

[1] 中华人民共和国专利局

[51] Int Cl.⁴



[12] 发明专利申请公开说明书

C07D 401 / 12

A01N 47 / 35

/(C07D 401 / 12,

239 : 69, 213 82)

[11] CN 87 1 01735 A

CN 87 1 01735 A

[43] 公开日 1987 年 9 月 16 日

(21) 申请号 87 1 01735

(22) 申请日 87.3.7

(30) 优先权

(32)86.3 .7 (33)US (31)837, 392

(32)86.11.28 (33)US (31)936, 105

(32)86.11.28 (33)US (31)936, 105

(71) 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 玛丽安·哈纳甘

(74) 专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 李维英

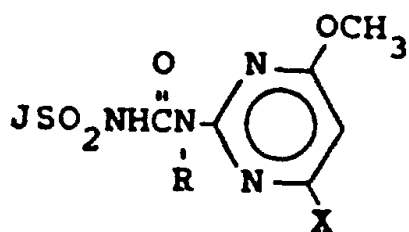
(54) 发明名称 吡啶磺酰胺类除莠剂

(57) 摘要

N, N- 二甲基 -2-(氨磺酰基)-3- 吡啶甲酰胺类化合物是宜作农业用的化学药品。具体地讲, 此类化合物宜作除莠剂, 它们对禾本科植物呈现出有显著的除莠活性, 并且对于玉米还具有意想不到的安全性。

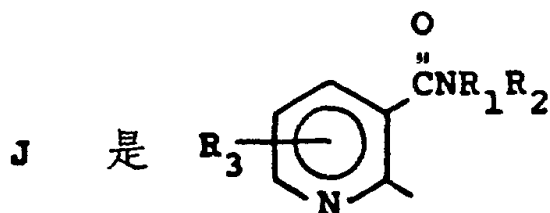
871A06959 / 20 — 666

1. 一种化合物 I

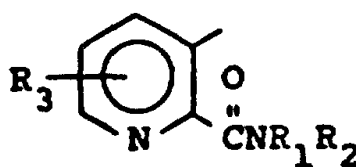


I

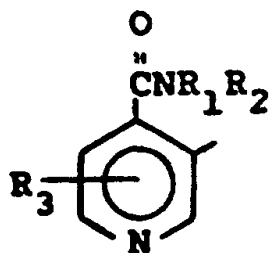
其中



J-1

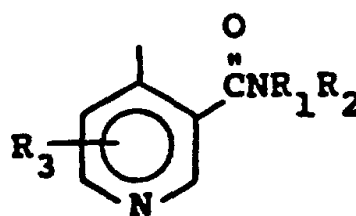


J-2



J-3

或



J-4

R 是 H 或 CH₃ ,

R₁ 是 H 或 C₁-C₃ 烷基,

R₂ 是 C₁-C₃ 烷基或 C₁-C₂ 烷氧基, 或

R₁ 和 R₂ 可一起形成 -(CH₂)_n-, 其中 n=2, 3 或 4,

R_3 是 H、Cl、F、Br、 CH_3 、 CF_3 、 OCH_3 或
 OCF_2H ,

X 是 CH_3 、 CH_2F 、 CH_2CH_3 、 OCH_3 、 OCH_2CH_3 、
Cl、 OCF_2H 或 CH_2OCH_3 。

2. 根据权利要求 1 的一种化合物, 其中的 R 为 H。

3. 根据权利要求 2 的一种化合物, 其中的 $J = J - 1$ 。

4. 根据权利要求 2 的一种化合物, 其中的 $J = J - 2$ 。

5. 根据权利要求 2 的一种化合物, 其中的 $J = J - 3$ 。

6. 根据权利要求 2 的一种化合物, 其中的 $J = J - 4$ 。

7. 根据权利要求 3 的一种化合物, 其中的 X 为 OCH_3 、 CH_3
或 Cl。

8. 根据权利要求 7 的一种化合物, 其中的 R_3 是 H、F 或 Cl。

9. 根据权利要求 8 的一种化合物, 其中的 R_2 是 CH_3 、
 CH_2CH_3 或 OCH_3 , 而且

R_3 是 H。

10. 根据权利要求 4 的一种化合物, 其中的 X 是 OCH_3 、 CH_3
或 Cl。

11. 根据权利要求 10 的一种化合物, 其中 R_3 是 H、F 或 Cl。

12. 根据权利要求 11 的一种化合物, 其中:

R_2 是 CH_3 、 CH_2CH_3 或 OCH_3 , 而且

R_3 是 H。

13. 根据权利要求 5 的一种化合物, 其中 X 是 OCH_3 、 CH_3 或
Cl。

14. 根据权利要求 13 的一种化合物, 其中的 R_3 是 H、F 或 Cl。

15. 根据权利要求14的一种化合物, 其中 R_2 是 CH_3 、 CH_2CH_3 或 OCH_3 , 而且

R_3 是H。

16. 根据权利要求6的一种化合物, 其中X是 OCH_3 、 CH_3 或Cl。

17. 根据权利要求16的一种化合物, 其中 R_3 是H、F或Cl。

18. 根据权利要求17的一种化合物, 其中 R_2 是 CH_3 、 CH_2CH_3 或 OCH_3 , 而且

R_3 是H。

19. 根据权利要求1的一种化合物, 所说化合物是2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氨基羰基]氨磺酰基]-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺。

