

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07D231/44

C07D405/04 C07D411/04

A01N 43/56

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98811455.0

[43] 公开日 2001 年 1 月 10 日

[11] 公开号 CN 1279671A

[22] 申请日 1998.10.31 [21] 申请号 98811455.0

[30] 优先权

[32] 1997.11.24 [33] DE [31] 19751943.1

[86] 国际申请 PCT/EP98/06906 1998.10.31

[87] 国际公布 WO99/26931 德 1999.6.3

[85] 进入国家阶段日期 2000.5.23

[71] 申请人 阿温提斯作物科学有限公司

地址 德国柏林

[72] 发明人 A·安格尔曼 H·法兰科 R·普鲁斯

U·哈特菲尔 H·瓦格纳 H·比灵格

T·奥勒尔 C·罗辛格

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所

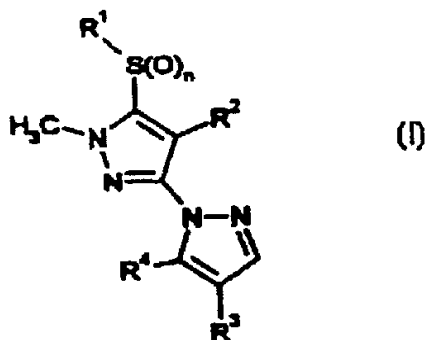
代理人 吴亦华

权利要求书 6 页 说明书 62 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代的吡唑基吡唑,其制备方法及其作为除草剂的用途

[57] 摘要

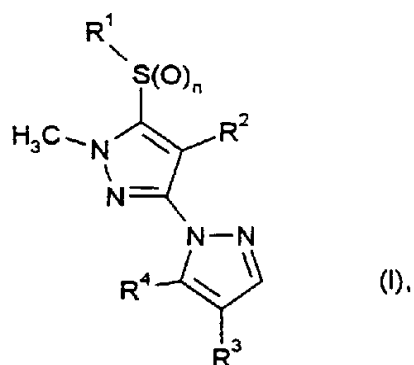
经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代的式(I)吡唑基吡唑被描述为除草活性化合物。在该式(I)中, R¹及 R⁴是不同的取代基, R²是卤素或氰基, R₃是氰基、硝基或硫代氮甲酰基及 n 是 0、1 或 2。



I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1. 一种经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基或 1-甲基-5-烷硫基取代的式 (I) 吡唑基吡唑，



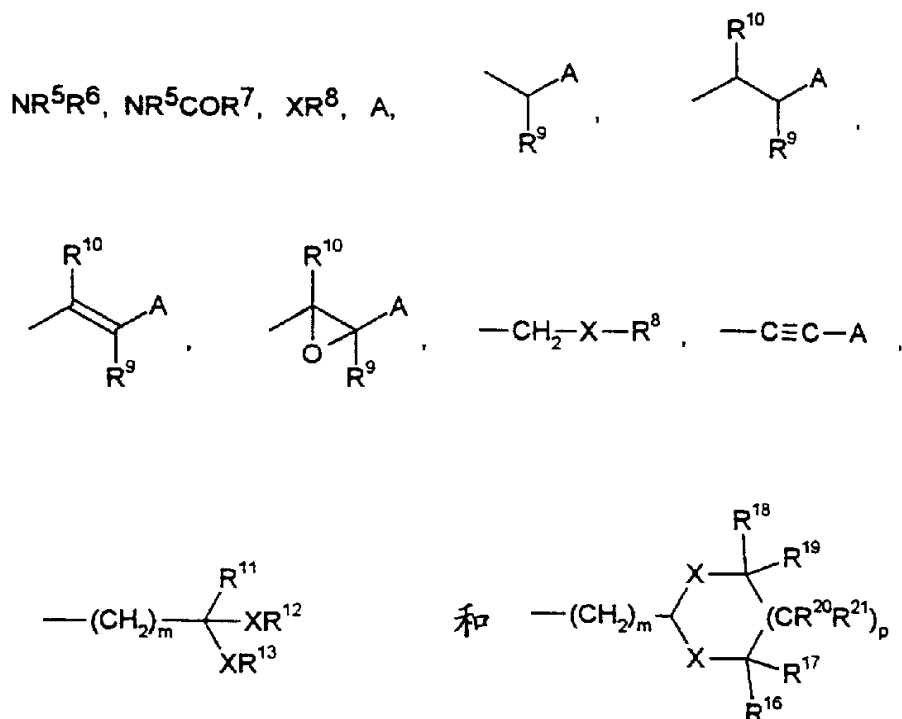
其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基、 $C_3 - C_8$ -环烷基或 $C_2 - C_3$ -烯基，这些基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

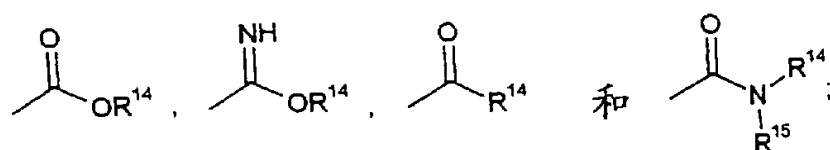
R^2 是卤素或氰基；

R^3 是氰基、硝基或硫代氨基甲酰基；

R^4 是卤素、未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代的 $C_1 - C_6$ -烷基或是下列一基团；

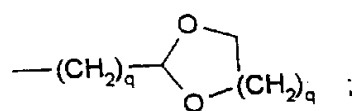


A 是氰基或是下列一基团；



R^5 是氢、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -烷基、 $\text{C}_3 - \text{C}_8$ -环烷基、 $\text{C}_2 - \text{C}_6$ -烯基或 $\text{C}_2 - \text{C}_6$ -炔基，上述后四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^6 是 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -烷基、 $\text{C}_3 - \text{C}_8$ -环烷基、 $\text{C}_2 - \text{C}_6$ -烯基或 $\text{C}_2 - \text{C}_6$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代，二- $(\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷氧基)- $\text{C}_1 - \text{C}_3$ -烷基或下面基团；



R^7 是氢、 $\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷基或 $\text{C}_3 - \text{C}_8$ -环烷基，上述后二个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^8 是 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -烷基，其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^9 是氢、 $\text{C}_1 - \text{C}_3$ -烷基、卤素、氨基、 $\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷基氨基或二- $(\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷基)氨基；

R^{10} 是氢、 $\text{C}_1 - \text{C}_3$ -烷基、卤素、氨基、羟基、 $\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷基氨基或二- $(\text{C}_1 - \text{C}_4$ -烷基)氨基；

R^{11} 是氢、 $\text{C}_1 - \text{C}_3$ -烷基或 XR^{12} 基团；

R^{12} 是 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -烷基，其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{13} 是 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -烷基，其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中

断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{14} 是 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_8$ -环烷基、 $C_2 - C_6$ -烯基或 $C_2 - C_6$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -烷氧基、 $C_1 - C_4$ -烷氧基羰基、氰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断，该杂原子选自氧及硫；

R^{15} 是 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_8$ -环烷基、 $C_2 - C_6$ -烯基或 $C_2 - C_6$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -烷氧基羰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，或

R^{14} 及 R^{15} 一起与连接的氮原子形成 3-、5- 或 6- 元饱和、部分饱和或完全不饱和环，其是未经取代或经一或多个甲基取代且其一个碳原子可被氧原子取代；

R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 及 R^{21} 分别为氢、未经取代或经一或多个相同或不同的卤原子取代的 $C_1 - C_4$ -烷基，或其中两个基团一起形成一个键；

X 是氧或硫；

m 是 0, 1 或 2；

n 是 0, 1 或 2；

p 是 0, 1 或 2 及

q 是 1 或 2。

2. 如权利要求第 1 项的式 (I) 吡唑基吡唑，

其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基或 $C_2 - C_3$ -烯基，这些基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代，该卤素原子是氯或氟及

R^2 是溴、氯、氟或氰基；

3. 如权利要求第 1 或第 2 项的式 (I) 吡唑基吡唑，

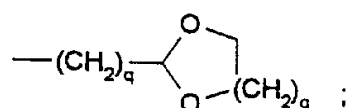
其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ - 烷基或 $C_3 - C_6$ - 环烷基, 其是未取代的或被一或多个相同或不同的卤素原子取代, 该卤素原子是氯或氟;

R^2 是溴、氯或氟基;

R^5 是氢、 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_6$ - 环烷基、 $C_2 - C_4$ - 烯基或 $C_2 - C_4$ - 炔基, 上述后四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^6 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_6$ - 环烷基、 $C_2 - C_4$ - 烯基或 $C_2 - C_4$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代, 二 - ($C_1 - C_4$ - 烷氧基) - $C_1 - C_3$ - 烷基或下面基团:



R^7 是氢、 $C_1 - C_4$ - 烷基或 $C_3 - C_6$ - 环烷基, 上述后二个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^8 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一个杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^{12} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一个杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^{13} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一个杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^{14} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_6$ - 环烷基、 $C_2 - C_4$ - 烯基或 $C_2 - C_4$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ - 烷氧基、 $C_1 - C_4$ - 烷氧基羰基、氰基或卤素的基团取代; 这四个基团的碳链可被一个杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫;

R^{15} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_6$ - 环烷基、 $C_2 - C_4$ - 烯基或 $C_2 - C_4$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -

烷氧基羰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，或

R^{14} 及 R^{15} 一起与连接的氮原子形成 3-、5- 或 6- 元饱和、部分饱和或完全不饱和环，其是未经取代或经一或多个甲基取代且其一个碳原子可被氧原子取代；

n 是 1 或 2；

4. 如权利要求第 1-3 之任一项的式 (I) 吡唑基吡唑，

其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基或 $C_3 - C_6$ -环烷基；

R^8 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{12} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{13} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

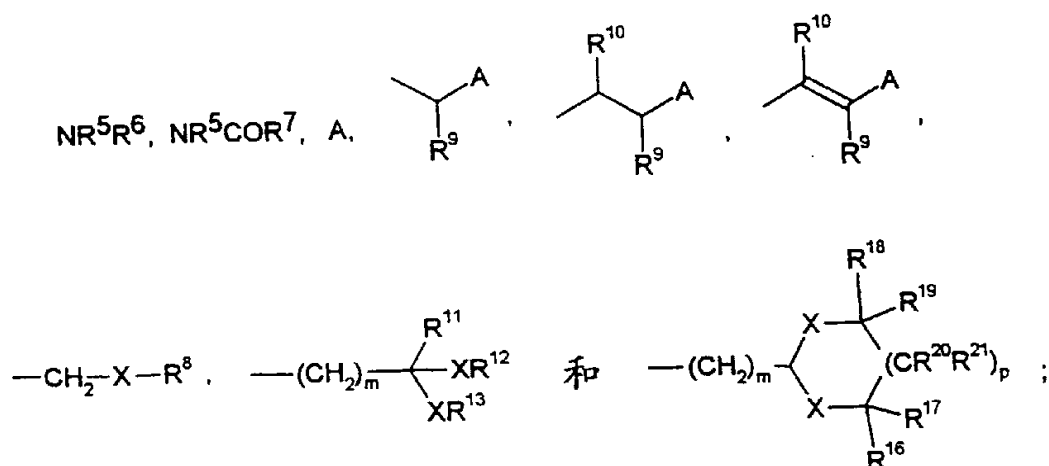
n 是 2。

5. 如权利要求第 1-4 之任一项的式 (I) 吡唑基吡唑，其中

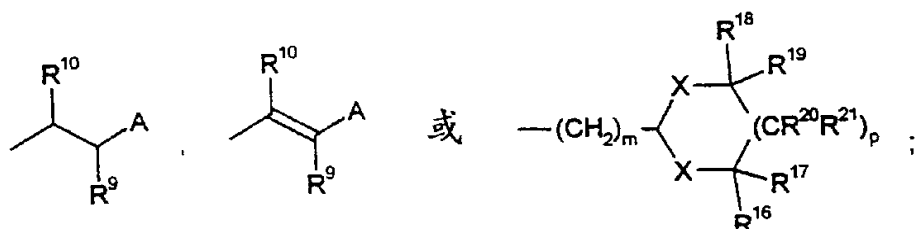
R^1 是甲基、乙基、丙基、异丙基或环丙基；

R^3 是氰或硝基及

R^4 是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代的 $C_1 - C_6$ -烷基或是下列一基团。



6. 如权利要求第 1-5 之任一项的式 (I) 吡唑基吡唑, 其中
 R^1 是甲基或环丙基;
 R^2 是氯或溴及
 R^4 是下列一基团。



7. 一种除草剂组合物, 其包括至少一种如权利要求第 1-6 之任一项的式 (I) 化合物。

8. 如权利要求第 6 项的除草剂组合物, 其为与配方辅剂的混合物。

9. 一种控制不想要的植物的方法, 其包括应用有效量的至少一种如权利要求第 1-6 之任一项的式 (I) 化合物在植物上或不想要的植物生长的地方。

10. 如权利要求第 1-6 之任一项的式 (I) 化合物的应用, 用于控制不想要的植物。

11. 如权利要求第 9 项的应用, 其中式 (I) 化合物被用在有用植物的栽培中以控制不想要的植物。

12. 如权利要求第 10 项的应用, 其中有用的植物是转基因的有用植物。

说 明 书

经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-
烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代
的吡唑基吡唑，其制备方法及其
作为除草剂的用途

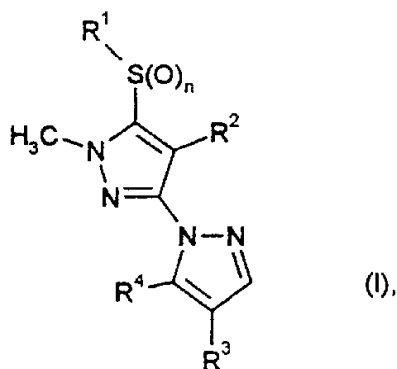
本发明系关于经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代的吡唑基吡唑、其制备方法及其作为除草剂的用途。

