4.18克(88%) 产物, 为无色油, n_D^{25} 1.463。

元素分析:	C	H	N
计算值	47.46	4.27	7.91
实验值	47.41	4.29	7.80

实例41

6-(二氟甲基)-5-[(2-甲基丙氧基)亚甲基]氨基]-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.012摩尔)实例16产物,10毫升原甲酸二异丁酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在110℃加热16小时。反应混合物在真空中浓缩,残留物用球管蒸馏(150℃,在1托)得4.6克(81%)产物,为无色油,

n_D^{25} 1.503

元素分析:	C	H	N
计算值	52.68	5.65	6.83
实验值	52.65	5.69	6.82

实例42

5-[(正-丁氧基亚甲基)氨基]-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将8.7克原甲酸三正丁酯,4克(0.013摩尔)实例2产物及70毫克对甲苯磺酸的溶液在110℃加热18小时。反应物在真空中浓缩残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得黄色油,在硅胶上色谱分离(2%乙酸乙酯/环己烷)得1.98克(39%)产物,为无色油; n_D^{25} 1.500。

元素分析:	C	H	N
计算值	51.52	5.34	7.07
实验值	51.76	5.42	7.00

实例43

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(正-丙氧基亚甲基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将5克(0.016摩尔)实例2产物,10毫升原甲酸三正丙酯及70毫克对甲苯磺酸的溶液在110℃加热1小时。反应混合物在真空中浓缩,残留物用球管蒸馏(140℃在1托)得4.25克(69%)产物,为淡黄色油,

n_D^{25} 1.461

元素分析:	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.24	5.02	7.30

实例44

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{ [(2-甲基丙氧基)亚甲基]氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4.0克(0.013摩尔)实例2产物, 10毫升原甲酸三异丁酯及70毫克对-甲苯磺酸的溶液加热至110℃18小时。反应混合物在真空中浓缩, 残留物用球管蒸馏(140℃在1托)得到3.8克(75%)产物, 为淡黄色油, 慢慢成为结晶, 熔点34-34℃

元素分析:	C	H	N
计算值	51.51	5.34	7.07
实验值	51.37	5.35	7.01

实例45

6-(二氟甲基)-5-{ [(N,N-二甲基氨基)亚甲基]氨基}-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酸。

将5克(0.168摩尔)实例71产物, 4克(0.34摩尔)二甲基甲酰胺二甲基缩醛和100毫克对甲苯磺酸的浆状物加热回流一小时。在真空中浓缩反应混合物并用球管蒸馏(150℃在1托)得5.2克(88%)产物, 为白色固体, 熔点70-71℃。

元素分析:	C	H	N
计算值	47.50	4.57	11.89
实验值	47.61	4.43	11.64

实例46

5-{ [(1-氯-2,2,2-三氟亚乙基)氨基] }-6-(二氟甲基)-4-甲基

-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.010摩尔)实例26的产物和2.11克(0.010摩尔)五氯化磷的混合物加热到140℃并搅拌16小时。在真空中浓缩反应混合物,残留物用球管蒸馏(130℃在1托)得到3.24克产物,为无色油, n_D^{25} 1.435。

元素分析:	C	H	N	Cl
计算值	37.84	2.20	6.79	8.59
实验值	38.15	2.26	6.82	8.63

实例47

5-〔(1-氯-2,2,2-三氟亚乙基)氨基〕-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将33.5克(0.082摩尔)实例25的产物和17.08克(0.082摩尔)五氯化磷的混合物在140℃加热18小时。在真空中浓缩反应混合物,残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得31.7克(91%)产物,为无色油, n_D^{25} 1.436

元素分析:	C	H	N	Cl
计算值	39.41	2.60	6.57	8.31
实验值	39.81	2.65	6.59	8.35

实例48

6-(二氟甲基)-5-〔(1-乙氧基-2,2,2-三氟亚乙基)氨基〕-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.0094摩尔)实例47产物的5毫升乙醇溶液加到由0.25克(0.011摩尔)金属钠和5毫升绝对无水乙醇制备的乙醇钠乙醇溶液中。立刻生成白色沉淀。搅拌15分钟后将反应混合物倒入水中,并用氯仿提取。处理后得黄色油,用球管蒸馏(130℃在1托)得3.67克(89%)产物为无色油, n_D^{25} 1.440。

元素分析:	C	H	N
计算值	44.05	3.70	6.42
实验值	44.46	3.76	6.48

实例49

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(1-甲氧基-2,2,2-三氟亚乙基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.0094摩尔)实例47产物的5毫升甲醇溶液加到用0.23克(0.010摩尔)金属钠和4毫升甲醇制备的甲醇钠甲醇溶液中。立刻生成白色沉淀。15分钟后,将反应混合物倒入水中,用氯仿提取。经常规处理得黄色油,用球管蒸馏(130℃在1托)得3.63克(91%)产物,为无色油,能逐渐固化,熔点49-51℃。

元素分析:	C	H	N
计算值	42.67	3.34	6.63
实验值	43.03	3.39	6.65

实例50

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{(1-乙基硫基)-2,2,2-三氟亚乙基}氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

在氮气下将0.59克(0.0094摩尔)乙硫醇加到含有0.38克(0.0094摩尔)60%氢化钠的10毫升无水四氢呋喃浆状物中。在气体放出停止后,滴加4克(0.0094摩尔)实例47产物,5毫升四氢呋喃的溶液。15分钟后,将反应混合物倒入水中,用氯仿提取。经常规处理得黄色油,用球管蒸馏(135℃在1托)得3.87克(91%)产物,为无色液体, n_D^{25} 1.464。

元素分析:	C	H	N	S
计算值	42.48	3.57	6.19	7.09
实验值	42.86	3.64	6.24	7.24

实例51

5-{ (1-(二乙氧基氧磷基)-2,2,2-三氟亚乙基) 氨基} -6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将2.5 克(0.0059 摩尔) 实例47产物和0.98克亚磷酸三乙酯在160 °C加热30分钟。然后将反应混合物冷却至室温使固化。固体用环己烷研磨得3.03克(定量) 产物, 为浅黄色固体。熔点73-75 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	40.92	4.01	5.30
实验值	40.72	4.00	5.19

实例52

6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-5-{5-(三氟甲基)-1H-四唑-1-基}-3-吡啶羧酸乙酯。

将0.65克(0.01 摩尔) 叠氮化钠加到含4 克(0.0094 摩尔) 实例47产物和20毫升四氢呋喃的溶液中。在室温搅拌并加入4 毫升水。反应混合物立刻发热。5 分钟后, 用水(25毫升) 稀释反应混合物, 并用氯仿(3×20毫升) 提取。经常规处理得粘稠油, 用球管蒸馏(150°C在1 托) 得3.83克(94%) 产物, 为浅黄色油; n_D^{25} 1.444。

元素分析:	C	H	N
计算值	38.81	2.56	16.16
实验值	39.12	2.68	15.92

实例53

6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-5-{ (1-(三氟甲基) 亚乙基) 氨基} -3-吡啶羧酸乙酯。

在干燥氮气流下, 0 °C将1.7 毫升约3.2 摩尔甲基镁化溴(0.0054 摩尔) 的乙醚液滴加到含2.3 克(0.0054 摩尔) 实例47产物的5 毫升无水四氢呋喃的溶液中。0 °C搅拌30分钟, 然后倒入10毫升饱和氯化铵中。

抽滤该反应混合物，滤液用乙醚(3×25毫升)提取。经常规处理得油，在硅胶上用5 % 乙酸乙 / 环己烷进行色谱分离。第一部分处理得1.0 克(46%) 产物，为无色油， n_D^{25} 1.500 。

元素分析:	C	H	N
计算值	44.35	3.47	6.89
实验值	43.35	3.40	6.70

实例54

6-(二氟甲基)-4-乙基-5- 异氰酸根合-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将发表于1985,2,27 的欧洲专利申请号133,612 中实例46的产物(50.4 克,0.14 摩尔) 加到17.3克的叠氮基三甲基硅烷(0.15 摩尔) 和100 毫升四氯化碳中，加热回流到气体放出停止(约4 小时)。在真空中浓缩反应混合物，残留物用球管蒸馏(140℃在1 托) 得35.2克(74%) 产物，为浅黄色油， n_D^{25} 1.457。

元素分析:	C	H	N
计算值	46.16	3.28	8.28
实验值	45.88	3.40	8.03

实例55

6-(二氟甲基)-4-乙基-5- 异氰酸根合-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将5-氯羰基-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯(84.1 克, 0.243 摩尔) 加到150 毫升四氯化碳和30克(0.26 摩尔) 叠氮基三甲基硅烷中，并在55℃搅拌过液。在真空中浓缩反应混合物残留物用球管蒸馏得57.3(72%) 产物，为白色固体，熔点55-57 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	44.46	2.80	8.64

实验值 44.32 2.94 8.77

实例56

6-(二氟甲基)-5-异氰酸根合-4-(2-甲基丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将5-氯羰基-4-(2-甲基丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯 (64.1 克, 0.165摩尔) 加到21.06 克(0.182摩尔) 叠氮基三甲基硅烷和 120 毫升四氯化碳中, 并加热回流4 小时此时气体停止放出。在真空中浓缩反应混合物残留用球管蒸馏(100℃在1 托) 得29.4克(65%) 产物, 为浅黄色油; n_D^{25} 1.455。

元素分析:	C	H	N
计算值	49.19	4.13	7.65
实验值	48.95	4.02	7.77

实例57

6-(二氟甲基)-4-乙基-5{ [(乙硫基) 羰基] 氨基} -2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将15毫升乙硫醇加到4.5 克(0.013摩尔) 实例54产物和20毫升二氯甲烷的溶液中。反应液中加入30毫克叔丁醇钾, 引起放热。反应混合物搅拌过夜, 然后在真空中浓缩得浅黄色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得4.63克(90%) 产物, 为白色固体, 熔点124-126 °C。

元素分析:	C	H	N	S
计算值	45.00	4.28	7.00	8.01
实验值	44.73	4.14	6.80	7.83

实例58

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{ [(乙硫基) 羰基] 氨基} -2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4 克(0.012摩尔) 实例55产物的25毫升无水四氢呋喃的溶液加到

含0.49克(0.012摩尔)60%氢化钠的10毫升无水四氢呋喃浆状物中。室温搅拌一小时后加入50毫升水，用乙酸乙酯(3×25毫升)提取产物。经常规处理得3.95克(83%)产物，为白色固体，熔点143-145 °C。

元素分析:	C	H	N	S
计算值	43.52	3.91	7.25	8.30
实验值	43.42	3.97	7.21	8.38

实例59

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{[(甲硫基)羰基]氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将15克(0.046摩尔)实例55产物和50毫升四氢呋喃的溶液冷至0 °C并加入10克甲硫醇。该混合物中加入100毫克叔丁醇钾。反应混合物慢慢温热到室温并搅拌过应。在真空中浓缩反应混合物,残留物溶于氯仿(100毫升)中。经常规处理得15.21克(89%)产物，为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质，熔点134-135 °C。

元素分析:	C	H	N	S
计算值	41.94	3.52	7.52	8.61
实验值	42.01	3.53	7.57	8.57

实例60

6-(二氟甲基)-5-{[(乙硫基)羰基]氨基}-4-(2-甲基丙基)-2-(三氟甲基)-2-吡啶羧酸乙酯

将15毫克叔丁醇钾加到含有3.5克(0.0095摩尔)实例56产物，0.93克(0.015摩尔)乙硫醇和20毫升四氢呋喃的溶液中。室温搅拌2小时后，在真空中浓缩。固体溶于75毫升氯仿并用常规处理得3.54克(86%)产物，为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质，熔点113-114 °C，

元素分析:	C	H	N	S
计算值	47.66	4.94	6.54	7.48
实验值	47.65	4.96	6.52	7.56

实例61

6-(二氟甲基)-5-[(乙氧羰基)氨基]-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4.1克(0.013摩尔)实例55产物, 25毫升氯仿和25毫升乙醇的溶液搅拌回流15分钟。在真空中浓缩反应混合物得4.53克(97%)产物, 为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点100-101 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	45.41	4.08	7.75
实验值	45.31	4.11	7.63

实例62

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{[(1-甲基乙氧基)羰基]氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4克(0.012摩尔)实例55产物, 25毫升氯仿和25毫升2-丙醇的溶液回流15分钟。在真空中浓缩反应混合物得4.63克(83%)产物, 为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点130-132 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	46.88	4.46	7.29
实验值	46.67	4.47	7.37

实例63

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{[(1-甲基乙硫基)羰基]氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将20毫克叔丁醇钾加入到含有4克(0.012摩尔)实例55产物, 5克(0.066摩尔)2-丙硫醇和20毫升四氢呋喃的溶液中。反应混合物在室温

搅拌2 小时后，在真空中浓缩得白色固体。用乙酸乙酯 / 环己烷重结晶得4.37克(89%) 产物，为白色固体，熔点139-140 °C。

元素分析:	C	H	N	S
计算值	45.00	4.28	7.00	8.01
实验值	45.04	4.30	7.00	8.06

实例64

6-(二氟甲基)-5-({ (1,1-二甲基乙基) 硫基} 羰基) 氨基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将3.60克(0.011摩尔) 实例55产物，20毫升氯仿和20毫升叔丁醇的溶液回流搅拌15分钟。在真空中浓缩反应混合物，所得固体用乙酸乙酯 / 环己烷重结晶得4.01克(91%) 产物，为白色固体，熔点99-100 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	48.25	4.81	7.03
实验值	48.31	4.93	7.00

实例65

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-((甲氧羰基) 氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将3 克(0.0093 摩尔) 实例55产物，20毫升氯仿和20毫升甲醇的溶液搅拌回流15分钟后，在真空中浓缩。所得固体用乙酸乙酯 / 环己烷重结晶得3.08克(93%) 产物，为白色固体，熔点111-113 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	43.82	3.68	7.85
实验值	44.31	3.75	8.12

实例66

6-(二氟甲基)-5-({ (1,1-二甲基乙基) 硫基} 羰基) 氨基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将10毫升26%二甲胺水溶液加到3.0克(0.0093摩尔)实例55产物和20毫升二氧杂环己烷的溶液中。在60℃搅拌10分钟后，倒入100毫升水中并用氯仿(3×40毫升)提取。经常规处理得3.06克(89%)产物，为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质，熔点177-178℃

元素分析:	C	H	N
计算值	45.53	4.37	11.38
实验值	45.64	4.41	11.29

实例67

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{[(N-甲基)羰基]氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将7毫升40%甲胺水溶液加到3.57克(0.011摩尔)实例55产物和20毫升二氧杂环己烷的溶液中。立刻生成白色沉淀。在50℃搅拌10分钟，冷却到室温并抽滤。空气干燥后得3.56克(91%)产物，为白色固体，熔点202-203℃。

元素分析·	C	H	N
计算值	43.95	3.97	11.83
实验值	43.82	4.02	11.78

实例68

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-(4,5-二氢-5-氧代-1H-四唑-1-基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.012摩尔)实例54产物和2.72克(0.024摩尔)叠氮三甲基硅烷的溶液回流1.5天后，在真空中浓缩。反应混合物在三天内逐渐固化。用乙酸乙酯/环己烷研磨得2.2克(49%)产物，为白色固体，熔点139-141℃。

元素分析:	C	H	N
计算值	40.95	3.17	18.37
实验值	40.88	3.21	18.33

实例69

5-[[(2-氯乙氧基)羰基]氨基]-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.12摩尔)实例54产物, 9毫升氯仿和9毫升2-氯乙醇的溶液加热回流1.5天。在真空中浓缩反应混合物, 残留物在三天内逐渐固化。用乙酸乙酯/环己烷研磨得3.27克(66%)产物, 为白色固体, 熔点102-103℃。