20. 一种适宜于控制所不需要植物生长的组合物, 所说组合物包含有效量的权利要求1的化合物及至少一种下述物质: 表面活性剂、固态或液态稀释剂。

21. 一种适宜于控制所不需要植物生长的组合物, 所说组合物包含有效量的权利要求2的化合物及至少一种下述物质: 表面活性剂、固体或液体稀释剂。

22. 一种宜于控制所不需要植物生长的组合物, 所说组合物包含有效量的权利要求3的化合物和至少一种下述物质: 表面活性剂、固体或液体稀释剂。

23. 一种适宜于控制所不需要植物生长的组合物, 所说组合物包含有效量的权利要求4的化合物, 或至少一种下述物质: 表面活性剂、固体或液体稀释剂。

2 4. 一种适宜于控制所不需要植物生长的组合物，所说组合物包括有效量的权利要求 5 的化合物和至少一种下述物质：表面活性剂、固体或液体稀释剂。

2 5. 一种适宜于抑制所不需要植物生长的组合物，所说组合物包括有效量的权利要求 6 的化合物和至少一种下述物质：表面活性剂、固体或液体稀释剂。

2 6. 一种适用于抑制所不需要植物生长的组合物，所说组合物包括有效量的权利要求 7 的化合物和至少一种下述物质：表面活性剂、固体或液体稀释剂。

2 7. 一种适宜于抑制所不需要植物生长的组合物，所说组合物包括有效量的权利要求 1 9 的化合物及至少一种下述物质：表面活性剂、固体或液体稀释剂。

2 8. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 1 的化合物施于欲加以保护的场地。

2 9. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 2 的化合物施于欲加以保护的场地。

3 0. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 3 的化合物施于欲加以保护的地方。

3 1. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 4 的化合物施于欲加以保护的场地。

3 2. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 5 的化合物施于欲加以保护的场地。

3 3. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求 6 化合物施于欲加以保护的场地。

34. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求7的化合物施于欲加以保护的场地。

35. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求8的化合物施于欲加以保护的场所。

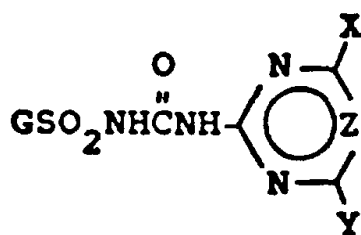
36. 一种抑制所不需要植物生长的方法，所说方法包括将有效量的权利要求19的化合物施于欲加以保护的场所。

吡啶磺酰胺类除莠剂

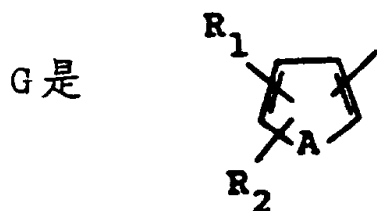
本发明涉及一类新颖的 N, N-二甲基-2-(氨磺酰基)-3-吡啶-甲酰胺化合物。本发明的这类化合物及其适于农用的盐类可作为农业用的化学药品,具体地讲它们可作为一类对玉米有选择性的除莠剂。

在美国专利 4,544,401 和 4,435,206 中公开了一类吡啶磺酰胺除莠剂。

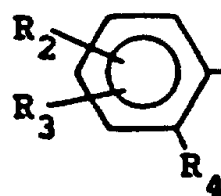
美国专利 4,518,776 (瑞士优先权 82 年 7 月 19 日) 和欧洲专利申请 101,670 (瑞士优先权 82 年 8 月 23 日, 84 年 2 月 29 日公布) 中部分地介绍了制备下述化合物的方法



其中



或



R_1 尤其还是 $C(O).NHC_1-C_4$ 烷基或 $C(O)N(C_1-C_4\text{烷基})_2$;

R_2 是氢、卤素、 CF_3 、 NO_2 、 C_1-C_4 烷基或 C_1-C_4 烷氧基;

A 是 O、S、 NR_5 或 $-C=N-$;

X 是 C_1-C_4 烷基、 C_1-C_4 卤代烷基、 C_1-C_4 烷氧基、

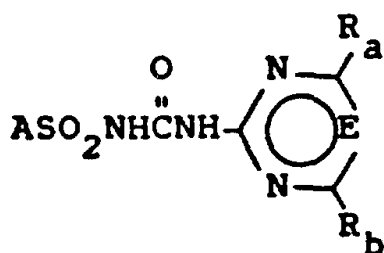
C_1-C_4 烷硫基、 C_1-C_4 卤代烷氧基、 C_1-C_4 烷胺基或二- (C_1-C_4 烷胺基);