从不同的公开文献可知吡唑基吡唑具有除草活性。因此 EP-A 0542388、WO 94/08999 及 WO 96/09303 描述了这样的吡唑基吡唑，其在位置 5 带有氢或任选地经卤素取代的烷基、烷硫基或烷氧基。在优先权更早的未公开德国专利申请案号第 19623892.7 号中，提到吡唑基吡唑在位置 5 带有未经取代或经卤素取代的烷基、烷硫基、烷基亚磺酰基、烷基磺酰基或烷氧基。WO97/09313 揭示吡唑基吡唑，其在吡唑环上的位置 5 可被未经取代或经取代的烷基、烷氧基及烷硫基取代，及在其它吡唑环上的位置 4 可被硫代氨基甲酰基取代。

经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代的吡唑基吡唑的特别性质未揭示在这些公开文献中。此外，在这些公开文献中提到的化合物的除草活性总是不充分，若除草活性是充分的，则在有用的农作物上有选择性的问题。

本发明的目的是提供具有卓越生物性质的吡唑基吡唑。

此目的通过经 1-甲基-5-烷磺酰基、1-甲基-5-烷亚磺酰基及 1-甲基-5-烷硫基取代的式(I)吡唑基吡唑被达到



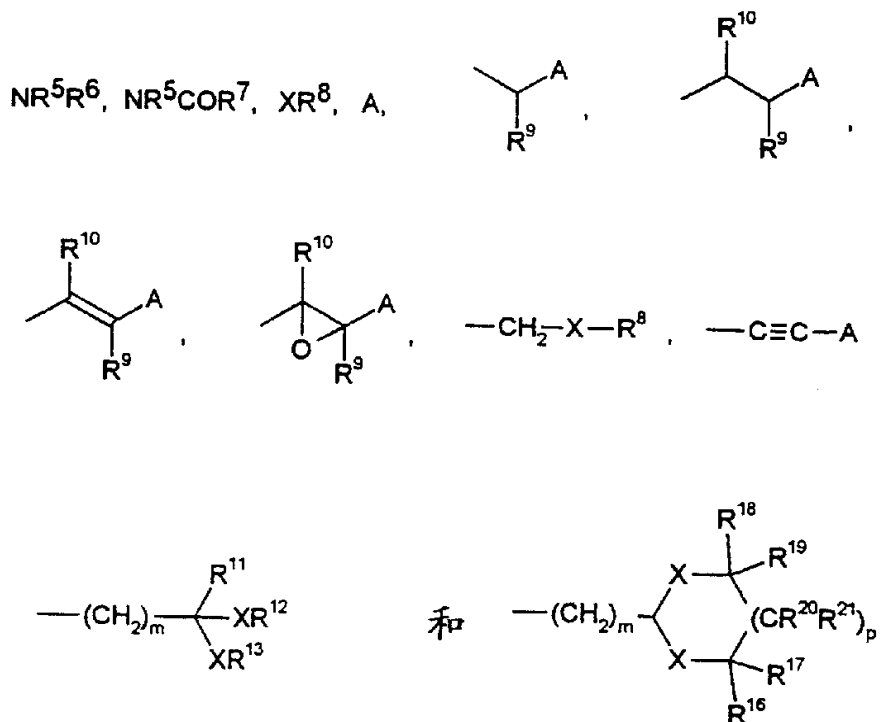
其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基、 $C_3 - C_8$ -环烷基或 $C_2 - C_3$ -烯基，这些基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

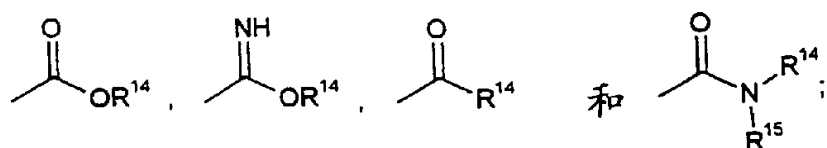
R^2 是卤素或氰基；

R^3 是氰基、硝基或硫代氨基甲酰基；

R^4 是卤素、未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代的 $C^1 - C^6$ -烷基或是下列一基团；



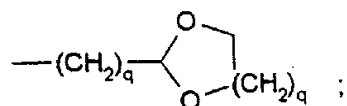
A 是氰基或是下列一基团；



R^5 是氢、 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_8$ -环烷基、 $C_2 - C_6$ -烯基或 $C_2 - C_6$ -炔基，上述后四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素

原子取代;

R^6 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_8$ - 环烷基、 $C_2 - C_6$ - 烯基或 $C_2 - C_6$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代, 二 - ($C_1 - C_4$ - 烷氧基) - $C_1 - C_3$ - 烷基或下面基团;



R^7 是氢、 $C_1 - C_4$ - 烷基或 $C_3 - C_8$ - 环烷基, 上述后二个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^8 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^9 是氢、 $C_1 - C_3$ - 烷基、卤素、氨基、 $C_1 - C_4$ - 烷基氨基或二 - ($C_1 - C_4$ - 烷基) 氨基;

R^{10} 是氢、 $C_1 - C_3$ - 烷基、卤素、氨基、羟基、 $C_1 - C_4$ - 烷基氨基或二 - ($C_1 - C_4$ - 烷基) 氨基;

R^{11} 是氢、 $C_1 - C_3$ - 烷基或 XR^{12} 基团;

R^{12} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^{13} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基, 其碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫, 该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代;

R^{14} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_8$ - 环烷基、 $C_2 - C_6$ - 烯基或 $C_2 - C_6$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ - 烷氧基、 $C_1 - C_4$ - 烷氧基羰基、氰基或卤素的基团取代; 这四个基团的碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断, 该杂原子选自氧及硫;

R^{15} 是 $C_1 - C_6$ - 烷基、 $C_3 - C_8$ - 环烷基、 $C_2 - C_6$ - 烯基或 $C_2 - C_6$ - 炔基, 这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -

烷氧基羰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一或多个相同或不同的杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，或

R^{14} 及 R^{15} 一起与连接的氮原子形成 3-、5- 或 6- 元饱和、部分饱和或完全不饱和环，其是未经取代或经一或多个甲基取代且其一个碳原子可被氧原子取代；

R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 及 R^{21} 分别为氢、未经取代或经一或多个相同或不同的卤原子取代的 C_1 - C_4 -烷基，或其中两个基团一起形成一个键；

X 是氧或硫；

m 是 0, 1 或 2；

n 是 0, 1 或 2；

p 是 0, 1 或 2 及

q 是 1 或 2。

“卤素”包括氟、氯、溴及碘。除非特别声明否则，优选是氯及氟。

“ C_1 - C_3 -烷基”是甲基、乙基、丙基及异丙基。 C_1 - C_6 -烷基是具有 1、2、3、4、5 或 6 个碳原子的直链或支链的烃基，如除了上述基团外，1-丁基、2-丁基、2-甲基丙基、叔-丁基、戊基、2-甲基丁基、1, 1-二甲基丙基及己基。对具有不同范围的碳原子数的烷基作类似的理解。

“ C_3 - C_8 -环烷基”包括环丙基、环丁基、环戊基、环己基、环庚基及环辛基。

“ C_2 - C_6 -烯基”及“ C_2 - C_6 -炔基”表示具有 2、3、4、5 或 6 个碳原子的直链或支链的烃基，此烃基包括至少一多键且此多键可位于相应不饱和基团的任一位置；优选不位于与式(I)化合物的其余部分连接的碳上。因此，“ C_2 - C_6 -烯基”表示例如乙烯基、烯丙基、2-甲基-2-丙烯基、2-丁烯基、戊烯基、2-甲基戊烯基及己烯基。“ C_2 - C_6 -炔基”表示例如乙炔基、炔丙基、2-甲基-2-丙炔基、2-丁炔基、2-戊炔基及 2-己炔基。对具有不同范围的碳原子数的烯基及炔

基作类似的理解。

如果烷基、烯基及炔基的碳链被多于一个杂原子中断，这些杂原子并非直接相邻。

“ $C_1 - C_4$ -烷基氧基”被理解为烷基氧基，其烃基类似于烷基的定义。对其它集合名词如“ $C_1 - C_4$ -烷基氨基”中烷基也作同样的理解。在“二- $(C_1 - C_4$ -烷基)氨基”中两个烷基可相同或不同。

若一基团是多取代的，则理解为此基团的至少两个及最多所有的氢原子被相同或不同的基团所取代。这样理解式(I)的不同取代基的组合的可能性，即遵守化学化合物的构建的一般原则，也就是说，不形成专业技术人员知道的化学上不稳定或不可能的化合物。

取决于取代基的类型和连接，式(I)化合物可能以立体异构体形式存在。若，例如，一或多个烯基存在着，可能出现非对映异构体。若，例如，一或多个不对称碳原子存在着，则可能出现对映异构体及非对映异构体。立体异构体可从制备而得到的混合物中通过常规分离方法，如色谱分离法，而得到。也可能通过使用光学活性起始物及/或辅剂，进行立体选择性反应，而制备立体异构体。因此，本发明也涉及所有立体异构体及其混合物，其也被式(I)所包含，但未作特别定义。

更感兴趣的是这样的式(I)化合物

其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基或 $C_2 - C_3$ -烯基，这些基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代，该卤素原子是氯或氟及

R^2 是溴、氯、氟或氰基；

特别感兴趣的是这样的式(I)化合物

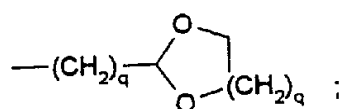
其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基或 $C_3 - C_6$ -环烷基，其未经取代或被一或多个相同或不同的卤素原子取代，该卤素原子是氯或氟；

R^2 是溴、氯或氰基；

R^5 是氢、 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基、 $C_2 - C_4$ -烯基或 $C_2 - C_4$ -炔基，上述后四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^6 是 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基、 $C_2 - C_4$ -烯基或 $C_2 - C_4$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代，二- $(C_1 - C_4$ -烷氧基)- $C_1 - C_3$ -烷基或下面基团；



R^7 是氢、 $C_1 - C_4$ -烷基或 $C_3 - C_6$ -环烷基，上述后二个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^8 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{12} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{13} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{14} 是 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基、 $C_2 - C_4$ -烯基或 $C_2 - C_4$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -烷氧基、 $C_1 - C_4$ -烷氧基羰基、氰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫；

R^{15} 是 $C_1 - C_6$ -烷基、 $C_3 - C_6$ -环烷基、 $C_2 - C_4$ -烯基或 $C_2 - C_4$ -炔基，这四个基团是未经取代或经一或多个相同或不同的选自 $C_1 - C_4$ -烷氧基羰基或卤素的基团取代；这四个基团的碳链可被一个杂原子中断，该杂原子选自氧及硫，或

R^{14} 及 R^{15} 一起与连接的氮原子形成 3-、5-或 6-元饱和、部分

饱和或完全不饱和环，其是未经取代或经一或多个甲基取代且其一个碳原子可被氧原子取代；

n 是 1 或 2；

优选的式 (I) 化合物

其中

R^1 是 $C_1 - C_3$ -烷基或 $C_3 - C_6$ -环烷基；

R^8 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧原子中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{12} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧原子中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

R^{13} 是 $C_1 - C_6$ -烷基，其碳链可被一个氧原子中断，该烷基是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代；

n 是 2。

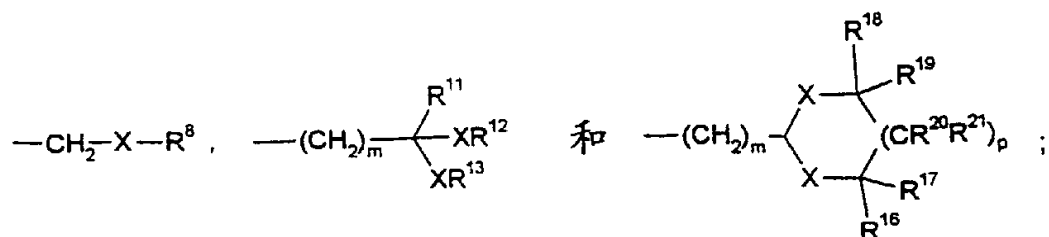
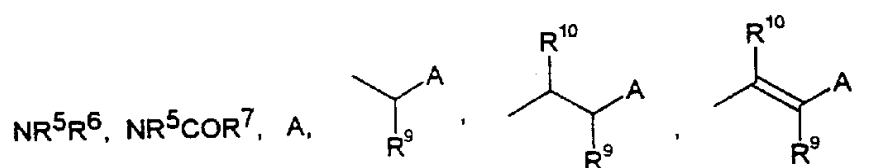
特别优选这样的式 (I) 化合物

其中

R^1 是甲基、乙基、丙基、异丙基或环丙基；

R^3 是氰基或硝基及

R^4 是未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代的 $C_1 - C_6$ -烷基或是下列一基团。



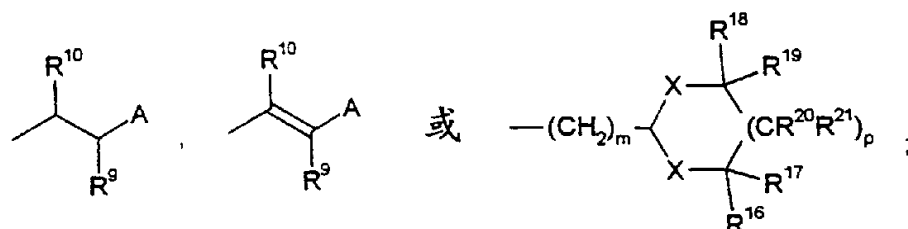
非常特别优选这样的式 (I) 化合物

其中

R^1 是甲基或环丙基;