元素分析:	C	H	N	Cl
计算值	43.02	3.85	6.69	8.47
实验值	43.21	3.87	6.68	8.50

实例70

5-[[(二乙氧基氧磷基)羰基]氨基]-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将1.7克亚磷酸二乙酯加到4克(0.012摩尔)实例55产物和三滴三乙胺在20毫升甲苯的溶液中。在80℃加热1.5天后, 在真空中浓缩。残留物溶于氯仿, 用水(20毫升), 1摩尔盐酸(20毫升)和盐水(20毫升)洗涤。经常规处理得5.1克(90%)产物, 为白色固体, 熔点91-94℃。

元素分析:	C	H	N
计算值	41.57	4.36	6.06
实验值	41.24	4.28	6.29

实例71

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

在快速搅拌下将0.474 摩尔的5-氯羰基-6-(二氟甲基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯的35毫升丙酮溶液加到含有50克叠氮化钠，90毫升水和315 毫升丙酮溶液加到含有50克叠氮化钠，90毫升水和315 毫升丙酮的浆状物中。放热反应产生，激烈放出气体。等反应混合物冷至室温后，用200 毫升水稀释并用氯仿提取。经常规处理得86.3克(82%) 产物，为白色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得分析纯物质，熔点71-72 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	44.30	3.72	9.39
实验值	44.30	3.73	9.40

实例72

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-(1- 甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将发表于1985,2,27 欧洲专利申请号133,612 中实例44的0.096 摩尔产物的20毫升丙酮的溶液，加到快速搅拌的21克叠氮化钠，35毫升水和140 毫升丙酮的溶液中。放热反应并有气体放出。反应混合物冷却到室温后，用水(300毫升) 稀释并用氯仿(3×100 毫升) 提取。经常规处理得28.4克(91%) 产物，为黄褐色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得分析纯物质，熔点56-58 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	47.86	4.63	8.59
实验值	47.92	4.68	8.58

实例73

5-氯-6-(二氟甲基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将7 克(0.023摩尔) 实例71产物的7 毫升乙腈溶液加到含有3.76克(0.028摩尔) 氯化铜，3.61克(0.035摩尔) 亚硝酸叔丁酯和80毫升乙腈

的溶液中。室温搅拌90分钟后，倒入200 毫升1 摩尔盐酸中，并用氯仿提取。经常规处理后得橙色油，用2 % 乙酸乙酯 / 环己烷使油通过一短硅胶柱过滤。在真空中浓缩得5.92克(81%) 产物，为无色液体，

n_D^{25} 1.452。

元素分析:	C	H	N	Cl
计算值	41.59	2.86	4.41	11.16
实验值	41.60	2.87	4.39	11.15

实例74

5-溴-6-(二氟甲基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将7 克(0.023摩尔) 实例71产物的7 毫升乙腈溶液加到含有6.25克(0.028摩尔) 溴化铜，3.61克(0.035摩尔) 亚硝酸叔丁酯和80毫升乙腈的溶液中。室温搅拌1.5 小时后，倒入200 毫升10% 盐酸中，并用氯仿(3×50毫升) 提取。经常规处理得黄色油，将油通过一短硅胶柱(2% 乙酸乙酯 / 环己烷) 过滤得7.54克(91%) 产物，为无色液体， n_D^{25} 1.470。

元素分析:	C	H	N	Br
计算值	36.49	2.51	3.87	22.07
实验值	36.47	2.53	3.86	21.99

实例75

6-(二氟甲基)-5-碘-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将2.61克亚硝酸叔丁酯滴加到含有7 克(0.023摩尔) 实例71产物，4.21克(0.023摩尔) 48% 氟硼酸和60毫升乙腈的0 °C 溶液中。0 °C 搅拌1 小时后，加到快速搅拌的含60克碘化钾的200 毫升水溶液。15分钟后，用200 毫升水稀释反应混合物并用氯仿(3×100 毫升) 提取。用10% 硫代硫酸钠(2×50毫升)，盐水(50 毫升) 洗涤氯仿提取液，并用硫酸钠干燥。在真空中浓缩得橙色油，通过一短硅胶柱过滤。所得的油用球管蒸馏(150°C在1 托) 得1.73克(18%) 产物，为白色固体，熔点41-43 °C。

元素分析:	C	H	N
计算值	32.30	2.22	3.42
实验值	32.51	2.12	3.60

实例76

5-氯-6-(二氟甲基)-4-(1-甲基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含5.44克(0.017摩尔)实例72产物的7毫升乙腈溶液加到2.69克(0.02摩尔)氯化铜, 2.58克(0.025摩尔)亚硝酸叔丁酯和40毫升乙腈的混合物中。室温搅拌1.5小时, 倒入150毫升1摩尔盐酸中并用氯仿(3×50毫升)提取。经常规处理得5.73克棕色油, 用乙酸乙酯/环己烷使油通过一短硅胶柱过滤。所得油用球管蒸馏(140℃在2托)得4.32克(75%)产物, 为无色液体; n_D^{25} 1.457。

元素分析:	C	H	N	Cl
计算值	45.17	3.79	4.05	10.26
实验值	45.31	3.81	4.06	10.28

实例77

5-溴-6-(二氟甲基)-4-(1-甲基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含5.49克(0.17摩尔)实例72产物的7毫升乙腈溶液, 加到4.47克(0.020摩尔)溴化铜, 2.58克(0.025摩尔)亚硝酸叔丁基酯和40毫升乙腈的溶液中。室温搅拌1.5小时, 倒入150毫升1摩尔盐酸中, 用氯仿(3×75毫升)提取。经常规处理得棕色油, 用2%乙酸乙酯/双己烷将油通过一短硅胶柱过滤。所得油用球管蒸馏(140℃在2托)得5.13克(78%)产物, 为无色液体; n_D^{25} 1.473。

元素分析:	C	H	N	Br
计算值	40.02	3.36	3.59	20.48
实验值	40.05	3.38	3.57	20.40

实例78

6-(二氟甲基)-5-碘-4-(1-甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将2.04克(0.02 摩尔)亚硝酸叔丁酯滴加到6 克(0.018摩尔)实例72产物, 3.29克(0.018摩尔)48%氟硼酸和45毫升乙腈的溶液中。在0 °C 搅拌15分钟后, 加到快速搅拌约含60克碘化钾的150 毫升水溶液中。反应混合物搅拌30分钟后, 用水(200毫升)稀释并用氯仿(3×50毫升)提取。用100 毫升10% 硫代硫酸钠, 100 毫升盐水洗涤氯仿提取液, 并通过硫酸钠干燥。在真空中浓缩得红- 橙色油, 用2 % 乙酸乙酯/ 环己烷使油通过一短硅胶柱过滤。所得油用球管蒸馏(160°C在2 托), 得4.3 克(55%) 产物, 为浅黄色油, n_D^{25} 1.498 。

元素分析	C	H	N	I
计算值	35.72	3.00	3.20	29.03
实验值	35.83	3.00	3.15	28.94

实例79

5-氯-6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将10克(0.031摩尔)实例16产物的10毫升乙腈溶液加到4.97克(0.037摩尔)氯化铜, 4.84克(0.047摩尔)亚硝酸叔丁酯和80毫升乙腈的浆状物中。立刻有气体放出。反应混合物室温搅拌90分钟后, 例入250 毫升1 摩尔盐酸中, 并用氯仿提取。经常规处理得10.45 克棕色油。经短硅胶柱过滤(2% 乙酸乙酯/ 环己烷)和球管蒸馏(130°C在2 托)得7.33克(68%) 产物, 为无色液体, n_D^{25} 1.454 。

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	45.17	3.79	4.05	10.26
实验值	45.19	3.81	4.02	10.34

实例80

5-溴-6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将10克(0.031摩尔)例16产物的10毫升乙腈溶液加到8.26克(0.037摩尔)氯化铜, 4.84克(0.047摩尔)亚硝酸叔丁酯和80毫升乙腈的溶液中, 立刻有气体放出。90分钟后将反应混合物倒入250 毫升1 摩尔盐酸中。用氯仿(3×75毫升)提取并按常规处理得11.81 克棕色油。将该物通过短硅柱过滤(2% 乙酸乙酯/ 环己烷), 然后用球管蒸馏(135℃在1.5 托)得8.7 克(72%) 产物, 为无色油; n_D^{25} 1.467。

元素分析	C	H	N	Br
计算值	40.02	3.36	3.59	20.48
实验值	40.14	3.38	3.58	20.58

实例81

6-(二氟甲基)-5-碘-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将3.5 克(0.034摩尔)的亚硝酸叔丁酯滴加到含有10克(0.031摩尔)实例16产物, 5.67克48% 氟硼酸(0.031摩尔)和55毫升乙腈的0℃溶液中。保持在0℃20分钟后, 将反应混合物加到快速搅拌的80克碘化钾在175 毫升水的溶液中。搅拌45分钟, 用200 毫升水稀释, 并用氯仿(3×75毫升)提取。用10% 硫代硫酸钠(2×50毫升), 盐水(100毫升)洗涤氯仿提取液, 通过硫酸钠干燥。经常规处理得12.8克油状棕色固体, 用2% 乙酸乙酯/ 环己烷使该物通过短硅胶柱过滤。球管蒸馏(140℃在1.5 托)得9.32克(69%) 产物, 为白色固体, 熔点45-48℃。

元素分析	C	H	N	I
计算值	35.72	3.00	3.20	29.03
实验值	35.77	3.00	3.17	28.96

实例82

5-氯-4-乙基-6-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酯乙酯。

将5 克(0.018摩尔) 实例18产物在10毫升乙腈的溶液加到2.92克(0.022摩尔) 氯化铜, 2.8 克(0.027摩尔) 亚硝酸叔丁酯和50毫升乙腈的搅拌着的浆状物中。室温搅拌2 小时后, 倒入150 毫升1 摩尔盐酸中, 并用氯仿(3×75毫升) 提取。经常规处理得棕色油, 用球管蒸馏(120℃在1 托) 得4.73克(88%) 产物, 为黄色液体, n_D^{25} 1.470

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	48.74	4.43	4.74	11.99
实验值	48.83	4.20	5.11	12.26

实例83

5-溴-4- 乙基-6- 甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将5 克(0.018摩尔) 实例18产物的10毫升乙腈溶液加到4.85克(0.022摩尔) 溴化铜, 2.80克(0.027摩尔) 亚硝酸叔丁酯和50毫升乙腈搅拌着的溶液中。室温搅拌2 小时后, 用200 毫升1 摩尔盐酸稀释并用氯仿(3×75毫升) 提取。经常规处理得橙色油, 用球管蒸馏(120℃在1 托) 得5.21克(84%) 产物为浅黄色油, n_D^{25} 1.484 。

元素分析	C	H	N	Br
计算值	42.37	3.85	4.12	23.49
实验值	42.43	3.88	4.11	23.41

实例84

4-乙基-5- 碘-6- 甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将1.91克(0.019摩尔) 亚硝酸叔丁酯滴加到含有4.66克(0.017摩尔) 实例18产物, 3.08克48% 氟硼酸和35毫升乙腈的0℃溶液中。在0℃搅拌25分钟后, 加到快速搅拌的含40克碘化钾的120 毫升水溶液中。30分钟后, 加入120 毫升水, 用氯仿(3×70毫升) 提取反应混合物。用10% 硫代硫酸钠(2×50毫升), 盐水(50 毫升) 洗涤氯仿提取液, 通过硫酸钠干燥, 经常规处理得橙色油, 用球管蒸馏(120℃在1 托) 得4.88

克(75%)产物, 为浅黄色油, n_D^{25} 1.504。

元素分析	C	H	N	I
计算值	37.23	3.38	3.62	32.78
实验值	37.35	3.42	3.55	32.50

实例85

5-叠氮基-6-(二氟甲基)-4-乙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将1.46克(0.014摩尔)亚硝酸叔丁酯滴加到含有4克(0.013摩尔)实例2产物, 2.34克(0.013摩尔) 48% 氟硼和30毫升乙腈的0℃溶液中。30分钟后, 滴加1.7克(0.026摩尔)叠氮化钠的9毫升水溶液, 气体剧烈放出。室温搅拌30分钟, 用水(50毫升)稀释, 氟仿(3×25毫升)提取。经常规处理得黄色油。在硅胶上色谱分离(2% 乙酸乙酯/环己烷)得2.44克(55%)产物, 为浅黄色油, n_D^{25} 1.476。

元素分析	C	H	N
计算值	42.61	3.28	16.56
实验值	42.76	3.33	16.49

实例86

6-(二氟甲基)-4-乙基-5{ [(1-甲基乙氧基)亚甲基]氨基} -2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.013摩尔)实例2产物, 10毫升原甲酸三异丙酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液加热到100℃并搅拌4小时。然后温度升到130℃, 并继续搅拌18小时。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得1.58克(32%)产物, 为无色油, n_D^{25} 1.502。

元素分析	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	49.97	4.95	7.67

实例87

6-(二氟甲基)-5-{ [(2-甲基丙氧基)亚甲基]氨基}-4-(2-甲基丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯

将4克(0.012摩尔)实例1产物, 10毫升原甲酸三异丁酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃搅拌18小时, 然后在120℃又搅拌18小时。在真空中浓缩反应混合物。残留物在硅胶柱上用2%乙酸乙酯/环己烷进行色谱分离。处理适宜部分得1.93克(39%)产物, 为浅黄色油, n_D^{25} 1.500。

元素分析	C	H	N
计算值	53.77	5.94	6.60
实验值	54.30	6.00	6.34

实例88

6-(二氟甲基)-4-(2-甲基丙基)-5-{ [(丙氧基亚甲基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4克(0.012摩尔)实例1产物, 10毫升原甲酸三丙酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃搅拌18小时。在真空中浓缩反应混合物, 残留物在硅胶柱上用2%乙酸乙酯/环己烷色谱分离。处理适宜部分得2.71克(56%)产物, 为无色油, n_D^{25} 1.458。

元素分析	C	H	N
计算值	52.68	5.65	6.83
实验值	52.85	5.76	6.43

实例89

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{ [(2,2,2-三氟-1-(二甲氨基)亚乙基)氨基]-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4.5毫升(0.025摩尔)的26%二甲胺水溶液加到快速搅拌的含4.3克(0.010摩尔)实例47产物的5毫升二氧杂环己烷溶液中。产生放

热反应。当反应物冷至室温时，加入50毫升水，用二氯甲烷(3×25毫升)提取产物。经常规处理得一深色油，用球管蒸馏(130℃在1托)得2.31克(54%)产物，为黄色油， n_D^{25} 1.466。

元素分析	C	H	N
计算值	44.15	3.94	9.65
实验值	44.17	3.77	9.37

实例90

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-{〔2,2,2-三氟-1-(甲氨基)亚乙基〕氨基}-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将2毫升40%甲胺水溶液加到含4克(0.0094摩尔)实例47产物和5毫升二氧杂环己烷搅拌的溶液中。30分钟后，加入50毫升水并用二氯甲烷提取产物。经常规处理，接着用球管蒸馏(170℃在1托)得3.07克(78%)产物，为白色固体，熔点95-97℃。

元素分析	C	H	N
计算值	42.77	3.59	9.97
实验值	42.59	3.63	9.98

实例91

5-〔(乙氧基亚甲基)氨基〕-4-乙基-6-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将3.5克(0.013摩尔)实例18产物，10毫升原甲酸三乙酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃搅拌过周末。然后在真空中浓缩反应混合物，残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得3.73克(88%)产物，为无色油， n_D^{25} 1.477。