Y 是 C_1-C_4 烷基、 C_1-C_4 烷氧基或 C_1-C_4 卤代烷氧基;

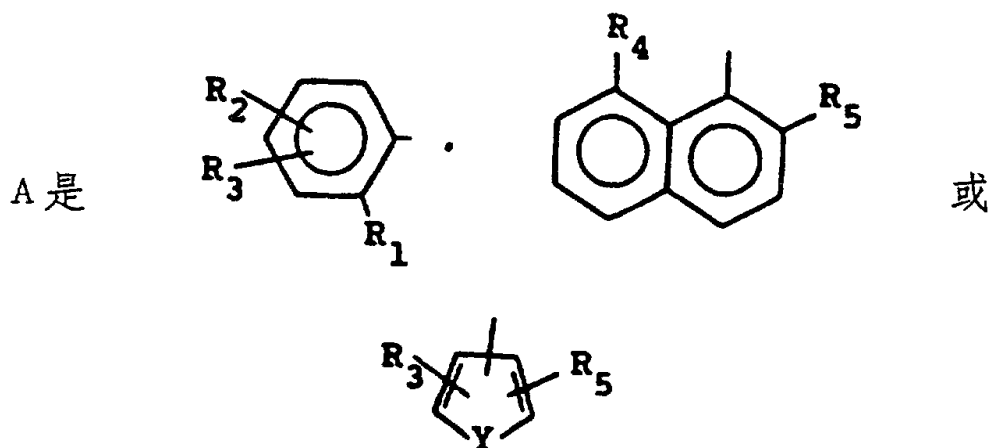
Z 是 CH 或 N。

美国专利 4,518,776 对于本发明的化合物作了一般介绍,但并未要求保护(未专门介绍吡啶甲酰胺类化合物)。

欧洲专利申请 (EP-A-107,624) (瑞士优先权 82 年 10 月 25 日,于 84 年 5 月 2 日公布) 中部分地介绍了下述化合物的制备方法



其中



R_3 是氢、卤素、 NO_2 、 OCH_3 或 CF_3 ；

R_5 尤其还是 CONR_8R_9 ；

R_8 是 H、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 烷基、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 氰烷基、 OCH_3 、 OC_2H_5 或 $\text{C}_3 - \text{C}_5$ 链烯基；

R_9 是 H、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 烷基或 $\text{C}_3 - \text{C}_5$ 链烯基；

Y 是 O、S 或 $\text{C}(\text{R}_6) = \text{N}$ ；

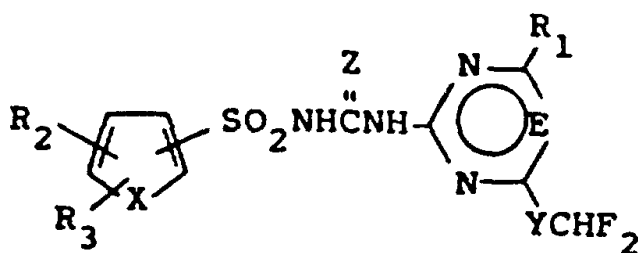
R_a 是 H、卤素、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 烷基、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 卤代烷基、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 烷氧基、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 卤代烷氧基、 $\text{C}_1 - \text{C}_5$ 烷硫基、 $\text{C}_2 - \text{C}_{10}$ 烷氧基烷基或 $\text{C}_2 - \text{C}_{10}$ 烷氧基烷氧基；

R_b 和 R_a 的定义相同或为 NR_cR_d ；

E 是 CH 或 N。

该专利申请对于本发明的化合物仅作了一般介绍，并没要求予以保护（未专门介绍吡啶甲酰胺类化合物）。

美国专利 4,549,898 公开了下述的磺酰脲类除莠剂



其中：

X 是 O、S、 NR_4 或 $\text{C}(\text{R}_5) = \text{N}$ ；

Y 是 O 或 S；

Z 是 O 或 S；

E 是 N 或 CH；

R_1 是 H、 $\text{C}_1 - \text{C}_4$ 烷基、 $\text{C}_1 - \text{C}_4$ 卤代烷基、 $\text{C}_1 - (\text{C}_4$