R^2 是氯或溴及

R^4 是下列一基团



依照本发明化合物的制法本身是已知的, 或其可通过已知方法的组合而类似地实施。依照本发明的式(I)化合物, 其中

n 是 0 及

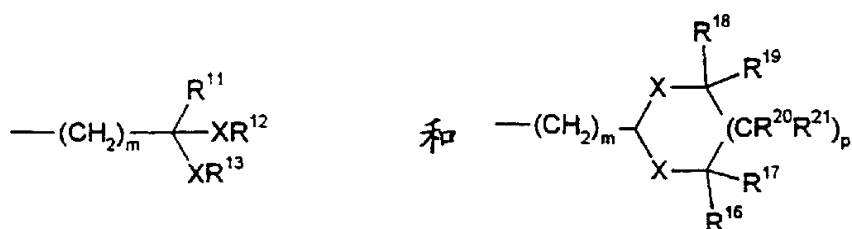
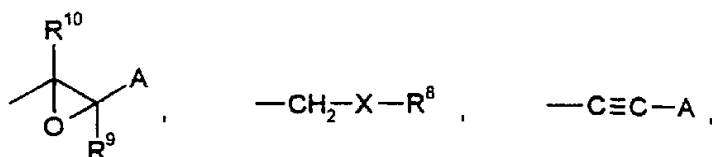
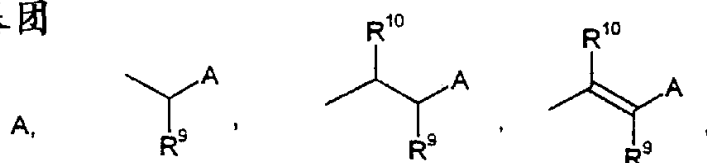
R^4 是氢、卤素、 NR^5R^6 、 NR^5COR^7 、 XR^8 或未经取代或经一或多个相同或不同的卤素原子取代的烷基

的制法由 WO 94/08999 已知。

此外, 依照本发明的式(I)化合物, 其中

n 是 0 及

R^4 是下列一基团



的制法已见于 WO 96/09303 及德国专利申请 Nr. 19623892.7 中。

依照本发明的式(I)化合物, 其中 n 是 1 或 2 可通过相应的式(I)

化合物（其中 n 是 0）由专业技术人员已知方法给予制备，如与适合的氧化剂反应而制备。适合的氧化剂为，例如，次氯酸盐、有机过酸如间-过氯苯甲酸及过乙酸、无机试剂如过硫酸氢钾制剂、氯气、过氧化氢、高碘酸钠、过硼酸钠、高锰酸钾及大气中的氧气。

新颖化合物可以常规配方的可湿性粉末、可乳化的浓缩物、可喷雾的溶液、喷粉剂或颗粒的形式被使用。因此，本发明也提供除草及调节植物生长的组合物，它包含式(I)化合物。

式(I)化合物可根据给定的生物及/或物化参数而以不同方式给予配制。适合的配方选择是可湿性粉末(WP)、水可溶的粉末(SP)、水可溶的浓缩物、可乳化的浓缩物(EC)、乳液(EW)如水包油型及油包水型乳液、可喷雾的溶液、悬浮浓缩物(SC)、以油或水为基的分散液、油可溶混的溶液、胶囊悬浮物(CS)、喷粉剂(DP)、拌种剂、用于播撒及土壤施用的颗粒、微颗粒型式的颗粒(GR)、喷雾颗粒、涂覆颗粒及吸附颗粒、水可分散颗粒(WG)、水可溶颗粒(SG)、ULV 配方、微胶囊及蜡剂。

这些个别配方种类原则上是已知的及已见于，例如 Winnacker-küchler, "Chemische Technologie" (化学技术), Volume 7, C. Hauser Verlag Munich, 4th. Edition 1986; Wade van Valkenburg, "农药配方", Marcel Dekker, N. Y., 1973; K. Martens, "喷雾干燥" Handbook, 3rd Ed. 1979, G. Goodwin Ltd. London.

配方的所需辅剂，如惰性物质、表面活性剂、溶剂及其它添加剂也为已知及见于，例如 Watkins, "杀虫剂粉末稀释剂及载体的手册", 2nd Ed., Darland Books, Caldwell N. J., H. V. Olphen, "粘土胶体化学的介绍", 2nd Ed., J. Wiley & Sons, N. Y.; C. Marsden, "溶剂指南"; 2nd Ed., Interscience, N. Y. 1963; McCutcheon's "清洁剂及乳化剂年报", MC Publ. Corp., Ridgewood N. J.; Sisley 及 Wood, "表面活性剂百科全书", Chem. Publ. Co. Inc., N. Y. 1964; Schönfeldt, "Grenzflächenaktive Äthylenoxidaddukte" [表面活性环氧乙烷加成物], Wiss. Verlagsgesell., Stuttgart 1976;

Winnacker-Küchler, "Chemische Technologie", Volume 7, C. Hauser Verlag Munich, 4th Edition 1986.

基于这些配方可能与其它农药活性物质, 例如杀虫剂、杀螨剂、除草剂及杀真菌剂, 产生组合, 也可能与安全剂、肥料及/或生长调节剂, 例如以现成配剂或桶混形式, 产生组合。

可湿性粉末是可均匀分散在水中的制剂, 其除了活性化合物外, 也包括稀释剂或惰性物质、离子及/或非离子型的表面活性剂(润湿剂、分散剂), 例如聚乙氧基化烷基酚、聚乙氧基化脂肪醇、聚乙氧基化脂肪胺、脂肪醇聚乙二醇醚硫酸盐、烷基磺酸盐、烷基苯磺酸盐、木质磺酸钠盐、2, 2' - 二萘基甲烷 - 6, 6' - 二磺酸钠盐、二丁基萘磺酸钠盐或油酰甲基牛磺酸钠盐。为了制备可湿性粉末, 除草活性化合物在例如常规装置如锤磨机、风扇粉磨机及空气喷射粉磨机中细研磨, 及同时或随后与配方辅剂混合。

可乳化的浓缩物系通过将活性化合物溶于添加有一或多种离子及/或非离子型的表面活性剂(乳化剂)的有机溶剂中, 例如丁醇、环己酮、二甲基甲酰胺、二甲苯及其它较高沸点芳香族化合物或烃或有机溶剂的混合物。使用的乳化剂例如为烷基芳基磺酸钙盐如十二烷基苯磺酸钙盐, 或非离子乳化剂如脂肪酸聚乙二醇酯、烷基芳基聚乙二醇醚、脂肪醇聚乙二醇醚、环氧丙环 - 环氧乙烷缩合产物、烷基聚醚、脱水山梨糖醇酯如脱水山梨糖醇脂肪酸酯, 或聚氧乙烯脱水山梨糖醇酯如聚氧乙烯脱水山梨糖醇脂肪酸酯。

喷粉剂是通过将细分固体物质, 例如滑石、天然白土如高岭土、皂土及叶蜡石或硅藻土与活性化合物一起研磨而制得。

悬浮浓缩物可能以油或水为基础。其可能通过使用市售珠磨机的湿磨而制得, 必要时添加表面活性剂, 例如在其它配方类型已提及的那些。

乳液, 例如水包油型乳液(EW), 其可通过搅拌、胶体研磨及/或静态混合器使用含水的有机溶剂及, 若需要, 上述的表面活性剂, 例如在其它配方类型中提及的那些, 而制得。

颗粒可通过将活性化合物喷至吸附性颗粒化的惰性物质上或将活性化合物浓缩物以借助于粘合剂(如聚乙烯醇、聚丙烯酸钠或其它矿物油)涂覆至载体(如沙、高岭土或颗粒化的惰性物质)的表面而制得。适合的活性化合物也可以与制备肥料颗粒相同方式颗粒化,若需要,可与肥料一起混合。

水可分散颗粒通常通过常规方法,如喷雾干燥、流化床颗粒化作用、圆盘颗粒化作用、使用高速混合器的混合作用及无固体惰性物质的挤压作用,给予制备。

对于圆盘、流化床、挤压及喷雾颗粒可参考“喷雾干燥手册” 3rd ed. 1979, G. Goodwin Ltd., London; J. E. Browning, “附聚作用”, Chemical and Engineering 1967, pages 147 ff.; “Perry's 化学工程手册”, 5th Ed., McGraw-Hill, New York 1973, pp. 8-57.

用于配制农作物保护产品进一步的详细方法可参考 G. C. Klingman, “Weed Control as a Science” (杂草控制科学), John Wiley and Sons Inc., New York, 1961, pages 81-96 and J. D. Freyer, S. A. Evans, “Weed Control Handbook” (杂草控制手册), 5th Ed., Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1968, pages 101-103.

农药配方通常包括 0.1 至 99 重量%,特别是 0.1 至 95 重量%,的式(I)活性化合物。

在可湿性粉末中,活性化合物的浓度为从约 10 至 90 重量%,剩余部分至 100 重量%是由常规配方成分组成的。在可乳化的浓缩物中,活性化合物的浓度可能从约 1 至 90 重量%,优选从 5 至 80 重量%。在喷粉剂配方中包括从 1 至 30 重量%的活性化合物,通常优选从 5 至 20 重量%的活性化合物,可喷雾的溶液包括从约 0.05 至 80 重量%,优选从 2 至 50 重量%的活性化合物。在水可分散颗粒中,活性化合物的含量部分视活性化合物为液体还是固体及颗粒化辅剂、填料等等而定。在水可分散颗粒中,活性化合物的含量是介于 1 及 95 重量%,优选是介于 10 至 80 重量%。

此外，这些活性化合物配方可包含在每种情况下常规的胶粘剂、润湿剂、分散剂、乳化剂、渗透剂、防腐剂、抗冻剂、溶剂、填料、载体、色料、消泡剂、蒸发抑制剂及 pH 和粘度调节剂。

依据本发明式(I)化合物具有显著的除草活性以抵抗一广阔的在经济上重要的单子叶及双子叶的有害植物。活性化合物也可有效地作用在多年生杂草，其从地下茎、块根或其它永久器官处长芽且其难于控制。在本文中，不论活性化合物是应用在播种前、苗前或苗后都同样有效。详细地以举例方式提到一些典型单子叶及双子叶杂草植物，其可被依据本发明的化合物控制，但这并不意味着限定于这些特定的种类。

单子叶杂草例如有一年生的燕麦属、毒麦属、看麦娘属，薹草属，稗属，马唐属，狗尾草属，及莎草属种类及多年生的冰草属，狗牙根属，白茅属，高粱属及多年生的莎草属种类。

在双子叶杂草种类中，作用谱的范围例如包括，一年生的猪殃殃属，苘菜属，婆婆纳属，野芝麻属，繁缕属，苋属，欧白芥属，番薯属，母菊属，苘麻属及黄花稔属，及多年生的旋花属，蓟属，酸模属和蒿属。

依据本发明的活性成分也可有效显著地控制稻米生长的特殊条件下生长的杂草，例如，稗属，慈姑属，泽泻属，荸荠属，蔗草属及莎草属。

若依据本发明的化合物被施用至发芽前的土壤表面，则可完全防止长出杂草或杂草生长至长出子叶然后停止生长，经过 3 至 4 个星期即会完全死亡。

若在苗后方法中活性化合物被应用至植物绿色部分，处理后短时间内会出现急剧的生长停止且杂草植物会维持在施用时的生长阶段，或一定时间后会完全死亡，以致以此方式及早并持久地消除杂草竞争，该杂草竞争对农作物植物是有害的。

虽然依据本发明的化合物具有极佳的除草活性以抵抗单子叶及双子叶杂草植物，但对重要的经济农作物，例如，小麦、大麦、黑麦、稻米、玉米、甜菜、棉花及大豆一点都无害，或只有很小的伤害。基

于上述理由，本发明化合物是一极适宜用在农业或装饰植物种植中以选择控制不想要的植物的生长。

由于他们的除草性质，活性化合物也可被运用在已知的或待开发的基因工程改变的农作物栽培中以控制有害的植物。转基因的植物通常具有特别优越的性质，例如，抵抗某些农药，特别是某些除草剂，抵抗植物疾病或导致植物疾病的有机体，例如，昆虫或微生物如真菌、细菌或病毒。其它特殊性质涉及，例如，收获产品的量、性质、储存稳定性、组成及特定成分这些方面。因此，具有增加淀粉含量或淀粉的改良性质或具有收获产物的不同脂肪酸组成的转基因植物是已知的。

依据本发明的式(I)化合物用于重要的经济转基因的农作物及装饰植物，例如，谷类如小麦、大麦、黑麦、燕麦、黍、稻米、木薯及玉米或甜菜、棉花、大豆、油菜、马铃薯、蕃茄、豌豆及其它蔬菜物种是优选的。

优选地，式(I)化合物可作为除草剂用于耐除草剂植物毒性或通过基因工程而耐除草剂的植物毒性的农作物。

用以制备新颖植物（其与已知植物相比具有已改良的性质）的传统方法例如有传统的繁殖方法及突变种的生殖。或者，具有已改良性质的植物可以基因工程方法给予繁殖（见，例如，EP - A0221044，EP - A0131624）。例如，有下述数种情况

- 在农作物方面基因工程的改变是为了改良植物的淀粉合成（例如，WO 92/11376，WO 92/14827，WO 91/19806）。

- 转基因的农作物抵抗草铵膦（例如，EP - A 0242236，EP - A 0242246）或草甘膦（WO 92/00377）、或磷酸脲型（EP - A 0257993，US - A 5013659）除草剂。