元素分析	C	H	N
计算值	54.21	5.76	8.43
实验值	54.16	5.80	8.23

实例92

5-[(二甲氨基)亚甲基]氨基]-4-乙基-6-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将3.7克(0.013摩尔)实例18产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛, 和70毫克对甲苯磺酸溶液在100℃搅拌过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(150℃在1托)得3.55克(80%)产物, 为黄色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质为白色固体, 熔点71-73℃。

元素分析	C	H	N
计算值	54.37	6.08	12.68
实验值	54.38	6.13	12.62

实例93

5-叠氮基-6-(二氟甲基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将1.34克亚硝酸叔丁酯滴加到含有4克(0.012摩尔)实例1产物, 2.16克(0.012摩尔)(48%)氟硼酸和40毫升乙腈的0℃溶液中。0℃搅拌20分钟后, 慢慢加入2.1克叠氮化钠的11毫升水溶液, 立刻放出气体。10分钟后, 加入50毫升水, 用氯仿提取产物。经常规处理得黄色油, 在硅胶柱上用2%乙酸乙酯/环己烷色谱分离。第一部分处理得2.85克(66%)产物为浅黄色油; n_D^{25} 1.470。

元素分析	C	H	N
计算值	45.91	4.13	15.30
实验值	45.71	4.21	15.37

实例94

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-[(1-[(1-甲乙基)硫基]-2,2,2-三氟亚乙基]氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

在氮气下将0.74克(0.0097 摩尔) 2-丙硫醇加到含有0.40克(0.010 摩尔) 60% 氢化钠的7 毫升无水四氢呋喃浆状物。室温搅拌30分钟后，滴加入4 克(0.0094 摩尔) 实例47产物的5 毫升四氢呋喃溶液。搅拌30 分钟，用25毫升水稀释，并用乙醚(3×15毫升) 提取。经常规处理，接着用球管蒸馏(150℃在1 托) 得2.92克(67%) 产物，为黄色液体；

n_D^{25} 1.466。

元素分析	C	H	N	S
计算值	43.78	3.89	6.01	6.87
实验值	44.09	3.90	5.90	6.89

实例95

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-(甲氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将20毫升甲酸在0℃加到40毫升醋酐中。温热至室温后，加热至50℃15分钟。立刻将烧瓶再冷至0℃，加入5克(0.016摩尔) 实例2 产物。室温搅拌18小时，然后在真空中浓缩得黄色油。将油溶于1.5 毫升无水四氢呋喃中，并在0℃及干燥氮气中搅拌。在该溶液中滴加入20毫升(0.04 摩尔) 2.0摩尔甲硼烷-二甲硫醚复合物的四氢呋喃溶液。加完后，反应混合物在70℃搅拌3.5 小时。反应混合液冷至0℃，慢慢加入10毫升甲醇。起泡沫停止后，混合物温热至室温并搅拌1 小时。加入7 毫升浓盐酸，混合物回流1 小时。在真空中反应浓缩混合物得黄色固体，该固体和乙酸乙酯搅成的浆状物，并和25毫升10% 氢氧化钠溶液一起搅拌。分出有机层经常规处理得黄色油。在硅胶上用5% 乙酸乙酯/ 环己烷色谱分离得2.77克产物，为黄色油，能逐渐固化，熔点38-40℃。

元素分析	C	H	N
计算值	47.86	4.63	8.59
实验值	47.88	4.63	8.56

实例96

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-((2,2,2-三氟乙基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

氮气中，将16毫升2.0 摩尔甲硼烷- 二甲醇醚复合物的四氢呋喃溶液在0℃滴加到含5.16克(0.0128 摩尔) 实例25产物的12毫升无水四氢呋喃中。反应混合物在70℃加热3 小时。然后将混合物冷却至0℃，并小心加入10毫升甲醇。在停止起泡沫后加入10毫升浓盐酸，混合物回流1 小时。在真空中浓缩反应混合物，残留物和50毫升乙酸乙酯搅成浆状物并和25毫升10% 氢氧化钠搅拌。处理乙酸乙酯溶液得黄色油，在硅胶上用5 % 乙酸乙酯 / 环己烷色谱分离。合适部分处理得2.15克(43%) 产物，为无色油； n_D^{25} 1.439。

元素分析	C	H	N
计算值	42.65	3.58	7.11
实验值	42.93	3.58	7.13

实例97

5-叠氮基-6-(二氟甲基)-4-甲基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将1.44克(0.014摩尔) 亚硝酸叔丁基酯滴加到含4.0 克(0.0134 摩尔) 实例71产物，2.45克(0.0134 摩尔) 48%氟硼酸和45毫升乙腈在0℃搅拌的溶液中。0℃搅拌20分钟后，滴加入2.1 克叠氮化钠的11毫升水溶液，立刻有气体放出。再搅拌10分钟后，用水稀释反应混合物并用氯仿提取。经常规处理得黄色油，在硅胶上用2 % 乙酸乙酯 / 环己烷色谱分离。合适部分处理得2.27克(52%) 产物，为黄色油； n_D^{25} 1.474。

元素分析	C	H	N
计算值	40.75	2.80	17.28
实验值	40.96	2.71	17.03

实例98

6-(二氟甲基)-5-〔(甲氧基亚甲基)氨基〕-4-(1-甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将5.0克(0.015摩尔)实例72的产物, 10毫升原甲酸三甲酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液加热至100℃并搅拌2小时。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(140℃在1托)得5.05(90%)产物, 为无色油, 慢慢结晶, 熔点57-59℃

元素分析	C	H	N
计算值	48.92	4.65	7.61
实验值	48.91	4.66	7.59

实例99

6-(二氟甲基)-5-〔(乙氧基亚甲基)氨基〕-4-(1-甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将5.0克(0.015摩尔)实例72产物, 10毫升原甲酸三乙酯和70毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃加热过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(145℃在1托)得5.07克(88%)产物, 为无色油,

n_D^{25} 1.464。

元素分析	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.26	5.05	7.30

实例100

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-〔(二甲氨基)亚甲基)氨基〕-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含有4.0克(0.0128摩尔)实例2产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛和70毫克对甲苯磺酸的溶液回流过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(145℃在1托)得3.9克(83%)产物, 为黄色固

体, 熔点50-52 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	49.05	4.94	11.44
实验值	49.02	4.93	11.33

实例101

6-(二氟甲基)-5-{ [(二甲氨基)亚甲基]氨基}-4-(1-甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含有4.25克(0.013摩尔)实例72产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛和70毫克对甲苯磺酸的溶液在100 °C加热过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物在硅胶上用5 % 乙酸乙酯/ 环己烷色谱分离。合适部分处理得4.17克(84%) 产物, 为黄色油; n_D^{25} 1.487。

元素分析	C	H	N
计算值	50.39	5.29	11.02
实验值	50.33	5.22	11.28

实例102

5-叠氮基-6-(二氟甲基)-4-(1-甲乙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将1.40克(0.013摩尔)亚硝酸叔丁基酯滴加到含有4.0 克(0.012摩尔)实例72产物, 2.25克(0.012摩尔)48%氟硼酸和40毫升乙腈的0 °C溶液中。在0 °C搅拌20分钟后, 慢慢加入2.1 克叠氮化钠的11毫升水溶液, 有气体激烈放出。搅拌10分钟后, 加入100 毫升水, 用氯仿(3×50毫升)提取产物。经常规处理得橙色油, 在硅胶上用2%乙酸乙酯/ 环己烷色谱分离。合适部分处理得2.41克(56%) 产物, 为浅黄色油; n_D^{25} 1.472。

元素分析	C	H	N
计算值	44.33	3.72	15.91
实验值	44.11	3.72	15.91

实例103

6-(二氟甲基)-4-乙基-5-(亚硫酰氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4.0克实例2产物和1.5毫升亚硫酰氯的溶液搅拌回流过夜。过量的亚硫酰氯在真空中除去，残留物用球管蒸馏(145℃在1托)得4.21克(92%)产物，为亮黄色油， n_D^{25} 1.477。

元素分析	C	H	N	S
计算值	40.23	3.09	7.82	8.95
实验值	40.30	3.11	7.80	8.87

实例104

6-(二氟甲基)-5-异氰酸根合-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将发表于1985.2.27的欧洲专利申请号133,612中实例47产物(5.0克，0.0134摩尔)加到1.66克(0.0144摩尔)叠氨基三甲基硅烷和10毫升四氯化碳中，回流搅拌到气体停止放出(～45分钟)。在真空中浓缩反应混合物，残留物用球管蒸馏(130℃在1托)得2.65克(50%)产物，为浅黄色油， n_D^{25} 1.459。

元素分析	C	H	N
计算值	47.74	3.72	7.95
实验值	47.74	3.89	7.80

实例105

6-(二氟甲基)-4-丙基-5-((2,2,2-三氟-1-甲氧基亚乙基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含4.0克(0.0091摩尔)实例108产物的5毫升甲醇溶液加到2.16克(0.01摩尔)25%甲醇钠甲醇在5毫升甲醇的溶液中，立刻生成白色沉淀。搅拌反应混合物1小时，例入水(50毫升)中，用乙醚(3×

15毫升) 提取。经常规处理得无色油, 经球管蒸馏(130℃ 1.5 托) 得 3.27克(82%) 产物, 为无色油; n_D^{25} 1.438。

元素分析	C	H	N
计算值	44.05	3.70	6.42
实验值	44.13	3.69	6.44

实例106

6-(二氟甲基)-5-{ [(二甲氨基)亚甲基]氨基}-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含有4.0克(0.012摩尔)实例16的产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛和70毫克的对甲苯磺酸的溶液回流搅拌过夜。然后在真空中浓缩反应混合, 残留物用球管蒸馏(165℃在1.5 托) 得4.10克(87%) 产物, 为黄色油; n_D^{25} 1.486。

元素分析	C	H	N
计算值	50.39	5.29	11.02
实验值	50.50	5.29	10.99

实例107

6-(二氟甲基)-5-{ [(三氟乙酰基)氨基]-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将35.0克(0.107摩尔)实例16的产物, 100 毫升二氯甲烷和30克(0.14 摩尔)的三氟醋酸酐的溶液室温搅拌过夜。在真空中浓缩得45.7克(~100%) 产物, 为白色固体。用乙酸乙酯/ 环己烷重结晶得分析纯物质, 熔点95-97 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	42.67	3.34	6.63
实验值	42.80	3.20	6.74

实例108

5-〔(1-氯-2,2,2-三氟亚乙基)氨基)-6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含39.58克(0.0937摩尔)实例107产物和19.51克(0.0937摩尔)的五氯化磷的混合物在135℃加热3小时。在真空中浓缩反应混合物,残留物用球管蒸馏(130℃在1托)得40.07克(97%)产物,为无色油; n_D^{25} 1.434。

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	40.88	2.97	6.36	8.04
实验值	40.53	2.73	6.26	8.08

实例109

5-{〔(1-(二乙氧基氧磷基)-2,2,2-三氟亚乙基)氨基)-6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含有6.0克(0.0136摩尔)实例108的产物和2.26克(0.0136摩尔)三乙磷的溶液在160℃搅拌30分钟后。反应混合物冷却至室温得7.35克(~定量)产物,为黄色油; n_D^{25} 1.437。

元素分析	C	H	N
计算值	42.08	4.27	5.17
实验值	41.68	4.29	5.14

实例110

6-(二氟甲基)-4-丙基-5-〔(2,2,2-三氟-1-乙氧基亚乙基)氨基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将含4.0克(0.0091摩尔)实例108产物的5毫升乙醇溶液加到3.24克(0.010摩尔)21%乙醇钠乙醇和5毫升乙醇的溶液中。在室温搅拌15分钟此时有白色沉淀形成。将反应混合物倒入水(50毫升)中,用乙醚提取。经常规处理得黄色油,用球管蒸馏(150℃在1.5托)得3.87克(84%)产物,为无色油; n_D^{25} 1.438。

元素分析	C	H	N
计算值	45.34	4.03	6.22
实验值	45.44	4.00	6.26

实例111

6-(二氟甲基)-4-丙基-2-(三氟甲基)-5-[5-(三氟甲基)-1H-四唑-1-基]-3-吡啶羧酸乙酯。

将0.65 克(0.01 摩尔)叠氮化钠加到含有4.0 克(0.0091 摩尔)实例108 产物的20毫升四氢呋喃溶液中,再加4 毫升水。在室温搅拌反应混合物30分钟后,用水(50 毫升)稀释,用氯仿(3×25毫升)提取。经常规处理得3.87克(86%)产物,为白色固体。用乙酸乙酯/环己烷重结晶得分析纯物质,熔点66-68 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	40.28	2.93	15.66
实验值	40.07	2.87	15.77

实例112

6-(二氟甲基)-5-{(1-(二甲氨基)-2,2,2-三氟亚乙基)氨基}-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4.5 毫升26%二甲胺水溶液加到4.0 克(0.0091 摩尔)实例108 产物和10毫升二氧杂环己烷溶中。溶液立即呈温热。搅拌30分钟,然后用水(50 毫升)稀释;用氯仿(3×25毫升)提取。用常规处理得橙色油,经球管蒸馏(165°C 在1 托)得3.77克(84%)产物,为无色油;
 n_D^{25} 1.464。

元素分析	C	H	N
计算值	45.44	4.26	9.35
实验值	45.42	4.18	9.19

实例113

6-(二氟甲基)-5-{〔2,2,2-三氟-1-(甲氨基)亚乙基〕氨基}-4-丙基-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将2毫升40%甲基胺水溶液加到搅拌着的含4.0克(0.0091摩尔)实例108产物和10毫升二氧杂环己烷溶液中。反应混合物变温热。搅拌30分钟,然后用水(50毫升)稀释,用氯仿(3×25毫升)提取。经常规处理得黄色油,用球管蒸馏(165℃在1托)得3.53克(89%)产物为无色稠油, n_D^{25} 1.461。

元素分析	C	H	N
计算值	44.15	3.94	9.65
实验值	44.25	3.77	9.38

实例114

2-(二氟甲基)-5-〔(乙氧基亚甲基)氨基〕-4-(2-甲丙基)-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4.0克(0.013摩尔)实例209的产物,7.8毫升原甲酸三乙酯和78毫克对甲苯碳酸的溶液加热到100℃并搅拌6小时。在真空中浓缩反应混合物得5.39克(100%)产物,为无色油。在硅胶上色谱分离(1%乙酸乙酯/环己烷)得分析纯物质, n_D^{25} 1.462。

元素分析	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.50	5.09	7.30

实例115

5-氨基-2-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含有35.77克(0.103摩尔)的5-氯羰基-2-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯的20毫升丙酮溶液慢慢加到含14.3克叠氮化钠,25毫升水和75毫升丙酮搅拌的状浆物中。放热反应随以剧烈的气体放出。反应混合物冷却到室温,用水(300毫升)稀释,用氯仿(3×

100 毫升) 提取。经常规处理得26.61 克(82%) 产物, 为浅黄色固体。用环己烷研磨得分析纯物质, 熔点54-56 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	44.30	3.72	9.39
实验值	44.37	3.72	9.37

实例116

2-(二氟甲基)-4-乙基-5-〔(甲氧基亚甲基)氨基]-6-三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4.0 克(0.013摩尔) 实例115 产物, 7.4 毫升的原甲酸三甲酯和74毫克的对甲苯磺酸的溶液回流过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(150 °-165°C在1 托)。得4.24克(98%) 产物, 为白色固体, 熔点67-69 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	45.89	3.85	8.23
实验值	45.92	3.85	8.21