卤代烷氧基、 $C_1 - C_4$ 烷基、卤素、 $C_1 - C_4$ 烷硫基、 NR_6R_7 或含碳原子数不超过 4 的烷氧基烷基；

R_2 尤其还是 $CONR_6R_7$ ；

R_3 是 H、卤素、 $C_1 - C_3$ 烷基、 OCH_3 或 CF_3 ；

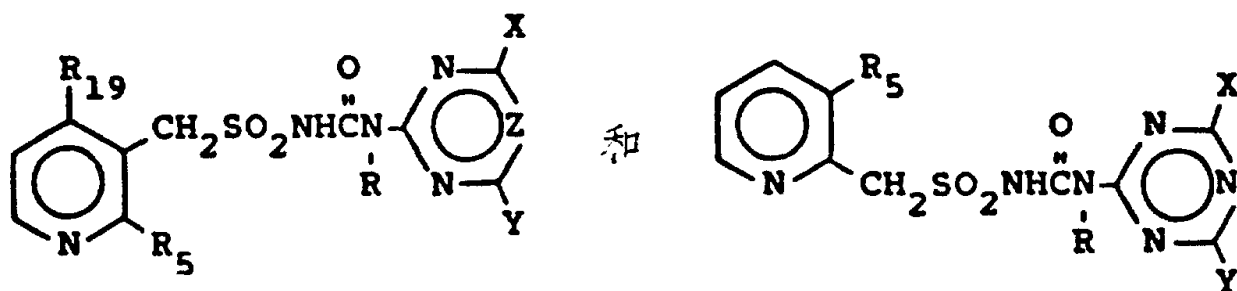
R_5 是 H、 NO_2 、F、Cl、Br、 CH_3 、 CF_3 、 $S(O)_n C_1 - C_3$ 烷基、 $CO C_1 - C_4$ 烷氧基或 $C_1 - C_3$ 烷氧基；

R_6 是 H、 $C_1 - C_6$ 烷基、 $C_1 - C_4$ 氰烷基、甲氧基或乙氧基和

R_7 是 H、 $C_1 - C_6$ 烷基或 $C_3 - C_6$ 链烯基。

本发明的化合物只不过作了一般性公开，而在其表中未列出吡啶酰胺类的例子。

在欧洲专利申请 155,767 (85 年 9 月 25 日公布) 中部分地介绍了下述磺酰脲类除莠剂



其中：R 是 H 或 CH_3 ；

R_5 是 H、 CH_3 、Cl、Br、 CO_2R_{15} 、 $C(O)NR_{16}R_{17}$ 、 $SO_2NR_{16}R_{17}$ 、 $SO_2N(OCH_3)CH_3$ 、 SO_2R_{18} 或 NO_2 ；

R_{16} 是 $C_1 - C_2$ 烷基；

R_{17} 是 $C_1 - C_2$ 烷基；

R_{19} 是 CH_3 、Cl、Br、 NO_2 、 $C_1 - C_2$ 烷硫基或

C₁ - C₂ 烷基磺酰基;

X 是 CH₃、OCH₃、Cl、Br、OCH₂CF₃ 或 OCHF₂;

Y 是 C₁ - C₃ 烷基、CH₂F、环丙基、C≡CH、OCH₃、

OC₂H₅、CH₂OCH₃、NH₂、NHCH₃、N(CH₃)₂、

OCH₂CH₂F、CF₃、SCH₃、OCH₂CH=CH₂、

OCH₂C≡CH、OCH₂CH₂OCH₃、CF(OCH₃)₂、

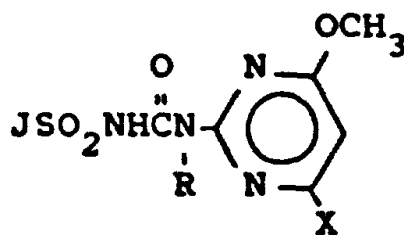


OCF₂H; 和

Z 是 CH 或 N。

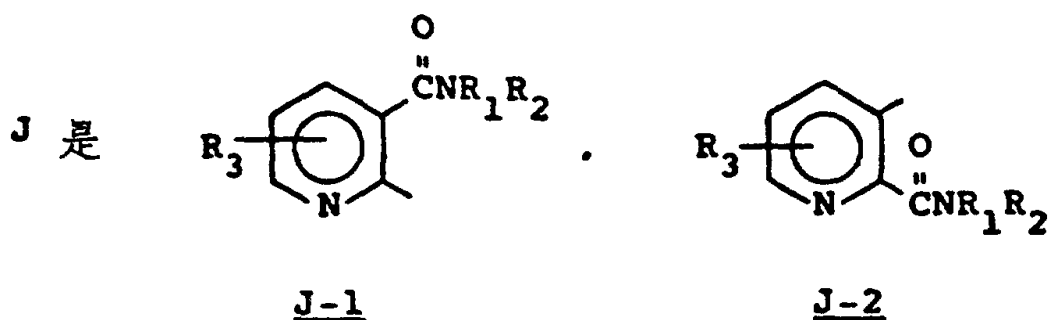
目前, 还需种种经改进的农业用化学药品, 特别是对于玉米有选择性的除莠剂。本发明业已找到了这类除莠剂。

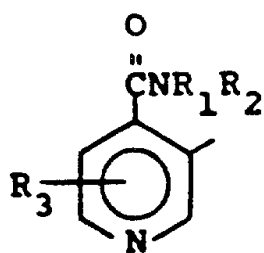
本发明涉及了一类新颖的化合物 (I), 适于农用的含这类化合物的组合物及其作为萌前和 / 或萌发后除莠剂或植物生长调节剂使用的方法。