- 转基因的农作物，例如棉花，具有产生苏云金芽孢杆菌毒素（Bt toxins）的能力，其使得植物抵抗某些害虫（EP - A 0142924，EP - A 0193259）。

- 具有已改良的脂肪酸组成的转基因的农作物（WO 91/13972）。

可用于具有改良性质的新颖转基因的植物的制造的多数分子生物技术原则上是常规的，见，例如，Sambrook 等，1989，*Molecular Cloning, A Laboratory Manual*（分子克隆，实验室手册），2nd ed. Cold Spring Harbor Laboratory Press, Cold Spring Harbor, NY; or Winnacker “Gene und Klone”（基因和克隆），VCH Weinheim, 2nd edition 1996, or Christou, “Trends in Plant Science”（植物科学趋势）1(1996) 423-431。为了实施此基因工程技术，可能导入核酸分子至质体，其允许通过 DNA 序列重组而发生突变或序列上改变。使用上述标准方法，可能进行例如交换碱基、移除部分序列或加入天然或合成的序列。为了联结每一 DNA 片段，可能连结接合体或衔接物至片段。

具有已减低活性的基因产物的植物细胞可被这样制备，例如，通过表达至少一合适的反义 - RNA、有义 - RNA 以达到共同抑制效果，或通过表达至少一合适构建的核酶，其特异性切断上述基因产物的转录。为了达到这一目的，可能使用包含可能存在的任何侧翼序列的基因产物的整个编码序列的 DNA 分子及仅包括部分编码序列的 DNA 分子两者，所述部分编码序列须足够长以在细胞中引起反义效果。也可能使用这样的 DNA 序列，其对基因产物的编码序列具有高程度的同源性，但不是完全相同。

当在植物中表达核酸分子时，合成的蛋白质可被定位在植物细胞的任何所需区室中。然而，为达到定位在某区室中，可能将编码区域与 DNA 序列连结，该 DNA 序列确保在某区室中的定位。此序列是本领域技术人员所知的，参见，例如 Braun 等，EMBO J. 11 (1992), 3219-3227; Wolter 等，Proc. Natl. Acad. Sci. USA 85(1988), 846-850; Sonnewald 等，Plant J. 1 (1991), 95-106)。

转基因植物的细胞可使用已知技术而再生成整个植物。转基因植物原则上可以是任何想要的植物物种，即单子叶及双子叶两者。以此方式，可能得到通过同源(天然)基因或基因序列的过度表达、压抑及抑制作用，或异源(外来)基因或基因序列的表达而具有已改良性质的

转基因植物。

优选将本发明的式(I)化合物用于这样的转基因作物，它们对磺酰脲、草铵膦或草甘膦-异丙基铵和类似活性物质的除草剂具有耐性。

当在转基因的农作物上使用依据本发明的活性化合物时，除了可见于其他农作物的对有害植物的控制效果外，当施用在相应的转基因农作物上通常出现特别的效果，例如可被控制的杂草的范围得到改变和尤其被拓宽，改变的施用量，优选是与转基因所耐受的除草剂良好的可组合性，及影响转基因农作物的生长及产率。

因此本发明也提供依据本发明的式(I)化合物作为除草剂以在转基因人工培植植物中控制有害植物。

依据本发明的式(I)化合物的施用量随外在条件如温度、湿度、施用除草剂的性质而不同。活性物质可在一大范围内变化，例如介于0.001及10.0kg/ha或更多，但优选是介于0.005及5kg/ha间。

实施例

A 配方实例

A.1 喷粉剂

一喷粉剂是通过混合10重量份的式(I)化合物及90重量份作为惰性物质的滑石，且在锤磨机粉碎混合物，而得到。

A.2 可分散粉末

一水可分散的可润湿粉末是通过混合25重量份的式(I)化合物、64重量份作为惰性物质的含高岭土的石英、10重量份的木质素磺酸钾盐及1重量份作为润湿剂及分散剂的油酰甲基牛磺酸钠盐，且在棒磨机研磨混合物，而得到。

A.3 分散浓缩物

一水可分散的分散浓缩物是通过混合20重量份的式(I)化合物、6重量份的烷基酚聚乙二醇醚([®]Triton X 207)、3重量份的异十三烷醇聚乙二醇醚(8 E0)及71重量份石蜡矿物油(沸点范围，例如，从约255至277℃)，且在球磨机研磨混合物至细度小于5微米，而得

到。

A. 4 可乳化的浓缩物

一可乳化的浓缩物是通过混合 15 重量份的式(I)化合物、75 重量份作为溶剂的环己酮及 10 重量份作为乳化剂的乙氧基化的壬基酚，而得到。

A. 5 水可分散的颗粒

水可分散的颗粒是通过混合 75 重量份的式(I)化合物、10 重量份的木质素磺酸钙盐、5 重量份的十二烷基硫酸钠盐、3 重量份的聚乙烯醇及 7 重量份的高岭土，在棒磨机研磨混合物及在流化床用水作为造粒液体喷雾以颗粒化，而得到。

水可分散的颗粒也可通过在胶体研磨中均化及预粉碎 25 重量份的式(I)化合物、5 重量份的 2, 2' - 二萘基甲烷 - 6, 6' - 二磺酸钠盐、2 重量份的油酰甲基牛磺酸钠盐、1 重量份的聚乙烯醇及 17 重量份的碳酸钙及 50 重量份的水，随后在珠磨机研磨，及在喷雾塔中使用单一物质的喷嘴粉化及干燥得到的悬浮液，而得到。

B. 制备实例

B. 1 4- 氟基 - 5 - 二乙氧甲基 - 1 - (4 - 氯 - 1 - 甲基 - 5 - 甲硫基 - 3 - 吡唑基)吡唑

在 - 30℃ 时，2.0 克 (6.2 毫摩尔) 的 4- 氟基 - 5 - 二乙氧甲基 - 1 - (1 - 甲基 - 5 - 甲硫基 - 3 - 吡唑基)吡唑在 50 毫升的二氯甲烷中与 0.9 克 (6.5 毫摩尔) 的硫酰氯搅拌 3 小时。随后，将反应混合物搅拌入碳酸氢钠溶液中及用二氯甲烷萃取，有机层被干燥 (硫酸钠) 及浓缩。粗产物使用乙酸乙酯/己烷作为洗脱剂的硅胶色谱法以得到想要的标题化合物，其为无色晶体。产率：1.80 克 (81.3% 理论值)，熔点：129 - 132℃。

中间体的制备

a) 3 - 氨基 - 4 - 氟基 - 1 - 甲基 - 5 - 甲基硫基吡唑

9.63 克 (56.6 毫摩尔) 的二(甲基硫基)亚甲基丙二腈悬浮在 50 毫

升的水中及与 3.7 毫升 (67.9 毫摩尔) 的甲胼混合。混合物在沸点时加热 1 小时, 冷却反应溶液及吸滤沉淀物, 从乙醇中再结晶。产率: 6.55 克 (68.8% 理论值), 熔点: 120 - 121℃。

b) 3-氨基-1-甲基-5-甲基巯基吡唑

5.55 克 (33.0 毫摩尔) 的 3-氨基-4-氰基-1-甲基-5-甲基巯基吡唑与 50 毫升的 32% 浓度氢氧化钠水溶液加热至沸点且持续 24 小时。反应混合物被冷却、用磷酸二氢酸钠溶液轻微酸化、在 50℃ 时加热 8 小时且随后用乙酸乙酯萃取。有机层用硫酸钠干燥、浓缩及用柱色谱法纯化 (硅胶、己烷/乙酸乙酯)。产率: 1.9 克 (39.8% 理论值)。

c) 3-胼基-1-甲基-5-甲基巯基吡唑

在 0℃ 时, 1.1 克 (15.8 毫摩尔) 的亚硝酸钠在 4 毫升的水中, 逐滴加至 1.9 克 (13.1 毫摩尔) 的 3-氨基-1-甲基-5-甲基巯基吡唑在 18 毫升的浓盐酸中, 及此混合物在 0℃ 时搅拌 2 小时。在 -30℃ 时, 7.4 毫升 (32.8 毫摩尔) 的氯化亚锡水合物在 5.5 毫升浓盐酸中的溶液被逐滴加至混合物中且在此温度搅拌 3 小时。此混合物用 32% 浓度氢氧化钠水溶液碱化及用二氯甲烷萃取。有机层被干燥 (硫酸钠) 及溶剂被抽去, 得到 2.0 克的产物, 其无须进一步纯化即可使用。

d) 4-氰基-5-二乙氧甲基-1-(1-甲基-5-甲硫基-3-吡唑基)-吡唑

2.0 克 (12.6 毫摩尔) 的 3-胼基-1-甲基-5-甲基巯基吡唑及 2.86 克 (12.6 毫摩尔) 的 2-氰基-4,4-二乙氧基-1-(N,N-二甲基氨基)-1-丁烯-3-酮在 30 毫升的乙醇中加热回流 5 小时。然后混合物用旋转蒸发器浓缩及残留物用硅胶色谱分离。得到 2.50 克 (79%) 的中间体, 其为粘性油。

B.2 4-氰基-5-二乙氧甲基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑

1.0 克 (2.8 毫摩尔) 的 4-氰基-5-二乙氧甲基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲硫基-3-吡唑基)-吡唑 (实例 B.1) 及 1.0 克 5.8 毫摩尔的间-氯过苯甲酸在 10 毫升的二氯甲烷中, 在 0℃ 时搅拌 3 小时

且随后在室温时持续搅拌 12 小时。反应混合物用硫代硫酸钠溶液、碳酸氢钠溶液及水洗及干燥(硫酸钠)，及蒸发溶剂。硅胶柱色谱分离(乙酸乙酯/己烷)得到产物，其为无色薄片。产率：0.87 克(80%理论值)，熔点：129 - 132℃。

B.3 4-氟基-5-(1,3-二氧戊环-2-基)-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑

0.6 克(1.5 毫摩尔)的 4-氟基-5-二乙氧甲基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑(实例 B.2)及 0.5 毫升的乙二醇与 10 毫克的对-甲苯磺酸在 20 毫升甲苯中加热回流 3 小时。与碳酸氢钠及水摇晃、干燥(硫酸钠)及使用旋转蒸发器浓缩，得到结晶形式的产物，若其需进一步纯化，可通过再结晶或硅胶柱色谱法。产率：0.52 克(94%理论值)，熔点：154 - 158℃。

B.4 4-氟基-5-(1,3-二噁烷-2-基)-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑

1.0 克(3.2 毫摩尔)的 4-氟基-5-甲酰基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑、0.35 克(4.6 毫摩尔)的 1,3-二羟基丙烷及 10 毫克的对-甲苯磺酸在 40 毫升甲苯中在水分离器中加热 3 小时。如实例 1.3 后处理，得到标题化合物，其为无色晶体。产率：0.98 克(82.4%理论值)，熔点：210 - 214℃。

前体的制备

4-氟基-5-甲酰基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑

1.10 克(3.5 毫摩尔)的 4-氟基-5-二乙氧甲基-1-(4-氯-1-甲基-5-甲基磺酰基-3-吡唑基)-吡唑溶于 20 毫升的 1,4-二噁烷，然后加入 2 毫升的 50%浓度硫酸，加热回流 2 小时。溶液被冷却及挥发性成分被蒸发，残留物溶于二氯甲烷，用水及碳酸氢钠溶液萃取。用硫酸钠干燥及用旋转蒸发器浓缩，得到 0.95 克(86%)想要的醛，其无须进一步纯化即可用于反应。

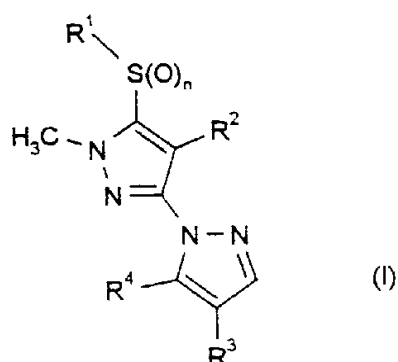
表中列出的化合物可通过相同或相似的方法给予制备

下文使用缩写的意义

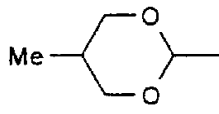
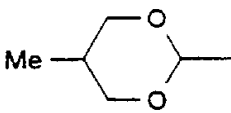
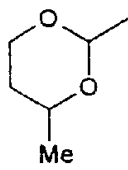
B. I.	折射率	F. P.	熔点
Et	乙基	Me	甲基
Pr	正丙基	i - Pr	异丙基
c - Pr	环丙基	Bu	正丁基
Bn	苄基	Ph	苯基

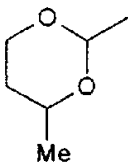
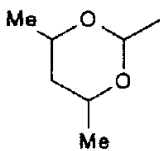
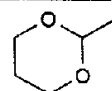
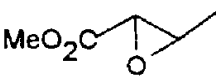
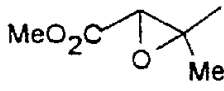
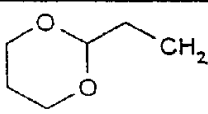
表:

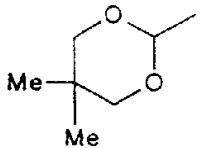
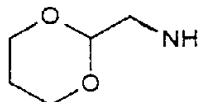
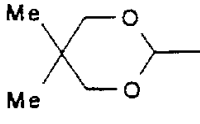
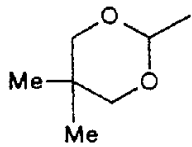
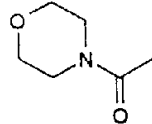
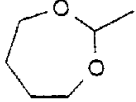
依据本发明的式(1)化合物