实例117

2-(二氟甲基)-5-〔(乙氧基亚甲基)氨基]-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4.0 克(0.013摩尔) 实例115 产物, 7.8 毫升原甲酸三乙酯和78毫克对甲苯磺酸的溶液回流过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(150-165°C在1 托) 得4.3 克(0.012摩尔) 产物, 为白色固体。用环己烷研磨得分析纯物质, 熔点68-69 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	47.46	4.27	7.91
实验值	47.37	4.30	7.90

实例118

2-(二氟甲基)-5-[(甲氧基亚甲基)氨基]-4-(2-甲丙基)-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将3.5克(0.011摩尔)实例209产物, 6.7毫升原甲酸三甲酯和67毫克对甲苯磺酸的溶液回流2小时。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(150-160℃在1托)得3.67克(93%)产物, 为无色油,

n_D^{25} 1.466。

元素分析	C	H	N
计算值	48.92	4.65	7.61
实验值	48.98	4.66	7.61

实例119

5-溴-2-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含4.0克(0.013摩尔)实例115产物的7毫升乙腈溶液加到含3.41克(0.015摩尔)溴化铜(Ⅱ)和1.96克(0.019摩尔)亚硝酸叔丁基在36毫升乙腈搅拌的溶液中。反应物在室温搅拌1小时后, 倒入180毫升的20%盐酸水溶液中, 用乙醚(3×50毫升)提取。经常规处理后, 用球管蒸馏(130-145℃在1托)得3.63克(79%)产物, 为无色油。少量产物在硅胶上(2%乙酸乙酯/环己烷)色谱分离得分析纯白色固体, 熔点49-51℃

元素分析	C	H	N	Br
计算值	36.49	2.51	3.87	22.07
实验值	37.14	2.59	3.92	22.39

实例120

5-氯-2-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将4.0克(0.013摩尔)实例115产物在7毫升乙腈的溶液加到含有2.05克(0.015摩尔)氯化铜(Ⅱ)和1.96克(0.019摩尔)亚硝酸叔丁基

酯的36毫升乙腈搅拌的溶液中。反应物在室温搅拌1 小时。反应混合物倒入180 毫升20 % 盐酸水溶液中，用乙醚(3×50毫升) 提取。经常规处理后用球管蒸馏(130-145℃) 得3.28克(81%) 产物，为无色油。少量产物在硅胶上(2% 乙酸乙酯 / 环己烷) 色谱分离得分析纯物质， n_D^{25} 1.454。

元素分析	C	H	N	Cl
计算值	41.59	2.86	4.41	11.16
实验值	41.72	2.88	4.47	11.20

实例121

2-(二氟甲基)-4-乙基-5- 碘-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将1.44克(0.014摩尔) 亚硝酸叔丁基酯慢慢加到置于冰浴中含3.98克(0.013摩尔) 实例115 产物，2.32克(0.013摩尔) 48 % 氟硼酸和33毫升乙腈搅拌着的溶液中。溶液在0 °C 搅拌30分钟后，加到含33.17 克(0.20 摩尔) 碘化钾的120 毫升水快速搅拌的溶液中。30分钟后，用120 毫升水稀释反应混合物并用氯仿(3×75毫升) 提取。用10 % 硫代硫酸钠溶液(2×75毫升) 洗涤氯仿溶液。经常规处理后用球管蒸馏(140-165℃在1 托) 得3.75克(72%) 产物，为灰白色固体，熔点63-65 °C。少量产物在硅胶上(2% 乙酸乙酯 / 环己烷) 色谱分离得分析纯白色固体，熔点72-73 °C。

元素分析	C	H	N	I
计算值	32.30	2.22	3.42	31.02
实验值	32.12	2.23	3.37	30.98

实例122

5-溴-2-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含19.71 克(0.060摩尔) 实例209 产物的34毫升乙腈溶液加到含有16.22 克(0.072摩尔) 溴化铜(II) 和9.32克(0.091摩尔) 亚硝酸叔

丁基酯在170 毫升乙腈搅拌着的溶液中。反应物在室温搅拌1 小时。反应混合物倒入856 毫升20 % 盐酸中，然后用乙醚提取。经常规处理得20.22 克(86%) 产物，为浅黄色油。在硅胶上(1 % 乙酸乙酯 / 环己烷) 色谱分离得12.24 克(52%) 产物，为无色油， n_D^{25} 1.472

元素分析	C	H	N	Br
计算值	40.02	3.36	3.59	20.48
实验值	40.15	3.37	3.58	20.42

实例123

5-氨基-6-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将62.53 克(0.168摩尔) 的5-氯羰基-6-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯的21毫升丙酮溶液慢慢加到含26.9 克(0.414摩尔) 叠氮化钠，47毫升水和158 毫升丙酮搅拌的浆状物中。放热反应随以气体激烈放出。反应物冷至室温，用565 毫升水稀释并用氯仿(3×100 毫升) 提取。经常规处理得52.9克(97%) 产物，为浅黄色固体。在硅胶上(用20% 乙酸乙酯 / 环己烷洗脱产物) 色谱分离得37.25 克(68%) 分析纯物质，熔点104-106 °C。

元素分析	C	H	N
计算值	47.86	4.63	8.59
实验值	47.78	4.68	8.56

实例124

6-(二氟甲基)-5-〔(甲氧基亚甲基) 氨基〕-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含3.25克(0.01 摩尔) 实例123 产物，6.0 毫升原甲酸三甲酯，和60毫克对甲苯磺酸的溶液在100 °C 搅拌28小时。在真空中浓缩反应混合物并经球管蒸馏(145-155°C 在1 托) 得3.39克(92%) 产物，为无色油。

产物在硅胶上 (2% 乙酸乙酯 / 环己烷) 色谱分离得分析纯物质,

n_D^{25} 1.466.

元素分析	C	H	N
计算值	48.92	4.65	7.61
实验值	48.84	4.69	7.61

实例125

6-(二氟甲基)-5-[(乙氧基亚甲基)氨基]-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含3.25克(0.010摩尔)实例123产物, 6.2毫升原甲酸三乙酯和62毫克对甲苯磺酸的溶液在100℃搅拌8小时。再加入62毫克对甲苯磺酸, 在20小时后反应完全。在真空中浓缩反应混合物并经球管蒸馏(135-145℃在1托)得3.8克(99%)产物, 为无色油, n_D^{25} 1.4655。

元素分析	C	H	N
计算值	50.26	5.01	7.33
实验值	50.32	5.02	7.23

实例126

2-(二氟甲基)-5-{[(二甲氨基)亚甲基]氨基}-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含4.0克(0.013摩尔)实例115产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛, 和70毫克对甲苯磺酸的溶液搅拌回流过夜。在真空中浓缩反应混合物并经球管蒸馏(170-185℃在1托)得3.98克(89%)产物, 为黄色固体, 熔点89-91℃。

元素分析	C	H	N
计算值	47.60	4.56	11.89
实验值	47.63	4.59	11.88

实例127

6-(二氟甲基)-5-{ [(二甲基氨基)亚甲基]氨基}-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将含4.0克(0.012摩尔)实例123产物, 10毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛, 和70毫克对甲苯磺酸的溶液搅拌回流过夜。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(170-185℃在1托)得4.11克(88%)产物, 为黄色液体, 能逐渐固化, 熔点59-60℃。

元素分析	C	H	N
计算值	50.39	5.29	11.02
实验值	50.41	5.28	10.98

实例128

6-(二氟甲基)-5-{ [(二甲氨基)亚甲基]氨基}-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将4.0克实例1的产物, 9毫升二甲基甲酰胺二甲基缩醛和91毫克对-甲苯磺酸的溶液搅拌回流3小时。在真空中浓缩反应混合物, 残留物用球管蒸馏(185-200℃在1托)得棕色油。在硅胶上进行色谱分离(7%乙酸乙酯/环己烷)得3.29克(71%)产物, 为无色油; n_D^{25} 1.486。

元素分析	C	H	N
计算值	51.64	5.61	10.63
实验值	51.73	5.62	10.61

实例129

5-叠氮基-2-(二氟甲基)-4-乙基-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将1.75克(0.017摩尔)亚硝酸叔-丁酯滴加到5.0克(0.016摩尔)实例115的产物、2.9克(0.016摩尔)48%氟硼酸和52毫升乙腈的0℃溶液中。反应混合物在0℃搅拌20分钟, 然后加入2.72克(0.042摩尔)叠氮化钠在14毫升水的溶液。随着有剧烈的气体放出。反应物室温搅拌

10分钟，然后用100 毫升水稀释并用氯仿(3×25毫升) 提取，经常规处理得5.07克(98%) 产物，为橙色油。在硅胶上进行色谱分离(2% 乙酸乙酯/ 环己烷) 得2.61克(50%) 产物为无色油， n_D^{25} 1.570 。

分素分析	C	H	N
计算值	40.75	2.80	17.28
实验值	40.82	2.77	17.10

实例130

5-〔(1-氯-2,2,2- 三氟亚乙基) 氨基〕-6-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将37.65 克(0.086摩尔) 实例7 产物和17.97 克(1当量) PCl_5 的混合物放于装有回流冷凝管和干燥管的烧瓶内在130 °C 搅拌过夜。在真空中浓缩反应混合物，然后在90°C 球管蒸馏除去低沸点杂质最后在130 °C 得到35.78 克(0.078摩尔) 产物，为黄色油能逐渐固化。产率91% 。熔点33.0-34.0 °C

分素分析	C	H	N	Cl
计算值	42.26	3.32	6.16	7.80
实验值	42.69	3.39	6.22	7.86

实例131

6-(二氟甲基)-4-(2- 甲丙基)-5-〔(2,2,2- 三氟-1- 甲氧基亚乙基) 氨基〕-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将 4.0克(0.009摩尔) 实例130 的产物在 4.7毫升甲醇中的溶液加到2.09克(0.010摩尔) 25% 甲醇钠/ 甲醇和 5毫升甲醇的室温溶液中。立即形成黄色沉淀，反应混合物在室温搅拌 1小时，然后用25毫升水稀释并用醚(3×20毫升) 提取，常规处理后用球管蒸馏(135°C 在 1托) 得 2.57克(65%) 产物，为无色油。在硅胶上进行色谱分离(0.5% 乙酸乙酯/ 环己烷) 得1.89克(48%) 纯产物，为无色油， n_D^{25} 1.438。

元素分析:	C	H	N
计算值:	15.34	4.03	6.22
实验值:	15.32	3.91	6.25

实例132

6-(二氟甲基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-5-((2,2,2-三氟-1-乙氧基亚乙基)氨基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将 4.0克(0.009毫摩尔)实例130的产物在 5毫升乙醇中的溶液加到3.24克(0.010摩尔) 21%乙醇钠/乙醇和 5毫升乙醇的溶液中。反应在室温搅拌15分钟。反应混合物用 100毫升水稀释并用乙醚(3×25毫升)提取经常规处理,用球管蒸馏(135-145℃在 1托)得2.87克(70%)产物,为无色油,在硅胶上进行色谱分离(1%乙酸乙酯/环己烷)得1.89克(46%)产物,为无色油; n_D^{25} 1.439。

元素分析:	C	H	N
计算值:	46.56	4.34	6.03
实验值:	46.64	4.34	6.14

实例133

5-{ [1-(二甲氨基)-2,2,2-三氟亚乙基]氨基} -6-(二氟甲基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将 4.5毫升(0.026摩尔) 26%二甲胺水溶液加到 4.0克(0.009摩尔)实例130的产物和10毫升二氧杂环己烷的室温溶液中。溶液变温热,搅拌30分钟。反应混合物用 250毫升水稀释并用氯仿(3×30毫升)提取。经常规处理得棕色油用球管蒸馏(165℃在 1托)得2.06克(50%)产物,为黄色油; n_D^{25} 1.467。

元素分析:	C	H	N
计算值:	46.66	4.57	9.07
实验值:	46.44	4.56	9.01

实例134

6-(二氟甲基)-5-{ [1-(甲氨基)-2,2,2-三氟亚乙基] 氨基}-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸乙酯。

将 2 毫升(0.026 摩尔) 40% 甲胺水溶液加到 4.0 克(0.009 摩尔) 实例130 的产物在 10 毫升二氧杂环己烷的室温溶液中。反应物显变温, 搅拌 30 分钟。反应混合物用 250 毫升水稀释并用氯仿(3×30 毫升) 提取。标准常规处理得黄色油用球管蒸馏(175℃ 在 1 托) 得产物, 为稠的黄色油; n_D^{25} 1.454。

元素分析:	C	H	N
计算值:	45.44	4.26	9.35
实验值:	45.54	4.27	9.18

实例135

2,6-双-(三氟甲基)-5-溴-4-羟基-3-吡啶羧酸乙酯。其前体 2,6-双(三氟甲基)-4-羟基-3-吡啶羧酸乙酯制备如下:

将 91.0 克(126 毫升, 0.899 摩尔) 二异丙基胺和 500 毫升干燥四氢呋喃装入由火焰干燥的装有氮气入口管、低温温度计、500 毫升加料漏斗和机械搅拌的 3 立升四颈烧瓶中。得到的溶液用丙酮-干冰浴冷却至 -78℃。慢慢加入 383 毫升(0.880 摩尔) 浓度为 2.3 摩尔的正-丁基锂乙烷溶液, 滴加速率需使反应温度保持在 -60℃ 下。在 -78℃ 搅拌 1 小时后, 加入 90.0 克(0.400 摩尔) 2-乙酰基-3-氨基-4,4,4-三氟-2-丁烯酸乙酯在 150 毫升干燥四氢呋喃的溶液, 滴加速率需使反应温度保持在 -60℃ 下, 反应混合物转变为黄色并形成固体悬浮液。在 -78℃ 搅拌 1 小时后, 反应混合物用 184.7 克(155 毫升, 1.3 摩尔) 三氟乙酸乙酯处理, 速率需使反应温度保持在 -60℃ 下。该反应混合物在 -78℃ 保留 1 小时, 然后温热至室温(黄色悬浮液消失形成棕色溶液) 并搅拌 18 小时, 生成的溶液倒入 1.5 升 10% HCl(水液) 中并用二氯甲烷提取三次。合并的二

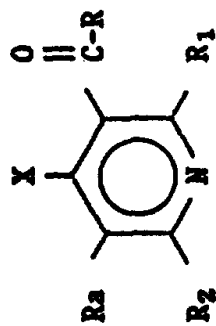
氯甲烷层经干燥(MgSO_4)并真空减压浓缩得稠棕色油。残留物在47帕用球管蒸馏。弃去前馏液(罐温 50°C)。后面部份(罐温 80°C)得80.0克(66%)吡啶中间体;熔点 $70-77^\circ\text{C}$ 。

将5毫升溴加到5.0克(0.165摩尔)上面制备的化合物在50毫升10% NaOH 的溶液中,立即产生放热反应。搅拌反应混合物5分钟并倒入20毫升浓 HCl 和50毫升水的混合物中。将亚硫酸钠加到上面的混合物中直至红的溴色消褪。用乙醚提取白色油状沉淀,乙醚液干燥并浓缩,残留物用球管蒸馏在0.8毫米(罐温 95°C)得5.7克油,在低温用石油醚重结晶得3.5克(55.9%)产物,熔点 $30-32^\circ\text{C}$,放置转变成液体, n_D^{25} 1.4646。