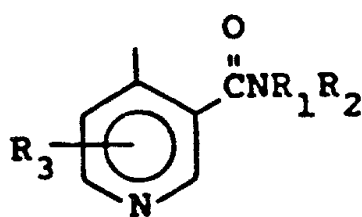
I

其中





或



J-3

J-4

R 是 H 或 CH_3 ;

R_1 是 H 或 $\text{C}_1 - \text{C}_3$ 烷基;

R_2 是 $\text{C}_1 - \text{C}_3$ 烷基或 $\text{C}_1 - \text{C}_2$ 烷氧基; 或 R_1 和 R_2 可一起形成 $-(\text{CH}_2)_n-$, 这里的 $n = 2, 3$ 或 4 ;

R_3 是 H、Cl、F、Br、 CH_3 、 CF_3 、 OCH_3 或 OCF_2H ; 和

X 是 CH_3 、 CH_2F 、 CH_2CH_3 、 OCH_3 、 OCH_2CH_3 、Cl、 OCF_2H 或 CH_2OCH_3 。

从活性较高和 / 或更易合成的角度看, 优选的化合物有:

1). R 是 H 的化合物 I

2). J 是 J-1, R 是 H 的化合物 I

3). J 是 J-2, R 是 H 的化合物 I

4). J 是 J-3, R 是 H 的化合物 I

5). J 是 J-4, R 是 H 的化合物 I

6). X 是 OCH_3 、 CH_3 或 Cl, J 是 J-1, R 是 H 的化合物 I

7). R_3 是 H、F 或 Cl, X 是 OCH_3 、 CH_3 或 Cl, J 是 J-1, R 是 H 的化合物 I

8). R_2 是 CH_3 、 CH_2CH_3 或 OCH_3 ; R_3 是 H; X 是

- OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-1; R 是 H 的化合物 I
- 9). X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-2; R 是 H 的化合物 I
- 10). R₃ 是 H、F 或 Cl; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-2; R 是 H 的化合物 I
- 11). R₂ 是 CH₃、CH₂CH₃ 或 OCH₃; 和 R₃ 是 H; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-2; R 是 H 的化合物 I
- 12). X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-3; R 是 H 的化合物 I
- 13). R₃ 是 H、F 或 Cl; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-3; R 是 H 的化合物 I
- 14). R₂ 是 CH₃、CH₂CH₃ 或 OCH₃; 和 R₃ 是 H; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-3; R 是 H 的化合物 I
- 15). X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-4; R 是 H 的化合物 I
- 16). R₃ 是 H、F 或 Cl; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-4; R 是 H 的化合物 I
- 17). R₂ 是 CH₃、CH₂CH₃ 或 OCH₃; R₃ 是 H; X 是 OCH₃、CH₃ 或 Cl; J 是 J-4; R 为 H 的化合物 I。

除莠活性最强、同时对玉米又无伤害而且又更易合成的最优选的化合物为:

按照类似于南非专利申请830441所介绍的方法，于等摩尔量的1,8-二氮杂二环[5,4,0]十一碳-7-烯(DBU)存在下，通过将等摩尔量的氨磺酰(4)与杂环的氨基甲酸苯酯(5)接触可以进行反应2。此氨基甲酸苯酯(5)可用南非专利申请825671和825045所叙述的方法(或其变体)(请予简短总结)制备。

可用反应式3、4和5所示的方法制备氨磺酰(4)。

可制备反应式3中的卤代吡啶-甲酸衍生物(6)的制备方法是，如S. G. Woods等人在杂环化学杂志[21卷, 97页(1984)]所介绍的和L. Testaferrri等人在四面体[41卷, 1373页(1975)]和杂环化合物化学：吡啶及其衍生物(14卷)(纽约内部科学出版公司)(Interscience Publishers, Inc, New York)所介绍的这些本技术领域中公知的方法或其变体。

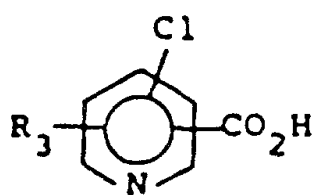
将化合物(6)按S. G. Woods等人介绍的方法(见所引用的文献)进行处理，即于约100-150°C下、在N,N-二甲基甲酰胺(DMF)中、用苄硫醇钾对其处理约两小时。产品(7)可用酸化和过滤以分离之。

将酸(7)用过量的亚硫酸(二)氯处理，再于如四氢呋喃这类惰性有机溶剂中用2 Mole的二烷基胺进行胺化即可将其转化为酰胺(9)，蒸去反应溶剂，便可分离出酰胺产物(9)。

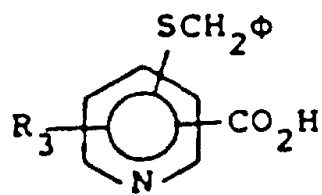
按照如南非专利申请84/8844所公开的这些本技术领域已知步骤，于盐酸水溶液中使硫醚(9)同次氯酸钠接触以进行反应式3(d)所示的反应。通过与氨接触使磺酰氯转变为磺酰胺(4)，蒸去溶剂便可分离出此产物。