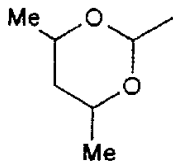
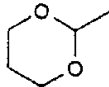
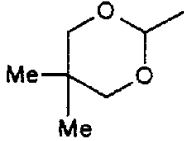
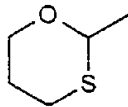
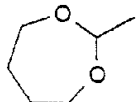


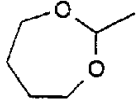
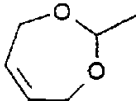
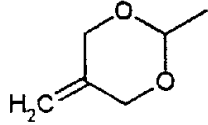
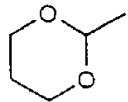
实例 (Nr.)	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
5	Me	2	Cl	CN	CH(OPr) ₂	
6	Et	2	Cl	NO ₂	CO ₂ Pr	
7	Pr	2	Cl	CN	(CH ₂) ₂ CO ₂ Et	

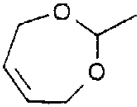
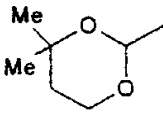
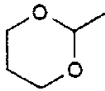
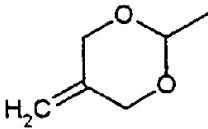
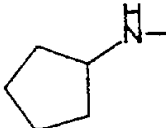
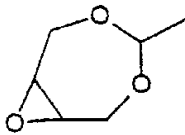
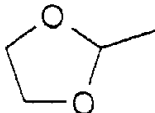
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
8	Me	2	Br	CN	CH(OMe) ₂	
9	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CN	
12	Et	2	Cl	NO ₂	(CH ₂) ₂ CN	
11	Me	0	Br	CN	CH(OEt) ₂	106-107
12	Me	2	Cl	CN		155-158
13	Et	2	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Et	
14	Me	2	Br	CN		166-168
15	Me	2	Cl	CN		153-157
16	Me	2	Cl	CN	CH=CHCO ₂ CH ₂ C≡CH	
17	Et	1	Cl	NO ₂	(CH ₂) ₂ C(OEt) ₃	
18	Me	1	Br	CN	CH(OEt) ₂	
19	Me	2	Cl	CN	CH ₂ C(OMe) ₃	
20	Et	0	Cl	NO ₂	CH=CHCO ₂ CH ₂ CH=CH ₂	
21	Pr	1	Br	CN	CCl=CClCO ₂ Pr	
22	Me	2	Cl	CN	CH=CHCO ₂ (CH ₂) ₂ OMe	
23	Et	2	Br	NO ₂	CH=CClCO ₂ Et	

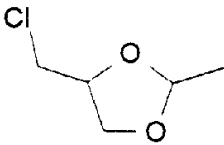
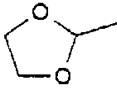
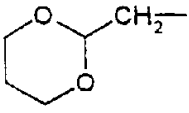
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
24	Me	2	Br	CN		166-167
25	Me	2	Br	CN	CH(OEt) ₂	
26	Me	2	Cl	CN	CH=CHCO ₂ CH ₂ CF ₃	
27	Et	2	Cl	CN	(CH ₂) ₂ C(OEt) ₃	
28	Me	2	Cl	CN		138-141
29	Me	2	Br	CN	CH=CHCO ₂ CH ₂ CO ₂ Me	
30	Et	2	Cl	CN	C(=NH)OMe	
31	Me	2	Br	CN	CH ₂ CHClCN	
32	Me	0	Cl	CN		115-118
33	i-Pr	0	Cl	CN		
34	Me	2	Br	CN	CH(OPr) ₂	
35	Me	2	Cl	C(=S)NH ₂	NMe ₂	
36	Et	2	Cl	CN		
37	Me	2	Cl	CN	NMe ₂	151-153
38	Et	2	Cl	NO ₂		

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
39	Me	2	Cl	CN		175-178
40	Me	2	Cl	CN		157-158
41	Me	2	Br	CN	CH=CHCN	
42	Me	2	Br	CN	COCH ₂ C≡CH	
43	c-Pr	2	Cl	CN		
44	Me	2	Cl	C(=S)NH ₂	CO(CH ₂) ₂ CO ₂ Et	
45	Me	2	Br	CN		172-173
46	Me	2	Cl	CN	C(=O)NEtMe	
47	Et	2	Cl	CN		
48	Pr	0	Br	NO ₂	CO(CH ₂) ₂ CN	
49	Et	2	Cl	CN	CO ₂ (CH ₂) ₂ OEt	
50	Me	2	Cl	CN		193-196
51	Pr	1	Cl	NO ₂	CO ₂ CH ₂ CF ₃	
52	Me	2	Br	CN	CH=CHCO ₂ Et	

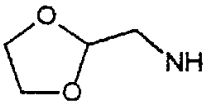
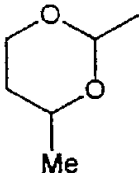
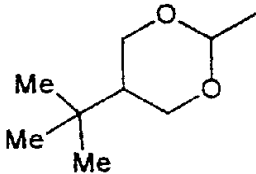
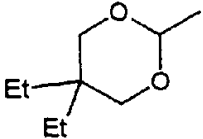
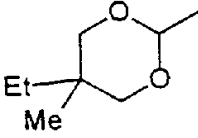
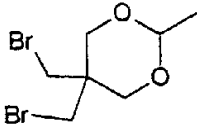
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
53	Me	2	Br	CN	COCF ₃	
54	Me	2	Br	CN		123-124
55	Me	2	Cl	CN	COCH ₂ CF ₃	
56	Me	1	CN	CN		205-207
57	Et	2	Cl	CN	CH ₂ OMe	119-121
58	Et	2	Cl	NO ₂	CH(NHMe)CHMeCN	
59	Me	2	Br	CN	CHClCHMeCN	
60	Me	2	CN	CN		202-205
61	Et	2	Cl	NO ₂	CCl=CHCN	
62	i-Pr	2	Cl	CN	CH(O(CH ₂) ₂ OMe) ₂	
63	Me	2	Br	CN		
64	Et	2	Cl	NO ₂	CH(OCH ₂ OMe) ₂	
65	Me	2	Br	CN	CH ₂ CHClCO ₂ Me	
66	Me	2	CN	CN		193-197
67	Pr	2	Cl	NO ₂	N(Me)CH ₂ CH=CH ₂	
68	c-Pr	2	Cl	CN	NHCO-c-Pr	

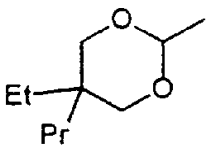
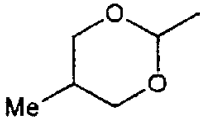
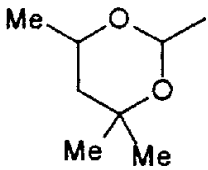
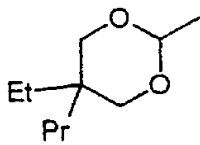
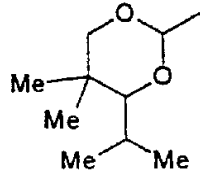
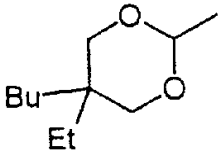
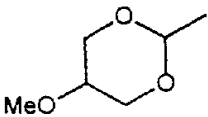
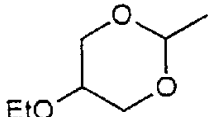
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
69	Me	2	Br	CN	NHCO-i-Pr	
70	Me	2	Cl	NO ₂	CH ₂ CHClCO ₂ Me	
71	Me	2	Br	CN		
72	Me	2	Cl	CN	NHCH ₂ CH(OMe) ₂	156-158
73	Me	2	Cl	NO ₂	CH=CHCN	
74	Me	2	Br	CN	CH=CHCO ₂ Me	
75	Me	2	Cl	CN		193-198
76	Et	2	CN	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₂ OMe	
77	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CHClCO ₂ Et	
78	Me	2	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Me	
79	Me	2	Cl	CN	NEtMe	113-115
80	Me	2	Cl	CN		160-163
81	Et	2	Cl	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₂ OMe	
82	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CCl ₃	
83	Me	2	Br	CN	CH ₂ CHClCO ₂ Et	
84	Me	2	CN	CN		217-219
85	Me	2	Br	CN	CH ₂ CCl ₃	

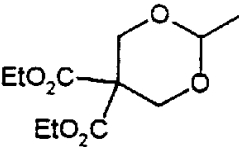
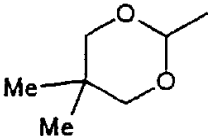
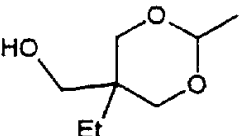
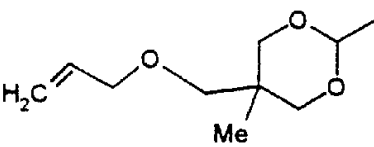
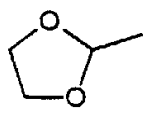
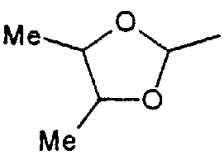
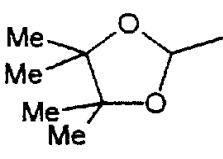
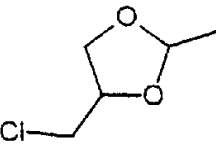
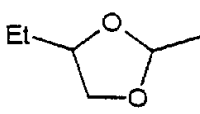
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
86	Me	2	Br	CN		
87	Et	2	Cl	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₂ OMe	
88	Me	2	Cl	CN	NHMe	205-206
89	Me	2	Cl	CN		n _D ²⁰ = 1.5209
90	Me	2	Cl	NO ₂	CH ₂ CHClCO ₂ Me	
91	Me	2	Cl	CN	NH-iPr	200-202
92	i-Pr	2	Br	CN	C(=NH)OEt	
93	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CO ₂ Me	
94	Me	2	Cl	CN	Br	160
95	Me	0	CN	CN		156-158
96	Me	2	Br	CN		树脂
97	Me	2	Cl	CN		190-192
98	Me	2	Cl	CN		
99	Me	2	CN	CN		201-204

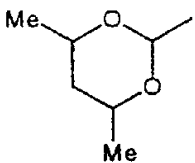
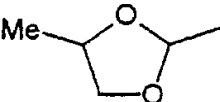
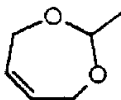
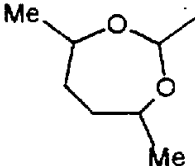
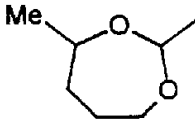
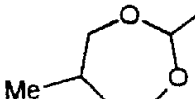
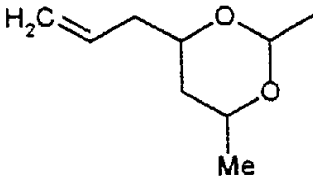
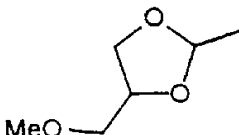
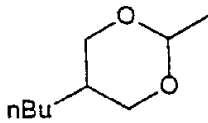
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
100	Me	2	Cl	NO ₂	CH ₂ CHClCN	
101	Me	2	Cl	CN	CH ₂ Cl	
102	i-Pr	2	Br	NO ₂	CH ₂ S(CH ₂) ₂ OMe	
103	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CO ₂ Et	
104	Me	2	Iod	CN		树脂
105	Me	0	CN	CN	CH(OEt) ₂	95-97
106	i-Pr	2	Cl	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₂ SMe	
107	Me	2	Cl	CN	CH ₂ CH(OMe) ₂	
108	Et	2	Br	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₃ OEt	
109	Pr	2	Cl	CN	C≡CCO ₂ Pr	
110	Me	1	CN	CN	CH(OEt) ₂	163-167
111	Me	2	Br	CN		156-157
112	i-Pr	2	Cl	NO ₂	CHMeCHCO ₂ Et	
113	Me	2	Cl	CN	NEt ₂	127-128
114	Et	2	Cl	CN	CHBrCHMeCN	
115	Me	2	CN	CN	CH(OEt) ₂	135-137
116	i-Pr	2	Cl	NO ₂	CH ₂ O(CH ₂) ₂ OBu	
117	Me	2	Cl	CN		

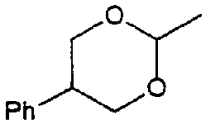
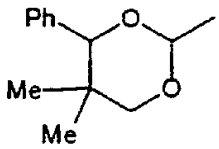
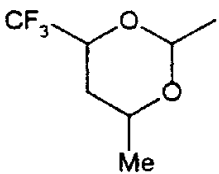
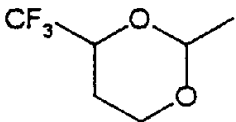
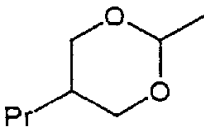
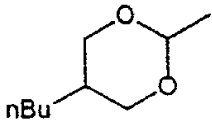
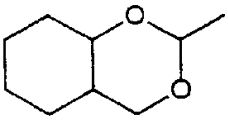
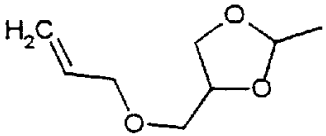
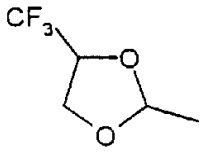
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
118	Et	2	Cl	CN	CBr=CHCN	
119	Me	1	Cl	CN	CH(OEt) ₂	129-135
120	Et	2	CN	NO ₂	C≡CCN	
121	Me	2	Br	CN	CH ₂ CO ₂ Et	
122	Me	2	Cl	CN	CH(OCH ₂ CH ₂ OMe) ₂	87-89
123	Me	2	Cl	CN	N(Me)CH ₂ CH=CH	122-123
124	Et	2	Br	CN	C≡CCOMe	
125	Me	1	Cl	CN	NEt ₂	161-163
126	Me	2	Cl	CN	(CH ₂) ₂ C(=NH)OMe	
127	Me	2	Cl	NO ₂	CH ₂ CHClCO ₂ Et	
128	Me	2	Cl	NO ₂	CH=CHCO ₂ Et	
129	Me	2	Cl	CN	CH ₂ SMe	144-145
130	Me	2	Cl	CN	NHCOEt	231-233
131	Me	2	Cl	CN	NHCOMe	226-228
132	Me	2	Br	CN	CH ₂ CO ₂ Me	
133	Pr	2	Cl	CN	CO ₂ CF ₃	
134	Me	2	Cl	CN	CH ₂ O(CH ₂) ₂ OMe	86.5-88
135	i-Pr	1	Cl	NO ₂	CO(CH ₂) ₂ OEt	
136	Me	2	Cl	CN	CH ₂ OPr	114-115
137	Me	2	Cl	CN	C(=NH)OEt	
138	Me	2	Cl	CN	CONMeEt	