元素分析:	C	H	N	Br
计算值:	31.44	1.58	3.67	20.92
实验值:	31.30	1.59	3.64	20.86

用类似于上面实例1至136中详细陈述的制备方法制备了另外的化合物。这些另外的化合物连同所得的物理性质一起列下下面表1中。

表1



实例	R ₁	R ₂	R	R _a	X	MP(°C)	$\frac{n_D^{25}}{D}$
136	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	-N=CH-S-CH ₃	环丁基	59.8- 64.8	
137	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	Br	异丁基		1.473
138	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	-N=CH-S-CH ₂ CH ₃	环丁基		
139	CF ₃	CF ₃	OCH ₂ CH ₃	NH ₂	甲氧基	70.0- 71.0	
140	CF ₃	CF ₃	OCH ₂ CH ₃	Br	甲氧基		1.449
141	CF ₃	CF ₃	OCH ₂ CH ₃	I	甲氧基	39.0- 40.0	
142	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{SCH}_3 \end{array}$	异丁基		1.518
143	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CH-OCH ₂ CH ₃	环丙基甲基		1.480
144	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{N}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	异丁基	96.0- 97.0	
145	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	Br	环丁基	50.0- 54.0	

表1(续)

实例	R ₁	R ₂	R	R ₃	X	MP(°C)	n_D^{25}
146	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	$\text{N}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{OCH}_3 \end{array}$	环丁基	83.0-83.7	
147	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	Br	异丁基		1.471
148	CF ₃	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	NH ₂	异丁基	94.0-96.0	
149	CF ₃	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	N=CHOCH ₃	异丁基		1.477
150	CF ₃	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	Br	异丁基		1.483
151	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	$\text{N}=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CF}_3$	丙基	82.0-84.0	
152	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	$\text{N}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{N}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	环丁基		
153	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	N=S=O	丙基		1.476
154	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	$\text{N}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{OCH}_3 \end{array}$	异丁基		1.493
155	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	$\text{N}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{P}=\text{O} \\ \text{OCH}_2\text{CH}_3 \\ \text{OCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	异丁基		1.442

实例	R ₁	R ₂	R	R _a	X	MP(°C)	n _D ²⁵
156	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	N=CH-N(CH ₃) ₂	异丁基	54.0-57.0	
157	CF ₃	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	N=CH-N(CH ₃) ₂	异丁基		1.497
158	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	NHCH ₃	异丁基		1.473
159	CF ₃	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	NO ₂	异丁基		1.465
160	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	NO ₂	乙基		1.451
161	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{NHCH}_3 \end{array}$	异丁基		1.502
162	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=C=O	异丁基		1.466
163	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=S=O	异丁基		1.479
164	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{N}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	丙基	64.0-66.0	
165	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	N=S=O	异丁基		1.482
166	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{NH}-\text{CCH}_3 \end{array}$	异丁基	168.0-171.0	
167	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	$\begin{array}{c} \text{F} \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{CF} \end{array}$	异丁基		1.418

表1(续)

实例	R ₁	R ₂	R	R _a	X	MP(°C)	n _D ²⁵
168	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	NH ₂	异丁基	108.0-110.0	
169	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{NHCH} \end{array}$	异丁基	90.0- 92.0	
170	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CHN(CH ₃) ₂	异丁基	70.0- 71.0	
171	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CHOCH ₃	异丁基		1.494
172	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CHOCH ₂ CH ₃	异丁基		1.492
173	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	N=CHSCH ₃	异丁基		1.4925
174	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{NHCH} \end{array}$	异丁基	118.0-120.0	
175	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CH ₃	N=S=O	异丁基		1.477
176	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	Br	异丁基	37.0- 38.0	
177				$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{N(CH)}_2 \end{array}$ (60%)			

表1(续)

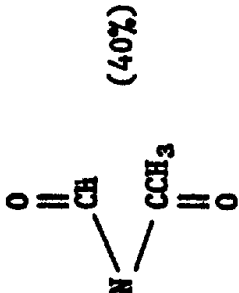
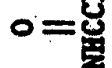
实例	R ₁	R ₂	R	R ₃	X	MP(°C)	n_D^{25}
177(续)	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₂ CF ₃	 (40%)	异丁基		
178	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CHSCH ₃	异丁基		1.493
179	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N(CHO) ₂	异丁基		1.457
180	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CHSCH ₂ CH ₃	异丁基		1.493
181	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	 NHCCF ₃	异丁基	182.0-184.0	
182	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	 p-CF ₃	异丁基		1.488
183	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	 p-CF ₃	异丁基		1.494
184	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	 p-CF ₃	异丁基	112.0-114.0	

表1(续)

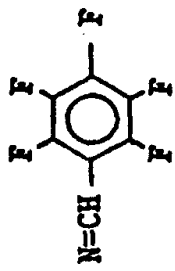
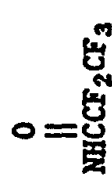
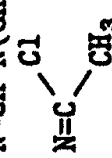
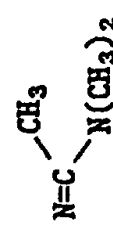
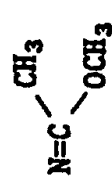
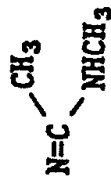
实例	R ₁	R ₂	R	R _a	X	MP(°C)	n _D ²⁵
185	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.483
186	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃		异丁基	160.0-161.0	
187	CF ₂ H	CF ₃	SCH ₃	Br	异丁基		1.507
188	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₂ CH ₃	N=CH-N(CH ₃) ₂	异丁基		1.511
189	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.470
190	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.4845
191	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.462
192	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.477
193	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CFCH ₃	异丁基	158.0-160.0	

表1(续)

实例	R ₁	R ₂	R	R _a $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{N}=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{SCH}_3 \end{array}$	X	MP(°C)	n_D^{25}
194	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃		异丁基		1.492
195	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{NHCOCH}_3 \end{array}$	异丁基	118.0-119.0	
196	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CHSCH ₃	异丁基		1.523
197	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	NHCOCH ₃	异丁基	140.0-142.0	
198	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	NH ₂	环丙基甲基	90.0- 92.0	
199	CF ₃	CF ₂ H	SCH ₃	N=CHN(CH ₃) ₂	环丙基甲基	109.0-112.0	
200	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CHOCH ₃	环丁基	64.0- 66.0	
201	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CHOCH ₂ CH ₃	环丁基	48.0- 52.0	
202	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	N=CHN(CH ₃) ₂	环丁基	86.6- 88.4	
203	CF ₃	CF ₂ H	OCH ₃	NH ₂	环丁基	88.8- 90.5	
204	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	NH ₂	环丁基	89.0- 92.8	
205	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	N=CHOCH ₃	环丁基		
206	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	N=CHOCH ₂ CH ₃	环丁基		
207	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	N=CHN(CH ₃) ₂	环丁基	69.0- 74.0	
208	CF ₂ H	CF ₃	OCH ₃	Br	环丁基		

实例209

5-氨基-2-(二氟甲基)-4-(2-甲丙基)-6-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯。

将65.2克(0.183摩尔) 5-氯羰基-6-(二氟甲基)-4-(2-甲丙基)-2-(三氟甲基)-3-吡啶羧酸甲酯在16毫升丙酮的溶液慢慢加到27.8克叠氮化钠, 50毫升水和 164毫升丙酮的搅拌着的浆状物中。放热反应并随以剧烈的气体放出。反应混合物冷至室温并用水(500毫升)稀释, 氯仿(3× 100毫升)提取。常规处理得 51.93克(94%) 产物为绿色固体。在硅胶上色谱分离(10% 乙酸乙酯/ 环己烷)得分析纯物质, 熔点48-50℃。

元素分析:	C	H	N
计算值:	47.86	4.63	8.59
实验值:	47.81	4.63	8.58

萌发前的除莠剂实例

如前所述, 本发明的许多化合物已被发现作为萌发前和萌发后的除莠剂是有效的。表2 概述了为测定本发明化合物对于一般杂草的萌发前的除莠活性所做试验的结果。

萌发前的试验进行如下:

将表土放于铝盆中并从盆顶压实到0.95至1.27厘米深。在土壤顶端放上预先决定数量的各种植物品种的种子或无性繁殖体。将用于下种后或加入无性繁殖体后填平盆面所需的土壤放在一个盆内稀释出分量。已知量的所应用的活性成份在溶剂丙酮中与此土壤充分混和, 该除莠剂/ 土壤混合物用作已准备好的盆的复盖层。在下面表2 中活性成份的量等于11.2公斤/ 公顷的比率。处理后, 将该盆移至温室长凳上按需要从下面灌水以供发芽与生长足够的湿度。

在播种与处理后约10- 14天(通常11天), 观察并记录结果。在某

些情况下，在播种与处理后约24- 28天要做的第二次观察，这些观察在下列表中紧接在例子序号后用星号(*) 指出。

下面表2 概述了本发明化合物在杂草中萌发前的除莠活性试验的结果。

除莠剂的评分是根据各植物品种的抑制百分率确定的等级得到的，表中符号规定如下：

<u>% 抑制</u>	<u>评分</u>
0- 24	0
25- 49	1
50- 74	2
75- 100	3
没有栽种的	-
栽种的品种，无数据	N

杂草- 植物除莠剂活性

这些植物品种通常视作杂草用在一组试验中，其数据在表2 中列出，并各按下列说明以字母在每栏上端标明：

- A- 加拿大蓟*(Canada thistle)
- B- 苍耳(Cocklebur)
- C- 绒毛叶(Velvetleaf)
- D- 牵牛花(Morningglory)
- E- 普通藜(Common Lambsquarters)
- F- 宾夕法尼亚蓼车(Pennsylvania Smartweed)
- G- 黄色坚果蕨衣草*(Yellow Nutsedge*)
- H- 鹅观草*(Quickgrass*)
- I- 阿拉伯高粱*(Johnsongrass*)
- J- 茸毛雀麦(Downy Brome)

K- 稗 (Barneyardgrass)

*** 长自无性繁殖体**

(注：表2 中Kg/ha:公斤/ 公顷)

表 2

实例号	对于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	11.2	0	0	1	2	3	3	0	3	0	3	3
2	11.2	0	0	3	3	3	3	0	2	-	3	3
3	11.2	0	0	1	2	3	2	0	3	3	1	3
4	11.2	0	0	0	0	1	3	0	0	3	0	1
5	11.2	3	2	3	3	3	3	2	2	3	3	3
6	11.2	0	0	3	1	3	3	0	0	3	3	3
7	11.2	3	0	2	3	3	2	0	0	3	2	2
8	11.2	0	0	0	0	0	1	0	3	3	3	3
9	11.2	3	0	2	3	3	3	0	1	N	3	3
10	11.2	3	N	1	3	3	2	1	3	3	3	3
11	11.2	0	1	1	3	2	2	0	3	3	3	3
12	11.2	3	1	1	3	3	3	0	3	-	3	3
13	11.2	3	1	2	3	3	3	0	3	3	3	3
14	11.2	3	0	2	3	3	3	3	3	-	3	3
15	11.2	1	1	3	3	3	3	2	3	3	3	3
16	11.2	3	0	3	3	3	3	0	1	0	2	3
17	11.2	-	1	3	3	3	3	0	3	2	3	3
18	11.2	-	N	0	0	3	0	0	0	0	0	1
19	11.2	-	0	1	2	3	3	0	3	3	3	3
20	11.2	-	1	0	0	0	1	0	0	0	0	1
21	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0
22	11.2	-	0	0	0	0	2	0	0	0	2	2
23	11.2	-	1	1	0	0	1	1	0	1	0	1
24	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0
25	11.2	1	N	1	0	3	1	0	0	0	0	2
26	11.2	-	0	2	0	3	2	0	0	0	1	2
26	11.2	-	0	2	0	3	1	0	0	0	1	2
27	11.2	-	0	3	3	N	3	0	0	0	0	0
28	11.2	-	2	3	3	3	3	0	1	1	1	1
29	11.2	-	0	0	0	2	2	0	0	0	3	3
30	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0

表 2 (续)

实例号	对于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
31	11.2	-	2	2	0	0	3	0	0	0	1	3
32	11.2	-	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3
33	11.2	-	1	3	3	3	3	0	3	3	3	3
34	11.2	-	0	3	3	3	3	0	3	3	3	3
35	11.2	-	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
36	11.2	-	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
37	11.2	-	0	3	3	3	2	0	3	0	3	3
38	11.2	-	1	3	3	3	3	1	3	3	3	3
39	11.2	-	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
40	11.2	-	0	3	3	3	3	0	3	3	3	3
41	11.2	-	0	0	0	3	3	0	0	N	0	3
42	11.2	-	0	2	0	2	3	0	0	N	1	3
43	11.2	-	0	0	0	3	3	0	0	0	3	3
44	11.2	-	0	0	0	3	3	0	0	0	0	3
45	11.2	-	0	1	0	3	3	0	0	0	3	3
46	11.2	-	1	0	0	3	3	1	0	0	1	0
47	11.2	-	1	1	1	3	3	0	0	0	1	0
48	11.2	-	0	0	2	1	3	0	1	0	3	3
49	11.2	-	1	1	1	3	3	0	3	3	3	3
50	11.2	-	0	0	0	1	2	0	1	0	3	3
51	11.2	-	0	1	0	3	1	0	0	0	0	0
52	11.2	-	0	1	1	3	3	0	2	0	3	3
53	11.2	-	0	2	3	3	3	0	3	1	3	3
54	11.2	-	3	3	3	3	3	1	3	1	3	3
55	11.2	-	0	2	2	1	2	0	3	0	3	3
56	11.2	-	0	1	3	3	3	0	2	0	3	3
57	11.2	-	1	3	3	3	3	0	3	1	3	3
58	11.2	-	0	2	1	3	2	0	3	0	3	3
59	11.2	-	1	2	1	2	2	0	0	0	1	3
60	11.2	-	0	2	1	3	3	0	0	0	3	3
61	11.2	-	0	0	0	1	0	0	0	0	0	3

表 2 (续)

实例号	对于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
62	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
63	11.2	-	0	1	0	3	2	0	2	0	2	3
64	11.2	-	0	0	0	0	1	0	3	1	0	3
65	11.2	-	0	3	0	1	1	0	2	0	0	3
66	11.2	-	3	0	0	0	0	0	0	3	0	0
67	11.2	-	0	2	0	0	0	0	1	N	0	0
68	11.2	-	3	3	3	3	3	0	0	0	3	3
69	11.2	-	3	0	3	3	2	0	0	0	1	3
70	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
71	11.2	0	1	3	3	3	3	0	1	1	2	3
72	11.2	1	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
73	11.2	0	3	0	3	1	1	0	3	3	3	3
74	11.2	0	3	0	3	3	3	0	3	0	3	3
75	11.2	0	3	1	3	3	3	0	1	0	3	3
76	11.2	-	0	2	3	3	3	0	3	3	3	3
77	11.2	-	0	2	3	3	3	0	2	0	3	3
78	11.2	-	1	2	3	3	3	0	3	0	3	3
79	11.2	-	0	1	3	3	3	0	3	1	3	3
80	11.2	-	0	1	3	3	3	0	3	0	3	3
81	11.2	-	0	3	3	3	3	1	3	0	3	3
82	11.2	-	1	0	3	2	1	0	3	3	3	3
83	11.2	-	0	1	3	3	3	0	3	0	3	3
84	11.2	-	1	2	3	3	3	0	3	1	3	3
85	11.2	-	1	3	3	3	3	2	3	3	3	3
86	11.2	-	0	3	3	3	3	0	3	2	3	3
87	11.2	-	0	1	1	1	1	0	0	N	1	3
88	11.2	-	0	2	2	3	3	0	2	N	3	3
89	11.2	-	0	3	3	3	3	0	2	2	3	3
90	11.2	-	0	3	3	3	3	0	0	0	2	3
91	11.2	-	0	2	3	3	1	0	0	N	2	3
92	11.2	-	0	2	3	3	2	0	1	0	2	3