反应式 3

(a)



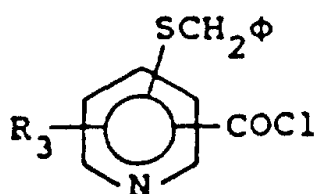
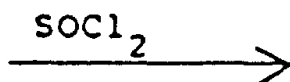
(6)



(7)

(b)

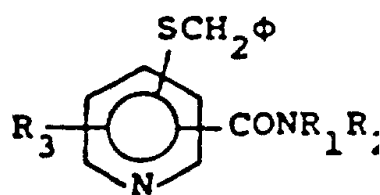
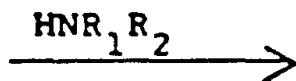
(7)



(8)

(c)

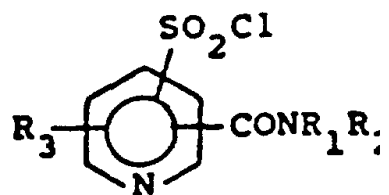
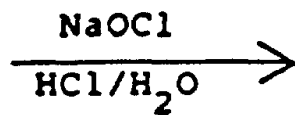
(8)



(9)

(d)

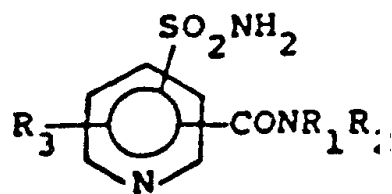
(9)



(10)

(e)

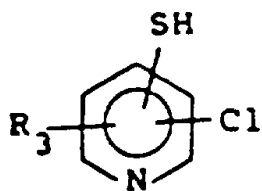
(10)



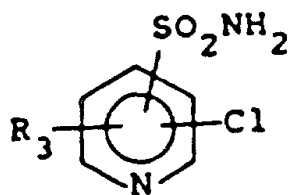
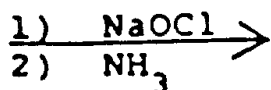
(4)

反应式 4

(a)



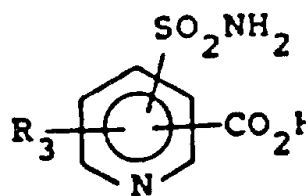
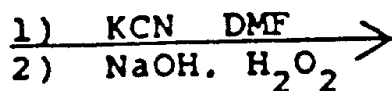
(11)



(12)

(b)

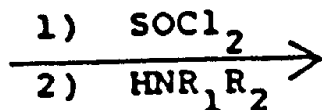
(12)



(13)

(c)

(13)



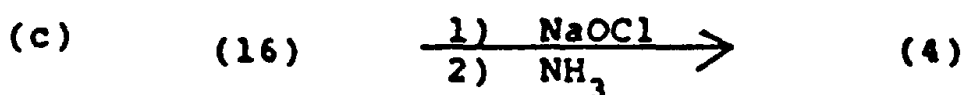
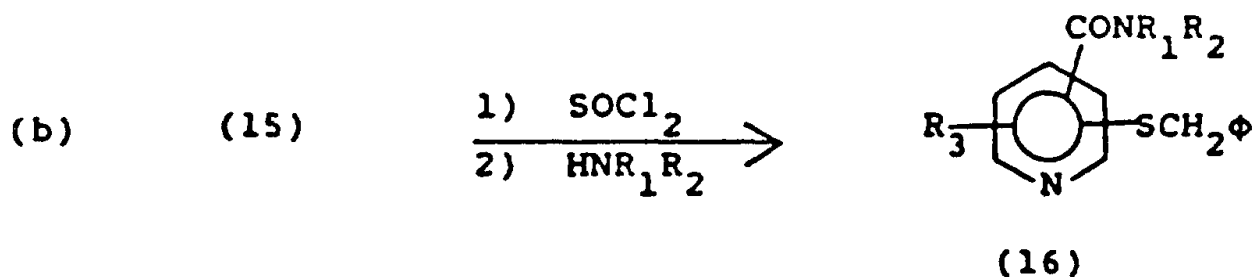
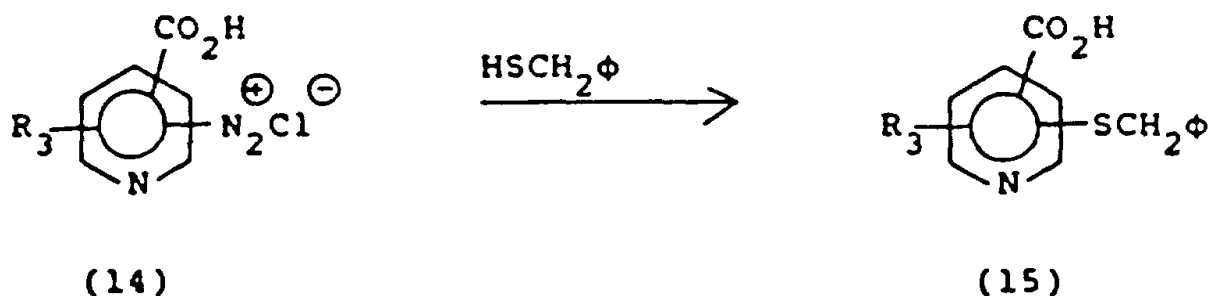
(4)