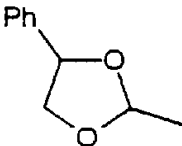
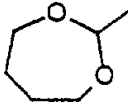
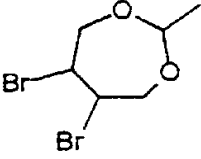
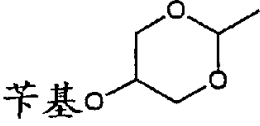
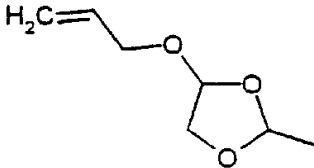
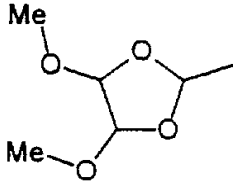
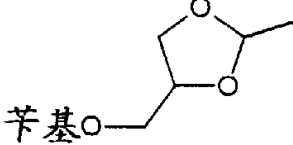
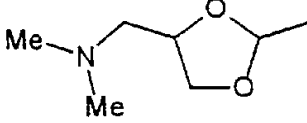
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
139	Me	2	Cl	CN	CH ₂ OMe	89.5-91
140	Me	2	Cl	CN	O(CH ₂) ₂ OMe	
141	Me	2	Cl	CN	OEt	
142	Me	1	Cl	CN	CH ₂ OMe	98-99
143	Me	2	Cl	CN	SMe	
144	Me	2	Cl	CN		148-150
145	Me	0	Cl	CN		油
146	Me	0	Cl	CN		树脂
147	Me	0	Cl	CN		树脂
148	Me	0	Cl	CN		树脂
149	Me	0	Cl	CN		树脂

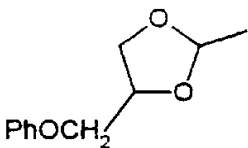
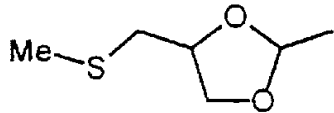
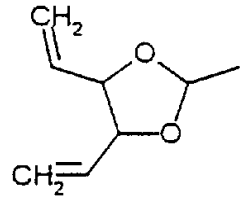
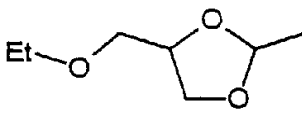
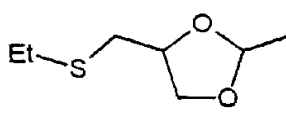
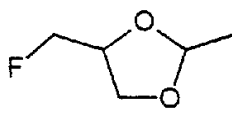
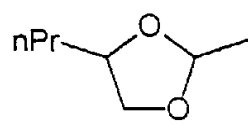
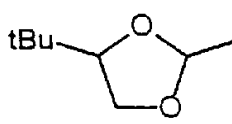
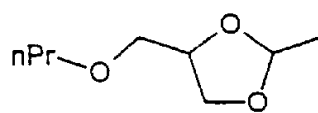
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
150	Me	0	Cl	CN		树脂
151	Me	0	Cl	CN		树脂
152	Me	0	Cl	CN		树脂
153	Me	0	Cl	CN		树脂
154	Me	0	Cl	CN		树脂
155	Me	0	Cl	CN		树脂
156	Me	0	Cl	CN		树脂
157	Me	0	Cl	CN		树脂

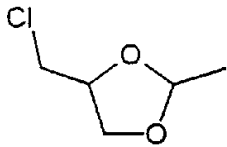
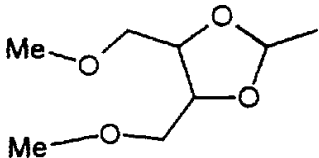
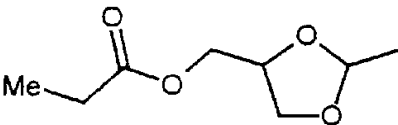
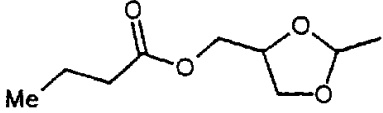
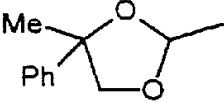
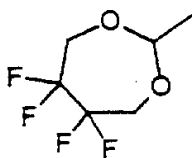
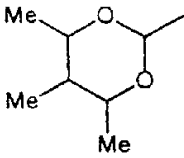
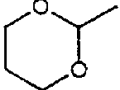
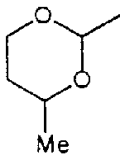
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
158	Me	0	Cl	CN		树脂
159	Me	0	Cl	CN		树脂
160	Me	0	Cl	CN		树脂
161	Me	0	Cl	CN		树脂
162	Me	0	Cl	CN		树脂
163	Me	0	Cl	CN		树脂
164	Me	0	Cl	CN		树脂
165	Me	0	Cl	CN		树脂
166	Me	0	Cl	CN		树脂

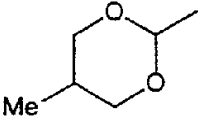
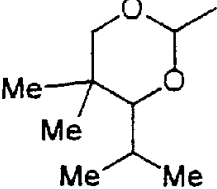
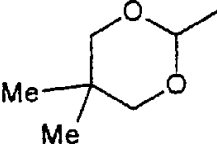
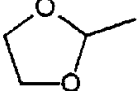
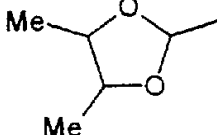
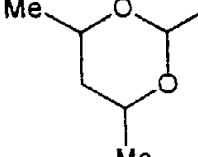
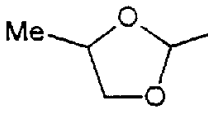
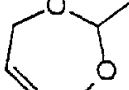
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
167	Me	0	Cl	CN		树脂
168	Me	0	Cl	CN		树脂
169	Me	0	Cl	CN		半结晶
170	Me	0	Cl	CN		半结晶
171	Me	0	Cl	CN		半结晶
172	Me	0	Cl	CN		半结晶
173	Me	0	Cl	CN		树脂
174	Me	0	Cl	CN		树脂
175	Me	0	Cl	CN		树脂

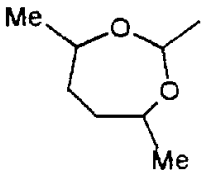
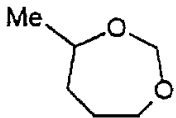
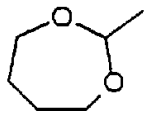
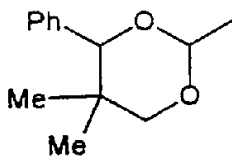
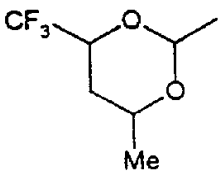
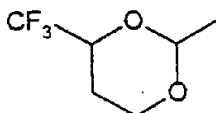
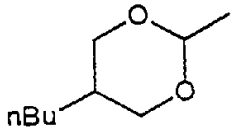
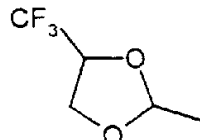
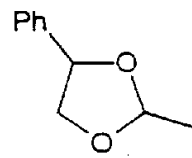
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
176	Me	0	Cl	CN		树脂
177	Me	0	Cl	CN		树脂
178	Me	0	Cl	CN		树脂
179	Me	0	Cl	CN		树脂
180	Me	0	Cl	CN		树脂
181	Me	0	Cl	CN		树脂
182	Me	0	Cl	CN		树脂
183	Me	0	Cl	CN		树脂
184	Me	0	Cl	CN		树脂

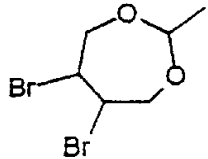
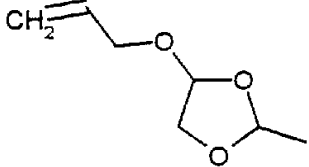
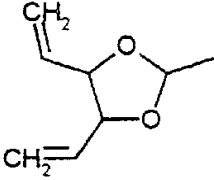
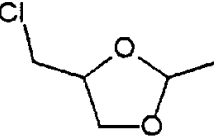
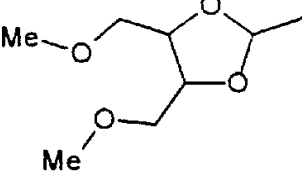
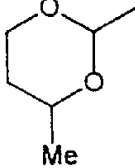
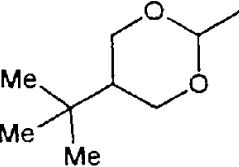
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
185	Me	0	Cl	CN		树脂
186	Me	0	Cl	CN		树脂
187	Me	0	Cl	CN		树脂
188	Me	0	Cl	CN		树脂
189	Me	0	Cl	CN		树脂
190	Me	0	Cl	CN		树脂
191	Me	0	Cl	CN		树脂
192	Me	0	Cl	CN		树脂

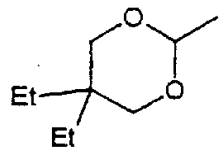
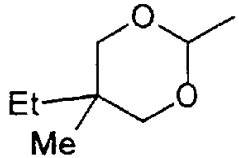
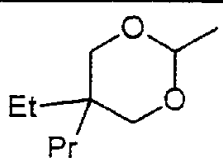
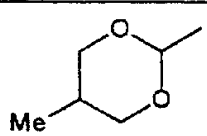
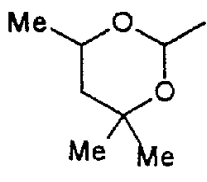
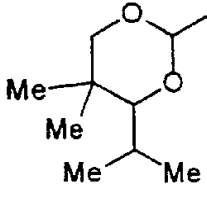
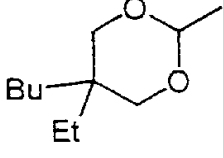
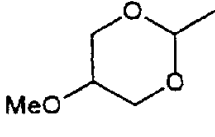
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
193	Me	0	Cl	CN		树脂
194	Me	0	Cl	CN		树脂
195	Me	0	Cl	CN		树脂
196	Me	0	Cl	CN		树脂
197	Me	0	Cl	CN		树脂
198	Me	0	Cl	CN		树脂
199	Me	0	Cl	CN		树脂
200	Me	0	Cl	CN		树脂
201	Me	0	Cl	CN		树脂

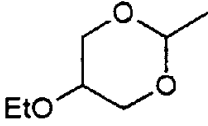
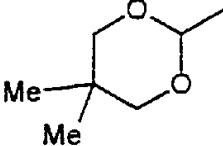
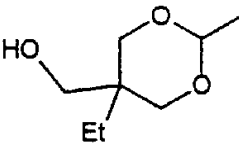
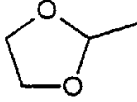
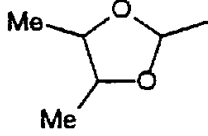
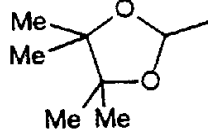
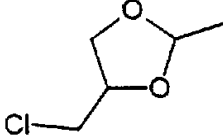
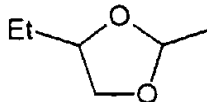
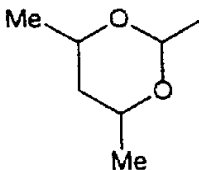
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
202	Me	0	Cl	CN		树脂
203	Me	0	Cl	CN		树脂
204	Me	0	Cl	CN		树脂
205	Me	0	Cl	CN		树脂
206	Me	0	Cl	CN		树脂
207	Me	0	Cl	CN		树脂
208	Me	0	Cl	CN		树脂
209	Me	0	Br	CN		树脂
210	Me	0	Br	CN		粘性油

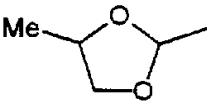
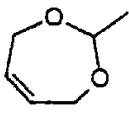
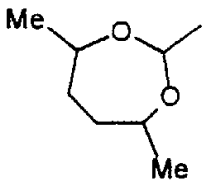
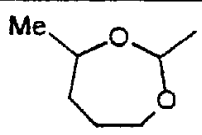
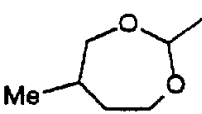
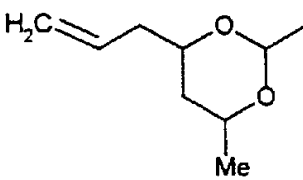
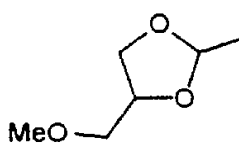
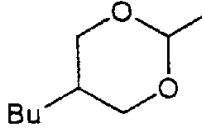
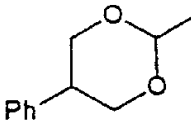
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
211	Me	0	Br	CN		树脂
212	Me	0	Br	CN		树脂
213	Me	0	Br	CN		
214	Me	0	Br	CN		树脂
215	Me	0	Br	CN		粘性油
216	Me	0	Br	CN		树脂
217	Me	0	Br	CN		
218	Me	0	Br	CN		树脂