表 2 (续)

实例号	于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
93	11.2	-	0	0	1	3	3	0	0	0	3	3
94	11.2	-	1	0	0	1	0	0	0	0	3	3
95	11.2	-	1	2	3	3	3	0	3	2	3	3
96	11.2	-	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
97	11.2	-	0	2	3	3	3	0	3	3	3	3
98	11.2	3	1	3	3	3	3	1	3	2	3	3
99	11.2	-	1	3	3	3	3	0	3	0	3	3
100	11.2	-	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
101	11.2	3	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
102	11.2	0	1	3	3	3	3	1	3	0	3	3
103	11.2	1	1	3	2	3	3	0	1	0	3	3
104	11.2	0	0	1	2	3	3	0	0	0	1	3
105	11.2	0	1	2	3	3	3	0	3	3	3	3
106	11.2	2	2	3	3	3	3	0	3	0	3	3
107	11.2	2	0	1	1	3	1	0	0	0	0	1
108	11.2	1	1	0	2	3	2	0	0	0	0	0
109	11.2	0	1	0	3	3	3	1	0	0	0	3
110	11.2	1	0	1	1	2	1	0	0	0	3	3
111	11.2	1	0	0	0	2	1	0	0	2	1	3
112	11.2	3	0	3	3	3	3	0	0	0	3	3
113	11.2	0	0	3	3	3	3	0	0	3	3	3
114	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
115	11.2	0	1	3	3	3	3	0	0	3	3	3
116	11.2	1	3	3	3	3	3	1	3	1	3	3
117	11.2	3	1	3	3	3	3	1	3	3	3	3
118	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
119	11.2	0	0	2	3	3	3	3	3	0	3	3
120	11.2	0	0	1	2	2	3	0	3	0	3	3
121	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	3	3	3
122	11.2	1	0	3	3	3	3	2	3	0	3	3

表 2 (续)

实例号	对于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
123	11.2	1	1	3	2	3	3	0	0	0	3	3
124	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
125	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
126	11.2	1	1	3	3	3	3	0	3	2	3	3
127	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
128	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
129	11.2	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3
130	11.2	2	1	3	3	3	3	0	3	0	2	3
131	11.2	0	1	3	3	3	3	0	3	3	3	3
132	11.2	0	0	1	0	3	0	0	2	1	3	3
133	11.2	0	0	3	3	3	3	0	2	0	3	3
134	11.2	0	0	3	3	3	3	0	2	0	3	3
135	11.2	0	1	2	2	3	3	0	N	0	0	0
135*	11.2	0	0	1	2	3	2	0	N	0	0	0
136	11.2	3	2	3	3	3	3	1	3	3	-	3
137	11.2	3	1	0	1	2	2	0	3	-	3	3
138	11.2	0	0	1	2	3	3	0	2	3	-	3
139	11.2	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	3
140	11.2	3	0	0	2	0	0	0	0	N	0	0
141	11.2	0	0	0	2	3	3	0	0	N	3	3
142	11.2	3	3	3	3	3	3	2	3	3	-	3
143	11.2	3	2	3	3	3	3	2	3	3	-	3
144	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	3	-	3
145	11.2	1	0	2	2	3	3	1	3	0	-	3
146	11.2	3	1	3	3	3	3	2	3	3	-	3
147	11.2	1	0	1	3	3	3	0	3	1	3	3
148	11.2	0	0	2	0	3	2	1	0	0	1	3
149	11.2	3	1	3	3	3	3	0	3	3	3	3
150	11.2	3	0	0	2	3	0	0	3	3	1	3

表 2 (续)

实例号	对于杂草的萌发前活性											
	Kg/ha	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
151	11.2	3	0	3	3	3	3	1	0	0	2	3
152	11.2	3	0	3	3	3	3	0	3	0	-	3
153	11.2	2	0	3	3	3	3	0	0	0	2	3
154	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
155	11.2	3	0	1	3	3	2	0	0	0	0	3
156	11.2	3	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
157	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	1	3	3
158	11.2	0	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
159	11.2	0	0	0	0	3	1	0	3	1	3	3
160	11.2	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	3
161	11.2	3	0	3	3	3	3	0	0	0	-	3
162	11.2	0	0	1	2	3	3	0	0	0	3	3
163	11.2	1	0	1	1	3	3	0	0	0	3	3
164	11.2	3	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
165	11.2	1	0	3	3	3	3	1	3	0	3	3
166	11.2	3	0	1	1	3	3	0	3	0	3	3
167	11.2	3	0	2	3	3	3	1	3	0	1	3
168	11.2	3	1	3	3	3	3	2	3	1	3	3
169	11.2	1	0	3	3	3	3	0	0	0	1	3
170	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
171	11.2	3	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3
172	11.2	3	2	3	3	3	3	1	3	1	3	3
173	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	2	3	3
174	11.2	0	0	1	0	2	0	0	0	0	0	3
175	11.2	1	0	3	3	3	3	0	1	0	3	3
176	11.2	0	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
177	11.2	0	0	0	0	3	1	0	2	0	0	3
178	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
179	11.2	1	0	0	0	3	1	0	0	0	0	3
180	11.2	3	1	3	3	3	3	0	3	3	3	3

表 2 (续)

<u>实例号</u>	<u>对于杂草的萌发前活性</u>											
	<u>Kg/ha</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
181	11.2	0	0	0	2	2	1	0	1	3	0	3
182	11.2	0	0	0	0	3	3	0	0	0	1	3
183	11.2	1	0	3	3	3	3	0	3	0	3	3
184	11.2	0	0	2	1	3	3	0	1	0	3	3
185	11.2	0	0	2	1	3	3	0	0	0	3	3
186	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3
187	11.2	1	0	2	3	3	3	0	3	0	3	3
188	11.2	2	1	3	3	3	3	1	3	0	3	3
189	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
190	11.2	3	1	3	3	3	3	1	3	3	3	3
191	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	N	3
192	11.2	0	0	2	3	3	1	0	1	0	N	3
193	11.2	0	0	1	0	0	0	0	0	0	N	3
194	11.2	3	1	3	3	3	3	2	3	3	3	3
195	11.2	0	0	0	1	2	0	0	0	3	1	3
196	11.2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
197	11.2	0	0	0	0	2	0	0	0	N	0	3
198	11.2	1	1	2	3	3	3	0	0	0	3	3
199	11.2	3	2	3	3	3	3	3	3	2	3	3
200	11.2	3	0	3	3	3	3	2	3	3	3	3
201	11.2	0	0	3	3	3	3	1	3	3	3	3
202	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	3	3	3
203	11.2	0	0	3	3	3	3	0	0	3	1	3
204	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	3	3	3
205	11.2	3	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3
206	11.2	3	2	3	3	3	3	1	3	3	3	3
207	11.2	3	0	3	3	3	3	0	3	3	3	3
208	11.2	3	0	3	3	3	3	1	3	3	3	3

作物与杂草植物除莠剂活性

化合物用上述方法对下列植物品种，也就是对有作物存在时的杂草作进一步试验。

L- 大豆	R- 大麻田菁 (Hemp Sesbania)
M- 甜菜	E- 普通藜
N- 小麦	F- 宾夕法尼亚蓼车
O- 稻	C- 绒毛叶
P- 高粱	J- 茸毛雀麦
B- 苍耳	S- 稷属植物 (Panicum spp.)
Q- 野生荞麦	K- 稗
D- 牵牛花	T- 大沙果草 (Large Crabgrass)

结果概述于表3 (表3 中Kg/ha:公斤/公顷)。

表 3

对于在作物中杂草的萌发前活性

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
1	5.6	0	3	0	0	2	0	0	1	1	3	3	1	1	2	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	5.6	0	3	2	2	3	0	3	3	2	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	2	3	0	3	3	0	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3
	1.12	0	2	0	0	2	0	2	0	0	1	1	1	1	3	3	3
4	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2
	5.6	0	1	0	0	2	0	0	0	1	0	0	0	2	2	2	2
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	5.6	1	3	1	3	3	0	2	2	2	3	2	2	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	2	2	2	1	1	1	2	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
6	0.056	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	3	1	1	3	N	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	N	0	0	0	2	1	1	1	0	0	3
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

[illegible]

实例号

[illegible]

13

[illegible]

が

[illegible]

15

[illegible]

16

[illegible]

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
17	5.6	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	N	3	3	3
	1.12	0	2	3	1	3	0	2	1	2	2	2	1	N	3	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0	1
19	5.6	0	2	1	1	2	0	0	0	0	1	2	0	2	2	3	3
	1.12	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
27	5.6	0	3	0	0	0	0	0	2	0	3	3	3	0	0	0	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	3	0	2	2	2	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
28	5.6	0	3	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	2	0
	1.12	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
29	5.6	0	1	0	0	1	0	0	0	0	2	1	0	1	2	3	2
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
31	5.6	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1	2	0	N	0	3	2
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	N	0	1	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	N	0	1	0

实例号	Kg/ha	KJ181															
		L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
32	5.6	1	3	2	1	3	0	3	3	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	2	2	1	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
33	5.6	2	3	3	3	3	0	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	1	0	2	0	0	0	1	1	2	0	2	2	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
34	5.6	1	3	3	2	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	3	3	1	3	0	1	2	2	2	2	2	2	3	3	3
	0.28	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	1	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
35	5.6	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	1	3	3	2	3	0	2	0	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	0	2	0	1	1	0	1	0	1	1	1	0	2	1	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
41	5.6	0	0	1	1	1	0	0	1	0	0	1	1	0	0	2	2
	1.12	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
42	5.6	0	0	0	1	1	0	0	1	0	3	2	0	0	0	2	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
43	5.6	0	3	1	0	3	0	2	0	0	0	1	0	3	0	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
44	5.6	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	1	0	2	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
45	5.6	0	2	1	1	1	0	0	1	2	3	2	2	N	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	2	N	1	0	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	N	0	0	2
46	5.6	0	3	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0	2
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
47	5.6	0	3	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1	0	0	0	1
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	0	0	3	0	1	0	0	0	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
48	5.6	0	2	2	0	2	0	3	1	1	3	2	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
49	5.6	1	3	3	2	3	0	1	1	2	2	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
50	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	2	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0
52	0.28	0	1	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	0	0	3	0	1	0	0	2	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	2	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2	1
53	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	5.6	0	1	1	2	3	0	0	0	0	0	1	0	2	2	3	3
	1.12	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
54	0.28	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	5.6	0	2	3	1	3	0	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	1	0	2	2	1	1	1	2	3
	0.28	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	0	0	3	0	0	1
	0.056	0	0	1	1	2	0	1	0	0	0	0	0	2	1	0	3

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
55	5.6	0	2	0	0	2	0	0	0	0	1	2	2	0	1	3	2
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2	0	2	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
56	5.6	0	2	0	0	1	0	1	1	0	1	1	0	1	1	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
57	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	1	3	2	1	3	0	3	2	2	3	3	3	2	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	1	0	0	3
58	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	1	1	1	0	0	0	0	0	1	0	0	1	3	2
59	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	0	0	3	0	2	1	0	3	2	1	2	3	3	3
60	1.12	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	3	1	1	1	2	2	1	1	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	1	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	1	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	0

表3(续)

实例	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
72	5.6	3	3	3	1	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	1	0	2	0	0	0	0	1	2	1	1	1	2	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
73	5.6	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	1	2
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
74	5.6	0	3	3	3	3	0	3	2	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
75	5.6	2	3	2	3	3	0	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
76	5.6	0	3	2	2	0	0	1	2	2	2	2	0	1	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
77	5.6	2	3	1	2	3	0	0	3	2	3	3	0	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	1	0	0	3	0	1	1	1	0	1	1	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

[illegible]

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
84	5.6	0	3	1	2	3	0	3	3	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	1	3	0	1	0	0	0	0	0	1	1	1	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
85	5.6	0	2	3	1	2	0	1	1	0	2	2	2	2	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	1	0	1	0	0	2	1	0	1	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2
86	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
	5.6	0	3	1	2	3	0	3	2	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	1	3	0	1	1	0	1	0	0	3	0	3	3
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
87	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	1	0	1	0	3	0	0	0	0	0	1	1	3	3
	1.12	0	0	1	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
88	5.6	0	0	1	1	2	0	0	1	1	0	2	1	3	1	2	1
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
89	5.6	0	2	1	1	1	0	2	0	1	3	2	1	1	1	3	3
	1.12	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	3
	0.28	0	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
90	5.6	0	3	1	2	2	0	1	2	2	3	3	1	1	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	1	0	0	2	0	2	1	0	0	1	3	3
	0.28	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
91	5.6	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	2	0	0	2	3	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	3	0	1	1	0	1	1	1	2	1	0	1	1	3	3
92	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
93	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	1	2	2	3	1	0	1	1	2	3	3	0	2	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	1	2	3
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1
94	5.6	0	1	0	0	1	0	0	1	1	1	0	0	0	1	1	1
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
95	5.6	0	1	2	2	3	N	1	2	2	3	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	3	N	0	0	0	0	0	0	2	3	2	3
	0.28	0	0	0	0	0	N	1	N	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
96	5.6	0	2	1	3	3	1	2	3	2	1	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	N	0	N	0	0	0	0	0	0	0	1
97	5.6	1	2	2	3	3	1	1	2	2	1	3	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	1	N	1	0	0	0	0	0	1	2	1	1
	0.28	0	0	0	0	1	N	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
98	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	2	3	3	3	0	1	3	3	2	3	1	3	3	3	3
	0.28	0	1	1	0	2	0	1	2	1	2	2	1	0	1	3	2
	0.056	0	0	0	0	1	N	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0
99	0.0111	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	5.6	1	2	2	3	3	0	3	0	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	2	1	0	N	1	0	0	1	0	0	2	3	3	3
	0.28	0	0	0	0	1	N	0	0	0	1	0	0	0	1	0	1
	0.056	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
100	5.6	2	3	3	3	3	1	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	2	3	2	0	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	0	0	1	2	2	N	0	0	2	3	1	1	2	2	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.0112	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
101	5.6	2	3	2	3	3	0	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	1	1	1	3	2	0	1	2	2	2	3	1	2	3	3	3
	0.280	0	0	0	1	1	0	0	0	1	0	1	0	0	3	3	3
	0.056	0	0	0	1	1	N	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1
	5.6	0	3	3	3	3	0	2	3	2	3	3	1	3	3	3	3
102	1.12	0	1	1	3	2	0	0	0	1	2	2	0	3	3	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	3	1
	0.056	0	0	0	0	0	0	2	0	0	1	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	0	1	3	0	3	2	2	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	2	0	0	0	0	1	1	1	0	0	2	3	3
103	0.28	0	1	0	0	0	0	N	0	0	1	1	0	0	1	1	1
	5.6	0	2	0	1	3	0	3	2	2	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	2	0	0	0	0	1	1	1	0	0	2	3	3
	0.28	0	1	0	0	0	0	N	0	0	1	1	0	0	1	1	1
	5.6	0	2	1	1	2	0	1	2	1	2	3	1	3	3	3	3
104	1.12	0	1	0	0	0	0	N	0	0	0	1	0	1	1	1	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0

表3(续)