卤代吡啶硫醇的衍生物 (11) (反应式 4 中) 可用如美国专利 2,456,258 及 Grasseti 等人在 [J. Chromatography, Vol. 111, P. 121 (1969)] 杂志上介绍的这些在本技术领域中所已知的方法或其变体来制备, 或用如 Den Hertog 等人 [Rec. Trav. Chim., Vol. 70, P353 (1951)] 及 M. S. Newman 和 H. A. Karnes 在 [J. Org. Chem., Vol. 31, P. 41 (1966)] 杂志上叙述的方法由卤代吡啶-4-酚类原料制备。反应式 4 a 所示的反应是按 L. H. Mckendry 等人 (参见所引的文献) 介绍的步骤, 使硫醇 (11) 与次氯酸钠接触的方法进行的。磺酰胺

(12) 按 Testaferri 等人描述的方法 (参见所引的文献) 用氰化钾处理, 并用氢氧化钠和过氧化氢使其水解 (March, Advanced organic Chemistry, 第三版, 809-810页, 纽约 McGraw-Hill 公司, 1977年) 便得到酸 (13), 再与亚硫酸 (二) 氯接触, 并用 2 mole 的二烷基胺胺化后将此酸转变为酰胺 (4), 蒸去溶剂便可分离出该产品。

反应式 5

(a)

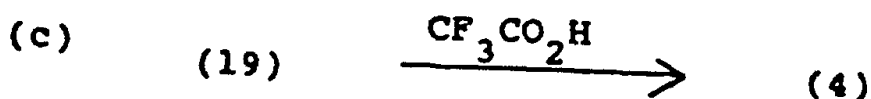
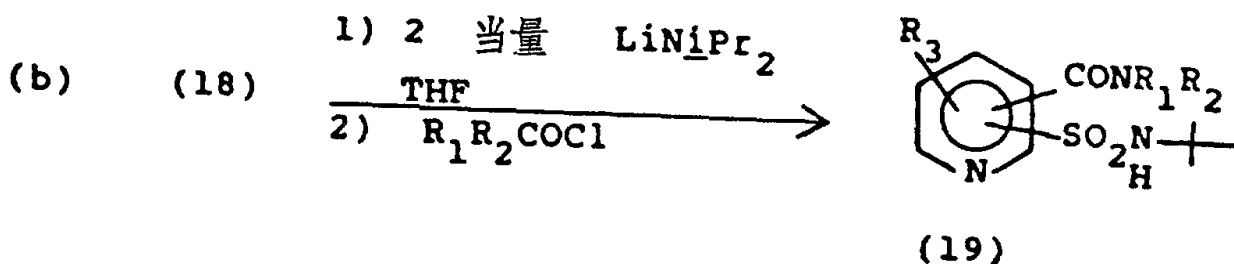
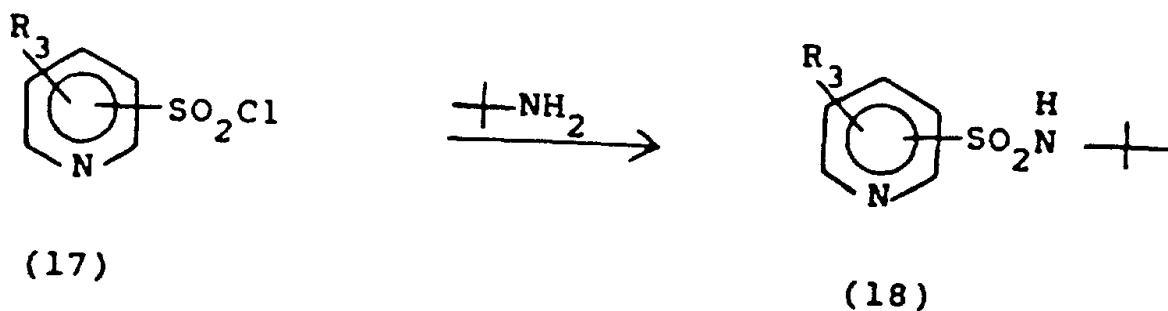


重氮衍生物 (14') (反应式 5) 可用本技术领域已知的方法或其变体, 例如 Blanz 等人在 [J. Med. Chem., 第 6 卷, 185 页 (1963)] 杂志上描述的方法制备。反应式 5 a 所示的反应是通过使重氮盐 (14) 与苄基亚硫酸接触的方法进行的。将此酸 (15)