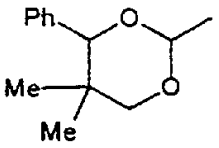
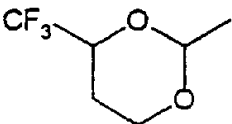
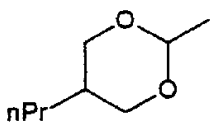
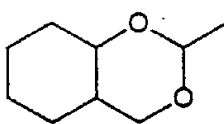
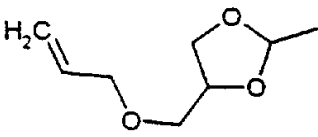
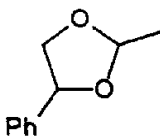
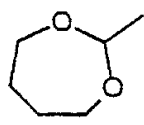
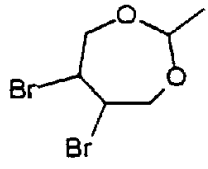
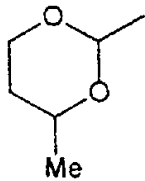
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
219	Me	0	Br	CN		树脂
220	Me	0	Br	CN		树脂
221	Me	0	Br	CN		树脂
222	Me	0	Br	CN		树脂
223	Me	0	Br	CN		树脂
224	Me	0	Br	CN		树脂
225	Me	0	Br	CN		树脂
226	Me	0	Br	CN		树脂
227	Me	0	Br	CN		树脂

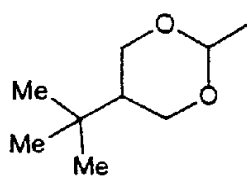
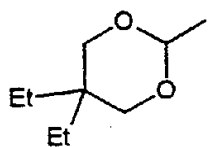
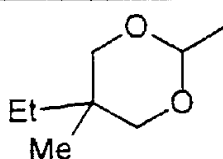
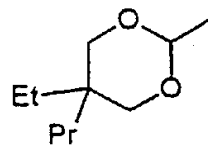
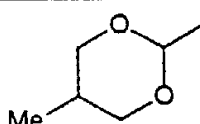
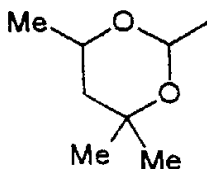
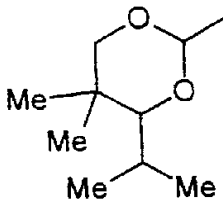
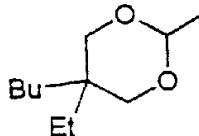
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
228	Me	0	Br	CN		树脂
229	Me	0	Br	CN		树脂
230	Me	0	Br	CN		树脂
231	Me	0	Br	CN		树脂
232	Me	0	Br	CN		树脂
233	Me	1	Cl	CN		树脂
234	Me	1	Cl	CN		树脂

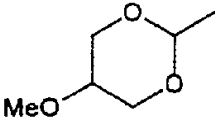
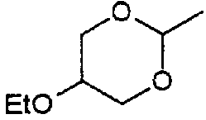
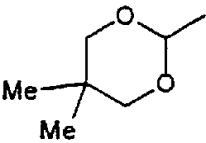
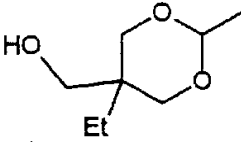
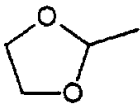
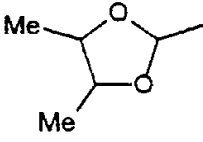
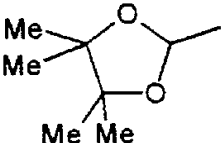
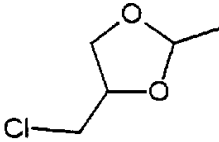
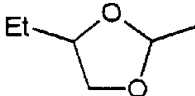
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
235	Me	1	Cl	CN		树脂
236	Me	1	Cl	CN		树脂
237	Me	1	Cl	CN		树脂
238	Me	1	Cl	CN		树脂
239	Me	1	Cl	CN		树脂
240	Me	1	Cl	CN		树脂
241	Me	1	Cl	CN		树脂
242	Me	1	Cl	CN		树脂

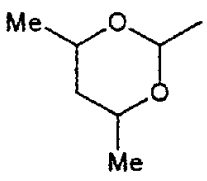
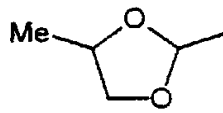
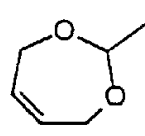
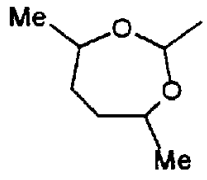
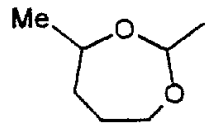
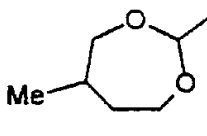
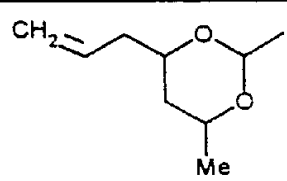
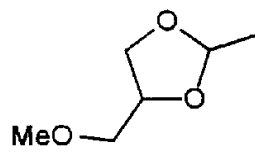
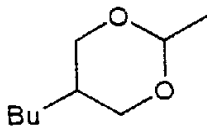
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
243	Me	1	Cl	CN		树脂
244	Me	1	Cl	CN		树脂
245	Me	1	Cl	CN		树脂
246	Me	1	Cl	CN		树脂
247	Me	1	Cl	CN		树脂
248	Me	1	Cl	CN		树脂
249	Me	1	Cl	CN		树脂
250	Me	1	Cl	CN		树脂
251	Me	1	Cl	CN		树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
252	Me	1	Cl	CN		树脂
253	Me	1	Cl	CN		半结晶
254	Me	1	Cl	CN		树脂
255	Me	1	Cl	CN		树脂
256	Me	1	Cl	CN		树脂
257	Me	1	Cl	CN		树脂
258	Me	1	Cl	CN		树脂
259	Me	1	Cl	CN		树脂
260	Me	1	Cl	CN		树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
261	Me	1	Cl	CN		树脂
262	Me	1	Cl	CN		树脂
263	Me	1	Cl	CN		树脂
264	Me	1	Cl	CN		树脂
265	Me	1	Cl	CN		树脂
266	Me	1	Cl	CN		树脂
267	Me	1	Cl	CN		树脂
268	Me	1	Cl	CN		树脂
269	Me	1	Br	CN		树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
270	Me	1	Br	CN		树脂
271	Me	1	Br	CN		树脂
272	Me	1	Br	CN		树脂
273	Me	1	Br	CN		树脂
274	Me	1	Br	CN		树脂
275	Me	1	Br	CN		树脂
276	Me	1	Br	CN		树脂
277	Me	1	Br	CN		树脂

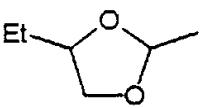
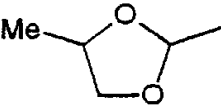
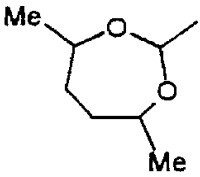
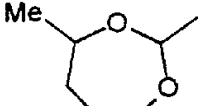
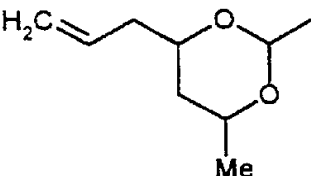
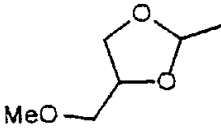
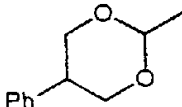
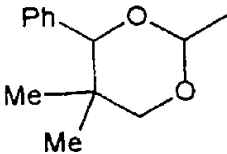
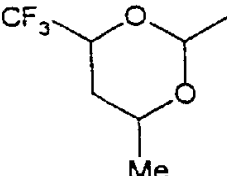
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
278	Me	1	Br	CN		树脂
279	Me	1	Br	CN		树脂
280	Me	1	Br	CN		树脂
281	Me	1	Br	CN		树脂
282	Me	1	Br	CN		树脂
283	Me	1	Br	CN		树脂
284	Me	1	Br	CN		树脂
285	Me	1	Br	CN		树脂
286	Me	1	Br	CN		树脂

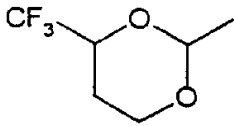
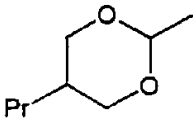
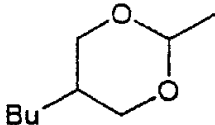
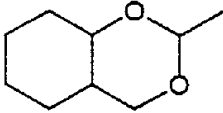
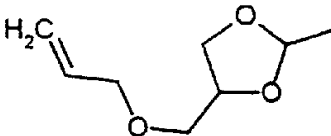
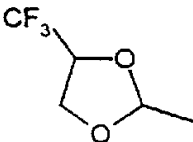
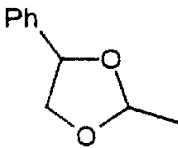
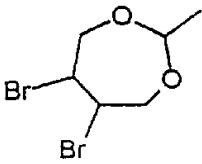
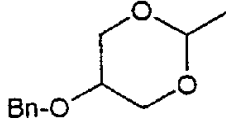
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C]或 B.I.
287	Me	1	Br	CN		树脂
288	Me	1	Br	CN		树脂
289	Me	1	Br	CN		半结晶
290	Me	1	Br	CN		树脂
291	Me	1	Br	CN		树脂
292	Me	1	Br	CN		树脂
293	Me	1	Br	CN		树脂
294	Me	1	Br	CN		树脂
295	Me	1	Br	CN		树脂

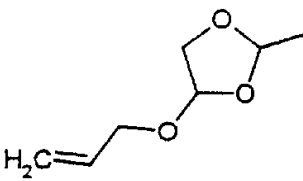
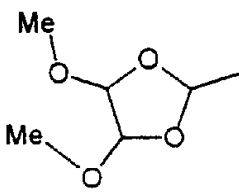
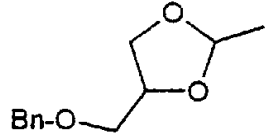
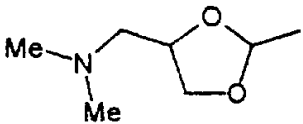
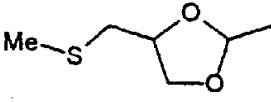
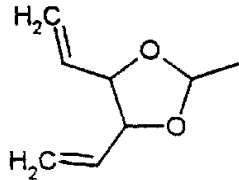
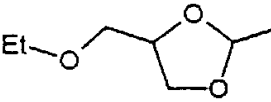
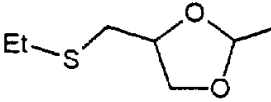
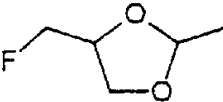
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
296	Me	1	Br	CN		树脂
297	Me	1	Br	CN		树脂
298	Me	1	Br	CN		树脂
299	Me	1	Br	CN		树脂
300	Me	1	Br	CN		树脂
301	Me	1	Br	CN		树脂
302	Me	1	Br	CN		树脂
303	Me	2	Cl	CN		树脂

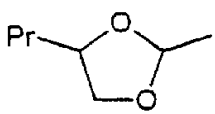
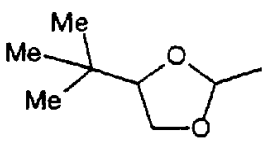
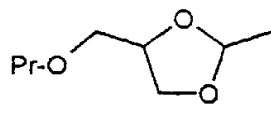
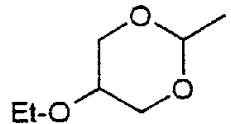
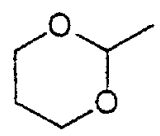
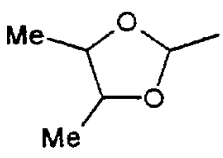
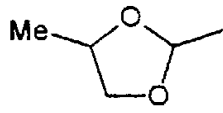
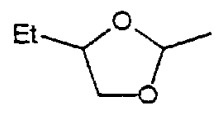
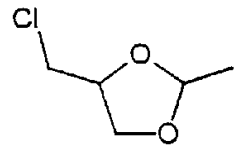
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
304	Me	2	Cl	CN		130-131
305	Me	2	Cl	CN		134-135
306	Me	2	Cl	CN		树脂
307	Me	2	Cl	CN		树脂
308	Me	2	Cl	CN		树脂
309	Me	2	Cl	CN		树脂
310	Me	2	Cl	CN		树脂
311	Me	2	Cl	CN		树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
312	Me	2	Cl	CN		树脂
313	Me	2	Cl	CN		树脂
304	Me	2	Cl	CN		树脂
315	Me	2	Cl	CN		树脂
316	Me	2	Cl	CN		树脂
317	Me	2	Cl	CN		135-137
318	Me	2	Cl	CN		树脂
319	Me	2	Cl	CN		105-107