长例	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	E	C	J	S	K	T
105	5.6	0	1	3	1	2	0	3	0	1	2	1	0	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	N	1	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
106	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	2	2	2	3	3	2	2	3	3	3	2	3	3	3	3	3
	0.28	0	2	0	3	2	0	0	0	2	3	1	1	0	3	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2	1	0	0	2	2	0
109	5.6	0	3	0	0	1	0	3	3	1	3	1	1	2	1	1	2
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	1	0	3	0	0	0	0	1	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1	0
110	5.6	0	2	2	2	2	0	3	1	2	3	0	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
111	5.6	0	0	1	1	2	0	1	1	0	1	0	1	3	2	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	1
112	5.6	0	3	2	3	2	1	1	2	2	3	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	2	2	N	0	1	2	2	0	0	1	2	3	3
	0.28	0	0	0	2	2	N	0	1	2	1	0	0	0	1	3	3
	0.056	0	0	0	2	2	N	0	1	2	1	0	0	0	1	2	3
	0.0112	0	0	0	0	2	0	0	1	0	2	1	0	1	0	1	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
113	5.6	0	3	2	3	2	0	3	3	3	3	2	2	2	3	3	3
	1.12	0	1	0	2	1	N	2	2	2	3	0	0	0	3	3	3
	0.28	0	0	0	1	2	0	0	1	2	1	0	0	0	1	2	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0
114	5.6	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	2	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	0.28	1	3	3	3	3	0	2	3	2	3	3	1	3	3	3	3
	0.056	0	1	0	2	3	0	0	1	1	1	1	0	3	3	3	3
115	0.0112	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	1	0	2	1	3	3
	0.0056	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	2	0	0	2
	0.00112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	1	2	3	0	3	2	2	3	2	1	3	3	3	3
116	1.12	0	1	1	0	0	0	1	2	2	2	1	1	1	2	3	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	1	0	0	0	1	0
	5.6	2	3	3	3	3	0	2	3	2	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	1	2	3	0	2	2	2	2	1	1	3	3	3	3
116	0.28	1	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	1	2	3	2
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
117	5.6	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	1	1	2	2	3	0	1	2	2	2	2	1	3	3	3	3
	0.28	0	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	1	2	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	1	0
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
118	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	2	3	2	3	3	0	3	2	2	3	3	1	3	3	3	3
	0.056	0	0	0	2	1	0	1	0	1	0	0	0	1	3	3	3
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1
119	5.6	0	3	3	3	3	3	1	3	2	3	2	1	3	3	3	3
	1.12	0	2	0	2	2	0	2	0	0	1	0	1	2	2	3	2
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	2	3	3	3	1	0	1	2	2	1	1	3	3	3	3
120	1.12	0	1	0	1	0	0	0	1	0	1	0	0	0	0	3	1
	0.28	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0

表3(续)

实例	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	E	C	J	S	K	T
126	5.6	1	3	3	3	3	0	3	3	2	3	1	2	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	2	0	0	0	1	3	0	0	2	2	3	3
	0.28	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	2
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
127	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	2	3	3	3	3	0	3	3	2	3	3	2	3	3	3	3
	0.056	2	0	1	2	3	0	3	0	1	2	1	1	2	3	3	3
	0.0112	0	0	0	1	1	0	0	0	0	1	0	0	0	1	1	3
	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
128	1.12	3	3	3	3	3	0	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	1	2	1	1	2	0	3	2	2	3	3	1	3	3	3	3
	0.056	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	2	3	3	3
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	5.6	2	2	3	3	3	0	2	3	3	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	1	0	1	0	1	1	0	0	1	0	3	1	2	1
129	0.28	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	1
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
135	5.6	0	3	0	0	0	0	2	2	2	3	3	0	1	1	0	0
	1.12	0	3	0	0	0	0	2	2	1	2	1	0	0	0	0	0
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
137	5.6	0	3	1	1	3	0	0	0	1	2	1	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	2	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
139	5.6	0	3	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1	1	1	2	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
141	5.6	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	2
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
147	5.6	1	0	3	2	3	0	2	2	1	3	3	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	3	2	3	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
148	5.6	0	0	0	0	0	0	3	0	0	3	1	0	3	0	3	3
	1.12	0	1	0	0	0	0	3	1	0	2	1	0	3	1	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
149	5.6	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	1	2	2	3	0	3	2	2	3	3	2	3	3	3	3
	0.28	0	0	0	0	1	0	3	0	1	3	0	0	0	1	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	2	0	0	1	0	0	1	0	0	1
	0.0112	0	0	0	0	0	0	2	0	0	1	0	0	1	1	0	1
150	5.6	2	0	3	2	1	0	1	1	1	3	3	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	0	1	3	0	1	2	1	3	2	0	3	3	3	3
151	1.12	0	0	0	1	1	0	0	0	0	1	0	0	1	0	0	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	0	1	3	0	1	2	1	3	2	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	1	1	0	0	0	0	1	0	0	1	0	0	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	1
153	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	N	2	0	2	2	0	2	2	2	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	1	0	1	1	0	0	0	0	1	1	0	1	0	2	2
	0.28	0	1	0	0	1	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	1
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
155	5.6	0	3	0	0	1	0	2	3	0	2	2	0	3	0	0	1
	1.12	0	2	0	0	0	0	1	2	0	2	1	0	1	0	1	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
156	5.6	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	3	3	3	3	3	0	3	2	2	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	1	1	2	2	3	0	2	1	2	3	3	2	2	3	3	3
	0.056	0	0	0	0	1	0	1	0	1	2	1	0	0	1	2	3
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1	1
157	5.6	3	3	3	3	1	0	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	3	2	1	2	0	0	0	2	2	3	3	2	2	3	3	3
	0.28	1	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	2	2	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	2	1	3	0	1	3	2	2	2	0	3	3	3	3
158	1.12	0	0	1	1	0	0	3	0	0	0	1	0	0	2	3	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	3	1	0	0	0	0	2	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	3	1	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.0112	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	1	0	0	0
	5.6	0	0	1	1	2	0	1	2	1	1	2	0	2	3	3	3
159	1.12	0	0	0	0	0	0	1	1	0	1	0	0	0	0	0	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	2	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
160	5.6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	2	0
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
167	5.6	1	3	1	2	0	0	2	2	0	3	2	1	3	0	1	2
	1.12	0	1	0	0	0	0	1	0	0	2	0	0	1	0	0	0
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
168	5.6	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	3	2	2	3	0	3	3	2	3	3	2	3	3	3	3
	0.28	0	0	1	1	0	0	0	1	0	3	1	0	2	2	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
169	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	0	3	0	1	0	0	1	0	0	3	1	0	1	1	0	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	2
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
170	5.6	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.28	1	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.056	0	3	2	3	3	0	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3
	0.0112	0	2	0	0	1	0	1	0	0	3	2	1	0	1	3	3

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
176	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	1	3	3	3	3	0	3	2	3	3	3	2	3	3	3	3
	1.12	0	3	2	1	3	0	2	0	1	3	2	0	3	3	3	3
	0.28	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0	2	2
177	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	2	3	1	1	0	0	2	0	1	3	2	1	3	1	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	5.6	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
178	1.12	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	0.28	0	3	1	1	3	0	3	2	2	3	3	0	3	3	3	3
	0.056	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0	3	3	3	3
	0.0112	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	2
179	5.6	0	3	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	2	1	2	2
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.6	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	2	2	2	2	0	2	2	2	3	3	2	2	3	3	3
180	0.56	0	0	2	0	1	0	1	1	0	2	3	0	2	3	3	3
	0.28	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	2	0	2	3	3	3
	0.14	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	1	3	3
	0.07	0	1	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	1
	0.035	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.0182	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表3(续)

实例号	Kg/ha	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
181	5.6	0	3	0	0	0	0	2	0	0	2	2	0	1	1	3	2
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	0	0	2	2	0	0	0	0	0
	0.56	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
182	5.6	0	1	0	1	3	0	1	1	1	2	2	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	2	3
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
183	5.6	1	3	3	3	3	0	3	2	3	3	3	1	3	3	3	3
	1.12	0	0	2	1	3	0	0	1	1	2	1	N	1	3	3	3
	0.28	1	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	3	2
	0.056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
184	5.6	1	0	1	0	2	0	0	0	0	0	2	0	2	3	3	3
	1.12	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
185	5.6	0	1	0	1	3	0	1	1	1	0	2	0	3	3	3	3
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
	0.28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
186	5.6	0	3	0	1	0	1	0	2	2	2	2	1	1	0	1	3
	1.12	0	2	0	0	0	0	0	0	1	2	2	1	0	0	0	1

表3(续)

实例号	Kg/ha	L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
188	5.6	3	3	3	3	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	1.12	0	3	2	2	2	0	2	2	3	2	3	3	2	3	3	3
	0.56	0	3	1	1	2	0	2	2	2	2	3	2	2	3	3	3
	0.28	0	2	0	1	1	0	1	1	2	1	3	0	1	3	3	3
	0.14	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	2	0	0	2	3	3
	0.07	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	2
	5.6	1	3	1	2	2	1	3	2	2	3	3	2	3	3	3	3
190	1.12	1	3	1	1	1	1	2	1	0	3	2	1	3	2	3	3
	0.56	0	0	1	0	1	0	2	0	0	1	1	0	2	1	1	2
	0.28	0	1	1	1	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.14	0	1	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	0.07	0	1	0	0	0	0	2	0	0	1	0	0	2	0	0	1
	0.035	0	1	2	1	0	0	1	0	0	1	1	0	1	0	0	0
	5.6	3	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
191	1.12	1	3	3	3	3	0	3	2	2	3	3	3	3	3	3	3
	0.56	0	3	3	3	3	0	2	1	2	3	3	2	3	3	3	3
	0.28	0	1	2	2	3	0	1	0	1	2	2	0	3	3	3	3
	0.14	0	1	1	1	3	0	1	0	0	0	2	0	2	2	3	2
	0.07	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1	0	3	3	3	1
	0.035	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	1	0
	0.0182	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0.009	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0	0	0

萌发后的除莠剂实例

本发明各种化合物的某些化合物的萌发后除莠剂活性是用下列所述的温室试验证实的。将表土放于底上有洞的铝盆中并从盆顶压实到0.95至1.27厘米深。预先决定量的各双子叶和单子叶单年生植物品种的种子和/或多年生植物品种的无性繁殖体放在土壤上并压入土壤表面。

种子和/或无性繁殖体用土复盖并填平。然后将盆放在温室中的长凳上按需要从下面灌水。该植物达到所需的时期(两至三周)后,各盆分别移入喷雾室并以注明的应用率用喷雾器喷雾,喷雾压为170.3千帕(10磅/平方英寸)。喷雾液是一个乳化剂混合物,一个含有体积百分比约为0.4%乳化剂的溶液或悬浮液。为了得到相应于表内所示的那些活性成份的指定应用率,该喷雾溶液或悬浮液含有足够量的选择化学药品而应用的溶液或悬浮液的总量等于1.870立升/公顷(200加仑/英亩)。该盆放回到温室中并如前灌水,对于植物的损害,在喷雾后约10-14天(通常11天)观察并与对照组相比,在某些情况下,在24-28天(通常25天)时再观察一次。这些第二次的观察在表中例号栏内序号后用星号(*)标明。

用于表4的萌发后除莠剂活性指数如下:

<u>植物反应</u>	<u>指数</u>
0-24%抑制	0
25-49%抑制	1
50-74%抑制	2
75-99%抑制	3
100%抑制	4
没有栽种的品种	-
栽种的品种,无数据	N

(表4中Kg/ha:公斤/公顷)

表 4 (续)

实例号	对于杂草的萌发后活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	-	0	0
4	11.2	0	0	0	0	0	0	1	0	-	0	1
5	11.2	0	N	0	1	0	0	0	0	0	0	0
6	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	-	0	0
7	11.2	N	3	1	3	4	1	0	0	0	0	2
7*	11.2	N	4	1	3	4	1	0	0	0	0	1
7*	11.2	N	3	1	3	3	0	0	0	0	0	1
8	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
10	11.2	N	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
11	11.2	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0
12	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	-	0	0
13	11.2	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0
14	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
15	11.2	0	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0
16	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
17	11.2	-	0	1	1	N	0	0	0	0	0	1
18	11.2	-	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1
19	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
20	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
23	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
25	11.2	N	0	0	1	1	0	1	1	0	0	1
26	11.2	-	0	1	3	3	0	1	0	0	0	1
26*	11.2	-	1	0	3	3	0	0	0	0	0	1
27	11.2	-	1	1	1	1	0	1	0	0	0	1
28	11.2	-	1	0	1	3	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

实例号	Kg/ha	对于杂草的萌发后活性										
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
29	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
30	11.2	-	0	0	1	N	0	0	0	0	0	0
31	11.2	-	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1
32	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	2	0	1
33	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
34	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
35	11.2	-	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
36	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
37	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
38	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
39	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
40	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
41	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
42	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
43	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
44	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
45	11.2	-	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0
46	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
47	11.2	-	0	0	0	2	0	0	0	0	0	1
48	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
49	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
50	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
51	11.2	-	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
52	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
53	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
54	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
55	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
56	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
57	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
58	11.2	-	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1
59	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

实例号	对于杂草的萌发后活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
60	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
61	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
62	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
63	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
64	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
65	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
66	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
67	11.2	-	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
68	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
69	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
70	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
71	11.2	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0
72	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
73	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
74	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
75	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
76	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
77	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
78	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
79	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
80	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
81	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
82	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
83	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
84	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
85	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
86	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
87	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
88	11.2	-	0	1	0	0	0	0	0	N	0	0
89	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
90	11.2	-	0	1	0	0	0	0	0	N	0	0

表 4 (续)

对于杂草的萌发后活性

实例号	Kg/ha	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
91	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
92	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
93	11.2	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
94	11.2	-	0	1	0	0	0	0	0	N	0	0
95	11.2	-	0	1	0	0	0	0	1	0	0	0
96	11.2	-	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
97	11.2	-	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
98	11.2	-	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
99	11.2	-	0	1	1	0	0	0	1	0	0	0
100	11.2	-	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
101	11.2	-	0	0	N	0	0	0	0	0	0	1
102	11.2	-	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1
103	11.2	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
104	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
105	11.2	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
106	11.2	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
107	11.2	1	1	0	1	4	0	1	0	0	0	1
107*	11.2	2	1	1	2	4	0	1	0	0	0	1
108	11.2	0	1	1	1	3	0	0	0	0	0	1
109	11.2	0	0	0	0	1	0	0	1	0	0	1
110	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
111	11.2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
112	11.2	0	1	1	0	1	0	0	0	0	0	1
113	11.2	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0
114	11.2	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0
115	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
116	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
117	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
118	11.2	0	N	1	2	1	1	1	0	0	0	2
119	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

对于杂草的萌发后活性

实例号	Kg/ha	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
120	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
121	11.2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
122	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
123	11.2	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0	0
124	11.2	0	0	2	1	1	0	0	0	0	0	1
125	11.2	0	0	1	N	1	0	0	0	1	0	2
126	11.2	0	1	0	N	0	0	0	0	0	0	0
127	11.2	N	2	1	1	0	1	1	0	0	0	2
128	11.2	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	1
129	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
130	11.2	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
131	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
132	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
133	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
134	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
135	11.2	N	3	2	3	3	1	1	3	1	0	2
135*	11.2	N	3	2	3	3	2	0	3	1	0	1
136	11.2	4	0	0	2	3	0	0	0	0	-	0
137	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
138	11.2	0	0	0	0	4	0	0	0	0	-	0
139	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
140	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
141	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
142	11.2	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
143	11.2	0	1	1	1	0	0	0	0	N	0	0
144	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
145	11.2	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0
146	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	1
147	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
148	11.2	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