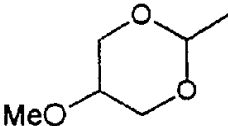
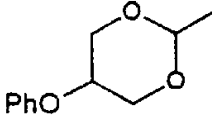
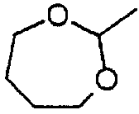
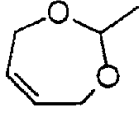
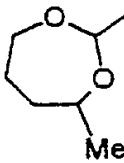
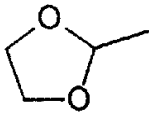
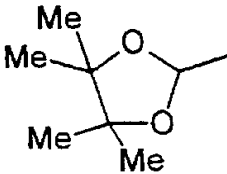
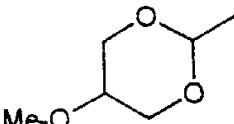
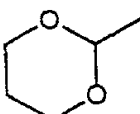
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
320	Me	2	Cl	CN		118-122
321	Me	2	Cl	CN		128-129
322	Me	2	Cl	CN		树脂
323	Me	2	Cl	CN		树脂
324	Me	2	Cl	CN		树脂
325	Me	2	Cl	CN		树脂
326	Me	2	Cl	CN		树脂
327	Me	2	Cl	CN		树脂
328	Me	2	Cl	CN		树脂

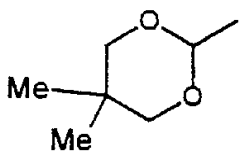
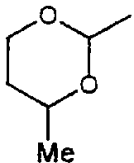
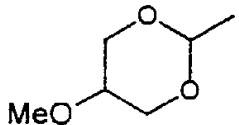
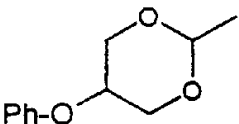
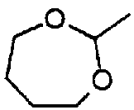
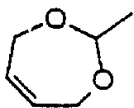
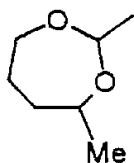
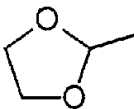
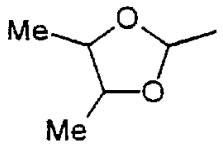
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
329	Me	2	Cl	CN		树脂
330	Me	2	Cl	CN		树脂
331	Me	2	Cl	CN		树脂
332	Me	2	Cl	CN		树脂
333	Me	2	Cl	CN		树脂
334	Me	2	Cl	CN		树脂
335	Me	2	Cl	CN		树脂
336	Me	2	Cl	CN		树脂
337	Me	2	Cl	CN		145-150

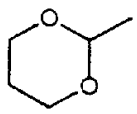
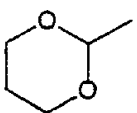
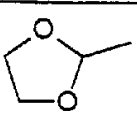
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
338	Me	2	Cl	CN		树脂
339	Me	2	Cl	CN		树脂
340	Me	2	Cl	CN		树脂
341	Me	2	Cl	CN		树脂
342	Me	2	Cl	CN		树脂
343	Me	2	Cl	CN		树脂
344	Me	2	Cl	CN		树脂
345	Me	2	Cl	CN		树脂
346	Me	2	Cl	CN		树脂

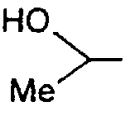
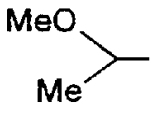
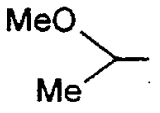
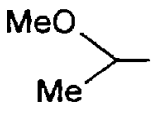
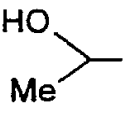
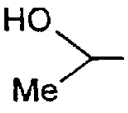
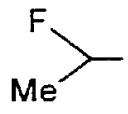
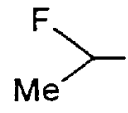
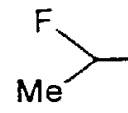
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
347	Me	2	Cl	CN		树脂
348	Me	2	Cl	CN		树脂
349	Me	2	Cl	CN		树脂
350	Me	2	Br	CN		树脂
351	Me	2	Br	CN		204-205
352	Me	2	Br	CN		136-137
353	Me	2	Br	CN		120-121
354	Me	2	Br	CN		树脂
355	Me	2	Br	CN		树脂

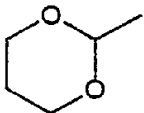
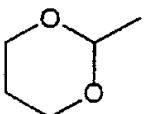
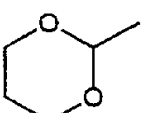
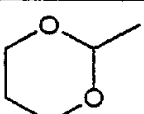
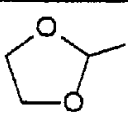
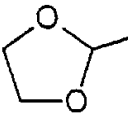
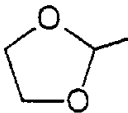
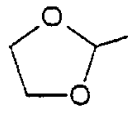
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
356	Me	2	Br	CN		140-141
357	Me	2	Br	CN		165-166
358	Me	2	Br	CN		
359	Me	2	Br	CN		树脂
360	Me	2	Iod	CN		树脂
361	Me	2	Iod	CN		树脂
362	Me	2	Iod	CN		树脂
363	Me	2	Iod	CN		树脂

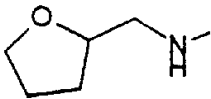
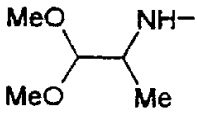
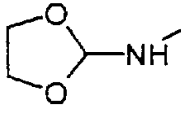
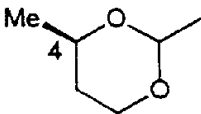
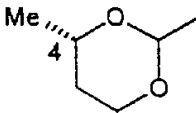
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
364	Me	2	Iod	CN		树脂
365	Me	2	Iod	CN		树脂
366	Me	2	Iod	CN		树脂
367	Me	2	Iod	CN		树脂
368	Me	2	Iod	CN		树脂
369	Me	2	Iod	CN		树脂
370	Me	2	Iod	CN		树脂
371	Me	0	Iod	CN		树脂
372	Me	0	Iod	CN		树脂

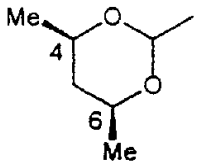
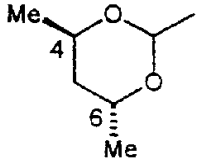
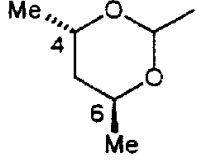
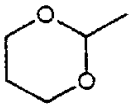
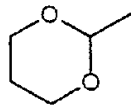
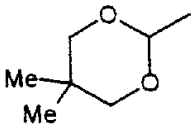
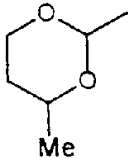
Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
373	Me	0	Iod	CN		树脂
374	Me	0	Iod	CN		树脂
375	Me	0	Iod	CN		树脂
376	Me	0	Iod	CN		树脂
377	Me	0	Iod	CN		树脂
378	Me	0	Iod	CN		树脂
379	Me	0	Iod	CN		树脂
380	Me	0	Iod	CN		树脂
381	Me	0	Iod	CN		树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
382	Me	0	Iod	CN		树脂
383	Me	1	Iod	CN		树脂
384	Me	1	Iod	CN		树脂
385	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Me	树脂
386	Me	0	Br	CN	CH=CHCO ₂ Me	树脂
387	Me	1	Br	CN	CH=CHCO ₂ Me	156-157
388	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Pr	树脂
389	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Pr	树脂
390	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ Bu	树脂
391	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ -n-戊基	树脂
392	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ -n-己基	树脂
393	Me	0	Cl	CN	CH=CHCO ₂ H	树脂
394	Me	0	Br	CN	CH=CHCO ₂ Pr	树脂
395	Me	0	Br	CN	CH=CHCO ₂ Pr	树脂
396	Me	2	Br	CN	CH=CHCO ₂ Pr	树脂
397	Me	2	Br	CN	CH=CHCO ₂ Bu	树脂
398	Me	2	Br	CN	CH=CClCO ₂ Bu	树脂
399	Me	2	Br	CN	CH=CClCO ₂ Pr	树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
400	Me	0	Br	CN	CH ₂ -CHClCO ₂ Et	树脂
401	Me	2	Br	CN	CH=CClCO ₂ -i-Pr	树脂
402	Me	2	Cl	CN		树脂
403	Me	0	Cl	CN		树脂
404	Me	0	Br	CN		树脂
405	Me	2	Cl	CN		树脂
406	Me	0	Cl	CN		树脂
407	Me	2	Br	CN		139 -140
408	Me	0	Cl	CN		树脂
409	Me	0	Br	CN		树脂
410	Me	2	Cl	CN		树脂
411	Me	1	Cl	NO ₂	-CHO	粘性油
412	Me	0	Cl	NO ₂	-CHO	粘性油

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C]或 B.I.
413	Me	0	Cl	NO ₂	CH(OMe) ₂	59-61
414	Me	2	Cl	NO ₂	CH(OEt) ₂	树脂
415	Me	2	Br	NO ₂	CH(OMe) ₂	树脂
416	Me	0	Cl	NO ₂		树脂
417	Me	0	Br	NO ₂		树脂
418	Me	2	Br	NO ₂		树脂
419	Me	1	Br	NO ₂		树脂
420	Me	0	Cl	NO ₂		树脂
421	Me	0	Br	NO ₂		树脂
422	Me	2	Br	NO ₂		树脂
423	Me	1	Br	NO ₂		树脂
424	Me	2	Cl	CN	NH ₂	245-248

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
425	Me	2	Cl	CN		182-184
426	Me	2	Cl	CN	NHCH ₂ CH ₂ OMe	150-152
427	Me	2	Cl	CN		122-123
428	Me	2	CN	CN	NH ₂	300
429	Me	2	Cl	CN		124-126
430	Me	2	Cl	CN		148-150
431	Me	1	Cl	CN	NH ₂	171-173
432	Me	1	Cl	NO ₂	NH ₂	
433	Me	0	Cl	NO ₂	NH ₂	148-151
434	Me	0	Cl	C(=S)NH ₂	NH ₂	159 -162
435	Me	2	Cl	CN	 (4R)-构型	树脂
436	Me	2	Cl	CN	 (4S)-构型	树脂

Nr.	R ¹	n	R ²	R ³	R ⁴	F.P. [°C] 或 B.I.
437	Me	2	Cl	CN	 (4,6-内消旋)-构型	树脂
438	Me	2	Cl	CN	 (4R,6R)-构型	树脂
439	Me	2	Cl	CN	 (4S,6S)-构型	树脂
440	Me	2	Cl	CN	NH(C=O)CH ₂ OMe	194 -195
441	Me	0	F	CN		
442	Me	0	F	CN	CH(OEt) ₂	
443	Me	2	F	CN		
444	Me	2	F	CN	CH(OEt) ₂	
445	Me	2	F	CN		
446	Me	2	F	CN		

C. 生物试验

C.1 苗前

有害及有用的单子叶或双子叶的种子或地下茎片断被置于直径为 9cm 的容器中的砂壤土里且用土覆盖之。或者，对于稻米试验，稻植物及有害植物(其在该有用的农作物中是不希望有的)被种在用水饱和的土壤里。依据本发明的组合物被调配成可乳化的浓缩物，然后以乳液形式并以不同剂量再施用至土壤的表面(水量为 800 l/ha(已换算过))，或在稻米试验中，被倒入灌溉水中。容器随后被置于温室中，进一步在最佳条件下栽培植物。在这些植物出苗之后，即在开始试验后约 2 至 4 个星期，目测评估有用及有害植害的损害。

在施用量为 330g/ha 时，例如化合物 39、50、75 及 84 对狗尾草显示出 90 至 100%有效抵抗。以相同的施用量，例如化合物 39, 50, 66 及 80 对繁缕显示出 90 至 100%有效抵抗。

在施用量为 80g/ha 时，例如化合物 12 及 32 对 *Matricaria inodora*，白藜及阿拉伯婆婆纳显示出 100%有效抵抗。

在施用量为 80g/ha 时，例如化合物 12, 32 及 105 的稻米没有任何损害。

此外，在施用量小于 1000g/ha 时，化合物 14, 15, 24, 28, 32, 39, 111, 145, 146, 156, 163, 165, 166, 213, 242, 243, 244, 246, 247, 252, 285, 313, 317, 319, 325, 342, 349, 350, 351, 354, 374, 437 及 438 对一系列单及双子叶杂草显示出 90 至 100%有效抵抗。

C.2 苗后

有用植物及不同杂草或禾本植物长在置于温室里的直径为 9cm 的纸容器中的砂壤土里直到他们长到 3-4 叶的成长阶段，然后用水稀释的本发明化合物的配方处理，在此施用的水量为 300 l/ha。处理 4 星期后，目测评估施用活性化合物后，植物的任何损害，特别考虑对生长的持久损害程度。评估是以和未处理的对照组相比，根据百分比(0

- 100%) 来进行。

在施用量为 330g/ha, 例如化合物 39, 50, 75 及 80 对反枝苋显示出 90 至 100%有效抵抗。以相同的施用量, 例如化合物 39 及 80 对狗尾草显示出 90 至 100%有效抵抗。

在施用量为 80g/ha 时, 例如化合物 12、32 及 122 对猪殃殃和 *Fallopia convolvulus* 显示 80-100%的有效抵抗。在相同的施用量下, 例如化合物 12, 32, 39, 75 和 105 对圆叶牵牛显示 100%的有效抵抗。

在施用量为 80g/ha 时, 例如化合物 110 和 119 对玉米没有任何损害, 在相同的施用量下, 例如化合物 105 和 110 对稻没有任何损害。

此外, 在施用量小于 1000g/ha 时, 化合物 14, 15, 24, 28, 32, 36, 39, 89, 111, 145, 146, 156, 163, 180, 202, 208, 212, 215, 216, 220, 229, 247, 304, 305, 312, 313, 315, 322, 349, 350, 351, 352, 353, 363, 437 及 438 对一系列单及双子叶杂草显示出至少 90%有效抵抗。