对于杂草的萌发后活性

实例号	Kg/ha	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
149	11.2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
150	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
151	11.2	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
152	11.2	0	0	1	1	0	0	0	0	N	0	0
153	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
154	11.2	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0	0
155	11.2	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
155	11.2	N	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1
157	11.2	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
158	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
159	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
160	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
161	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
162	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
163	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
164	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
165	11.2	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	0
166	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
167	11.2	1	1	1	1	2	0	0	0	0	0	1
168	11.2	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
169	11.2	N	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
170	11.2	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
171	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
172	11.2	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
173	11.2	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
174	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
175	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
176	11.2	0	0	1	0	N	0	0	0	0	0	0
177	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

实例号	对于杂草的萌发后活性											
	Kg/ha	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
178	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
179	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
180	11.2	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1
181	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
182	11.2	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0
183	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
184	11.2	0	0	1	0	N	0	0	0	0	0	0
185	11.2	0	0	0	0	N	0	0	0	0	0	0
186	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
187	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
188	11.2	1	2	1	1	1	0	0	0	0	0	1
189	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
190	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
191	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
192	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
193	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
194	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	1
195	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
196	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0
197	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
198	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
199	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
200	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
201	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
202	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
203	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
204	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
205	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
206	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 4 (续)

<u>实例号</u>	<u>对于杂草的萌发后活性</u>											
	<u>Kg/ha</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
207	11.2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
208	11.2	0	0	0	0	0	0	0	0	N	0	0

从上面数据中可看出，某些化合物看来对某种作物十分安全，因此其使用对这些作物中的杂草可产生选择性的控制。

本发明的除莠剂组合物，包括在应用前需要稀释的浓缩物，可含有至少一种活性成份和一种液态或固态的辅助剂。组合物是将活性成份和辅助剂混合而制备的，辅助剂包括稀释剂、补充剂、载体和调节剂以供组合物成为精细分散的微粒状固体、小丸、溶液、分散液或乳化液。因此该活性剂可与辅助剂一起使用，辅助剂如：分散得很细的固体、来源于有机物的液体、水、湿润剂、分散剂、乳化剂或这些物质的适宜的组合物。

合适的湿润剂包括烷基苯和烷基萘的磺酸酯类、硫酸化脂肪醇类、胺类和酰胺类，异硫羟酸钠的长链酸酯类、磺基琥珀酸钠的酯类、硫酸化或磺化的脂肪酸酯类、石油磺酸酯类、磺化的植物油类、二叔炔甘醇类、烷基酚类（特别是异辛基酚和壬基酚）的聚氧乙烯衍生物和己糖醇酐类（例如，脱水山梨醇）的单一高级脂肪酸酯类的聚氧乙烯衍生物。较好的分散剂是甲基纤维素、聚乙烯醇、木质素磺酸钠类、聚合烷基萘磺酸盐类、萘磺酸钠和聚亚甲基双萘磺酸盐。

可湿性粉末是水-可分散的组合物它含有一种或多种活性成份一种惰性固体补充剂和一种或多种湿润剂与分散剂的。惰性固体补充剂通常来源于无机物诸如天然的陶土、硅藻土和合成的无机硅衍生物等等。这样的补充剂的例子包括高岭土。美国活性白土和合成的硅酸镁。本发明的可湿性粉末组合物通常含有从约 0.5至60份（最好是5-20份）活性成份，从约0.25至25份（最好是1-15份）湿润剂，从约0.25至25份（最好是1.0-15份）分散剂和从 5至约95份（最好是5-50份）惰性固体补充剂，所有的份数以总组合物的重量计。如有必要，从约 0.1至 2.0份的固体惰性补充剂可用腐蚀抑制剂或抗泡沫剂或两者替代。

其它配方包含粉剂浓缩物，它包括按重量计占0.1-60%的活性成份

与合适的补充剂，应用时这些粉剂可予以稀释，其浓度范围为按重量计约0.1-10%。

含水的悬浮液或乳浊液的制备是将不溶于水的活性成份的非水溶液和乳化剂与水一起搅拌直至均匀，然后再均匀化成为分散得非常好的微粒的稳定乳浊液。所得到的浓含水悬浮液其特征是粒子极为细小，所以当稀释与喷雾时，撒布非常均匀。这些配方的合适浓度是含有活性成份以重量计从约0.1-60%，最好5-50%，上限取决于活性成份在溶剂中的溶解限度。

浓缩物通常是溶液，含有在与水不相混或部分相混的溶剂中的活性成份和表面活性剂。本发明活性成份的合适溶剂包括二甲基甲酰胺、二甲基亚砷、N-甲基-吡咯烷酮、烃类和水不相混的醚类、酯类或酮类。然而，其它高浓度液体浓缩物可将活性成份溶于溶剂中，然后用，例如煤油，稀释配制成喷雾浓度。

这里的浓缩组合物一般含有从约0.1至95份（最好5-60份）活性成份，约0.25至50份（最好1-25份）表面活性剂和如果需要含约4至94份溶剂，所有份数是根据乳化油的总重量按重量计算的。

颗粒剂是物理学上稳定的微粒组合物，其活性成份粘附或分布于一种惰性的、分散得很细的微粒补充剂的基质上。为了有助于该活性成份从微粒上浸提出来，在组合物中可以加入如上述所列举的那些表面活性剂。天然的陶土、叶蜡石、伊利石和蛭石是各类可用的微粒状无机补充剂的例子。较好的补充剂是多孔的、吸收的、预制的颗粒。诸如预制的和筛过的微粒美国活性白土或热膨胀的微粒蛭石和分散得很细的陶土诸如高岭土、水合的美国活性白土或膨润土。这些补充剂被喷上或混合于活性成份而制成除莠剂的颗粒。

本发明的颗粒组合物可含有按重量计每百份重量的陶土有约0.1至约30份的活性成份和按重量计每百份微粒陶土有约0至约5份的表面

活性剂。

本发明组合物也能含其它附加物，例如化学肥料、其它除莠剂、其它杀虫剂、安全剂等用作辅助剂或与上述辅助剂合并使用。与本发明活性成份合并用的有用化学品包括，例如，三嗪类、脲类、氨基甲酸酯类、乙酰胺类、N-乙酰苯胺类、尿嘧啶类、乙酸或酚衍生物，硫羟氨基甲酸酯类、三唑类、苯甲酸类、腈类、二苯基醚类等等诸如：

杂环氮/ 硫衍生物

2-氯-4- 乙氨基-6- 异丙氨基- 均- 三嗪
2-氯-4,6- 双(异丙氨基) - 均- 三嗪
2-氯-4,6- 双(乙氨基) - 均- 三嗪
3-异丙基-1H-2,1,3-苯并噻二嗪-4-(3H)-酮2,2-二氧化物
3-氨基-1,2,4- 三唑
6,7-二氢二吡啶并(1,2- α : 2',1'-c)- 吡嗪二鎓盐
5-溴-3- 异丙基-6- 甲基尿嘧啶1,1'- 二甲基-4,4'-二吡啶鎓
2-(4-异丙基-4- 甲基-5- 氧-2- 咪唑啉-2- 基)-3-噻啉羧酸
2-(4-异丙基-4- 甲基-5- 氧-2- 咪唑啉-2- 基)-烟酸的异丙胺盐
6-(4-异丙基-4- 甲基-5- 氧-2- 咪唑啉)-间- 甲苯甲酸甲酯和2-(4-异丙基-4- 甲基-5- 氧-2- 咪唑啉-2- 基) - 对- 甲苯甲酸甲酯

脲类

N-(4-氯苯氧基) 苯基-N,N- 二甲基脲
N,N-二甲基-N'-(3-氯-4- 甲基苯基) 脲
3-(3,4- 二氯苯基)-1,1-二甲基脲
1,3-二甲基-3-(2-苯并噻唑基) 脲
3-(对- 氯苯基)-1,1-二甲基脲
1-丁基-3-(3,4-二氯苯基)-1-甲基脲
2-氯-N[(4-甲氧基-6- 甲基-3,5- 三嗪-2- 基) 氨基羰基] 苯磺

酰胺

2-((((4,6-二甲基-2-嘧啶基)氨基)-羰基)氨基)磺酰基)
苯甲酸甲酯

2-(甲基2-((((4,6-二甲基-2-嘧啶基)-氨基)羰基)氨基)
磺酰基))苯甲酸乙酯

2-((4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氨基羰基)氨基磺酰基甲基)苯甲
酸甲酯

2-((((4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基)羰基)氨
基)磺酰基)苯甲酸甲酯

氨基甲酸酯类/ 硫羟氨基甲酸酯类

2-氯烯丙基二乙基二硫代氨基甲酸酯

S-(4-氯苄基)N,N-二乙基硫羟氨基甲酸酯

异丙基N-(3-氯苄基)氨基甲酸酯

S-2,3-二氯烯丙基N,N-二异丙基硫羟氨基甲酸酯

S-N,N-二异丙基硫羟氨基甲酸酯

S-丙基N,N-二丙基硫羟氨基甲酸酯

S-2,3,3-三氯烯丙基N,N-二异丙基硫羟氨基甲酸酯

乙酰胺类/ 乙酰苯胺类/ 苯胺类/ 酰胺类

2-氯-N,N-二烯丙基乙酰胺

N,N-二甲基-2,2-二苯基乙酰胺

N-(2,4-二甲基-5-((三氟甲基)磺酰基)氨基)苯基)乙酰
胺N-异丙基-2-氯乙酰苯胺

2',6'-二乙基-N-甲氧基甲基-2-氯乙酰苯胺

2'-甲基-6'-乙基-N-(2-甲氧基丙基-2)-2-氯乙酰苯胺

α , α , α -三氟-2,6-二硝基-N,N-二丙基-对-甲苯胺

N-(1,1-二甲基丙炔基)-3,5-二氯苯甲酰胺

酸类 / 酯类 / 醇类

2,2-二氯丙酸

2-甲基-4-氯苯氧基乙酸

2,4-二氯苯氧基乙酸

2-[4-(2,4-二氯苯氧基)苯氧基]丙酸甲酯

3-氨基-2,5-二氯苯甲酸

2-甲氧基-3,6-二氯苯甲酸

2,3,6-三氯苯基乙酸

N-1-萘基邻氨基甲酰苯甲酸

5-(2-氯-4-(三氟甲基)苯氧基)-2-硝基苯甲酸钠

4,6-二硝基-0-仲-丁基苯酚N-(膦酰基甲基)甘氨酸和它的盐类

2-[4-[(5-三氟甲基)-2-吡啶基)氧]-苯氧基]-丙酸丁酯

醚类

2,4-二氯苯基-4-硝基苯基醚

2-氯- α, α, α -三氟-对-甲苯基-3-乙氧基-4-硝基二苯基

醚

5-(2-氯-4-三氟甲基苯氧基)-N-甲磺酰基-2-硝基苯甲酰胺

5-[2-氯-4-(三氟甲基)苯氧基]-2-硝基苯甲酸1'-(乙氧羰基)

乙酯

杂类

2,6-二氯苯腈

甲肿酸单钠盐

甲肿酸二钠盐

2-(2-氯苯基)甲基-4,4-二甲基-3-异噁唑烷酮

7-噁双环(2.2.1)庚烷, 1-甲基-4-(1-甲乙基)-2-(2-甲基苯基甲氧基)-, 外-

与活性成份可合用的化学肥料包括，例如，硝酸铵，尿素，钾碱和过磷酸盐。其它有用的附加物包括植物体可在其中生根与生长的物质诸如混合肥料、粪肥、腐殖质、沙子等等。

上述各类型的除莠剂配方可用下面几个具体材料来举例。

I. 可乳化的浓缩物

	<u>重量百分率</u>
A. 实例3 化合物	11.0
芳香或脂肪疏水基的复合有机磷酸盐的游离酸(如 GAFAC RE-610, GAF公司的注册商标)	5.59
聚氧乙烯/聚氧丙烯与丁醇的嵌段共聚物(如Tergitol XH, 联合碳化物公司的注册商标)	1.11
酚	5.34
单氯代苯	79.96
	100.00

重量百分率

B. 实例14化合物	25.00
芳香或脂肪疏水基的复合有机磷酸盐的游离酸(如 GAFAC RE-610)	5.00
聚氧乙烯/聚氧丙烯与丁醇的嵌段共聚物(如Tergitol XH)	1.60
酚	4.75
单氯代苯	63.65
	100.00

II. 流动液

	<u>重量百分率</u>
A. 实例24化合物	25.00
甲基纤维素	0.30
硅石气凝胶	1.50
木质素磺酸钠	3.50
N-甲基-N-油烯基牛磺酸钠	2.00
水	67.70
	100.00

重量百分率

B. 实例18化合物	45.00
甲基纤维素	0.30
硅石气凝胶	1.50
木质素磺酸钠	3.50
N-甲基-N-油烯基牛磺酸钠	2.00
水	47.00
	100.00

III. 可湿性粉末

	<u>重量百分率</u>
A. 实例5 化合物	25.00
木质素磺酸钠	3.00
N-甲基-N-油烯基牛磺酸钠	1.00
无定形硅(合成的)	71.00
	100.00

	<u>重量百分率</u>
B. 实例21化合物	80.00
二辛基磺基琥珀酸钠	1.25
木质素磺酸钙	2.75
无定形硅(合成的)	16.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
C. 实例6 化合物	10.00
木质素磺酸钠	3.00
N-甲基-N-油稀基牛磺酸钠	1.00
高岭土	86.00
	<u>100.00</u>

IV. 粉剂

	<u>重量百分率</u>
A. 实例13化合物	2.00
美国活性白土	98.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
B. 实例10化合物	60.00
蒙脱土	40.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
C. 实例54化合物	30.00
甘醇	1.00
膨润土	69.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
D. 实例62化合物	1.00
硅藻土	99.00
	<u>100.00</u>

V. 颗粒剂

	<u>重量百分率</u>
A. 实例52化合物	15.00
颗粒状的美国活性白土(20/40筛孔)	85.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
B. 实例70化合物	30.00
硅藻土(20/40)	70.00
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
C. 实例58化合物	1.00
甘醇	5.00
亚甲蓝	0.10
叶蜡石	93.90
	<u>100.00</u>

	<u>重量百分率</u>
D. 实例46化合物	5.00
叶蜡石(20/40)	95.00
	<u>100.00</u>

当按本发明操作时,有效量的本发明化合物可施用于含有种子或无性繁殖体的土壤,或以任何便利的方式掺合于土壤介质。可用常规方法将液体的和微粒状固体的组合物运用于土壤,例如,用动力喷洒器、宽

幅喷雾器和手摇喷雾器以及雾状物喷洒器、组合物也能作为粉尘或喷雾由飞机喷洒因为它们能在低剂量时即可生效。

活性成份使用的精确量取决于各种因素，包括植物品种和它们的生长期、土壤的类型和状况、降雨量和所用的特定化合物。在以选择性萌发前运用于土壤时，通常使用的剂量从约0.02至约11.2公斤/公顷。最好是从约0.1至约5.60公斤/公顷。在某些情况下可能需要较低或较高的比率。本专业人员能容易地由本说明书（包括上面的那些例子）中决定出在任何特定情况时要使用的最适比率。

术语“土壤”是以其最广泛的意义使用的，包括1961年第二版非节略本，“韦伯斯特新国际辞典”中所规定的一切常规的“土壤”的含义。因此该术语涉及能使繁殖体长根和生长的任何物质或介质，并且，不仅包括土壤还包括适用于支持植物生长的混合肥料、粪肥、腐殖土、腐殖质、沙子等等。

虽然对本发明有关的特定的改变作了叙述，但其详情不能认为是对本发明的限制。