转化为酰胺 (16) 是通过用亚硫酸(二)氯进行处理, 再用 2 Mole 的二烷基胺进行氨化实现的。按 L. H. Mckendry 等人介绍的步骤 (见所引的文献) 进行反应 5 c 以得到氨基磺酰 (4)。

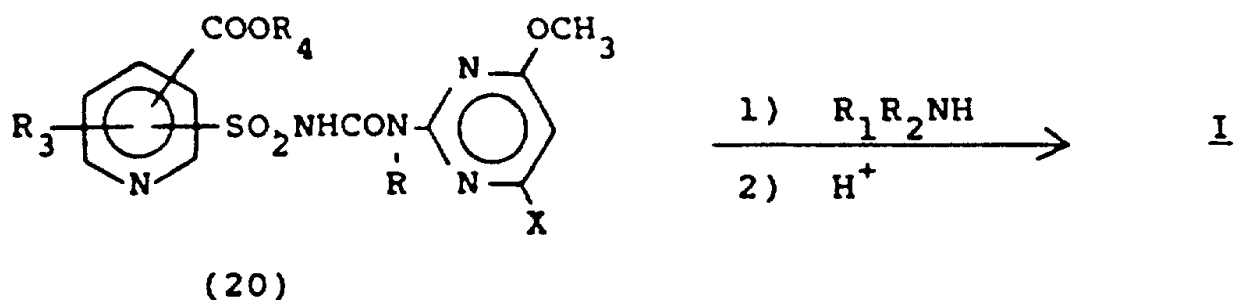
反应式 6

(a)



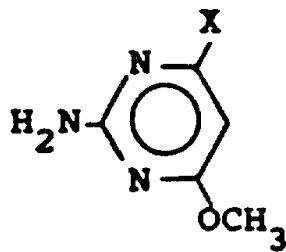
吡啶磺酰卤 (17) (反应式 6) 可用相应的硫醇、硫醚或硫酸为原料, 用包括上述那些方法在内的本技术领域已知的方法或其变体来制备。将磺酰卤 (17) 与叔-丁胺接触以进行反应式 6 a 所示的反应。邻-甲酰胺 (19) 是用 Queguiner 在 “Synthesis” 中 822 页 (1983) 上介绍的方法的变体, 以 (18) 为原料制备的。与三氟乙酸接触以将叔-丁基磺酰胺 (19) 转变为酰胺 (4)。

反应式 7



可用美国专利 4,544,401、4,435,206 及欧洲专利公开 13,480 中所述的方法制备吡啶酯磺酰脲 (20)。将酯 (20) 与适当的胺接触,接着再中和以实现反应式 (7) 所示的反应。

杂环胺 (2) 是一类已知的化合物



(2)

有关 2-氨基嘧啶类化合物的合成和反应的综述,请参看 杂环化合物化学 (Chemistry of Heterocyclic Compounds) (Vol. 16, Wiley-Interscience, New York (1962)) 美国专利 4,540,782 介绍了其中 X 为 OCF_2H 的嘧啶化合物 (2) 的制备方法。

适宜农业用的化合物 I 的盐类也适用作除莠剂,这些盐类可用包括美国专利 4,127,405 所述的方法在内的那些众所周知的方法来制备。

下述实施例详细说明本发明化合物的合成方法,其中的温度是用摄氏表示的。

实 施 例 1

N,N-二甲基-2-(苯甲硫基)-3-吡啶甲酰胺

将叔-丁氧钾(25.0g, 223mmol)的二甲基甲酰胺(100ml)溶液冷却到0℃, 于0℃下, 滴加苄硫醇22ml(186mmol)。加毕, 将此反应混合物温热到25℃, 并于此温度下搅拌15分钟。再将此反应混合物冷却到0℃, 一次加入34.0g(186mmol)N,N-二甲基-2-(氯)-3-吡啶甲酰胺。放热升温到50℃后, 将其于80℃下加热1.5小时, 冷却后倒入100ml水中, 乙醚萃取。先用水将合并的有机萃取物洗涤两次, 再用盐水洗, 经硫酸钠干燥, 此浓缩物得到19.2g粘性的黄色油状物。IR(液体石蜡)1640(CONMe₂)cm⁻¹。

NMR(CDCl₃): δ 2.72 (s, 3H, NCH₃);
3.04 (s, 3H, NCH₃);
4.49 (s, 2H, SCH₂C₆H₅);
6.97-7.17 (m, 1H);
7.18-7.57 (m, 6H); and
8.50 (d of d, 1H).

实施例 2

N,N-二甲基-2-氯磺酰-3-吡啶甲酰胺

将浓盐酸(4.4ml)、二氯甲烷(66ml)、水(34ml)和N,N-二甲基-2-(苯甲硫基)-3-吡啶甲酰胺(4.0g, 14.7mmol)的混合物冷却到0℃。在使其温度维持在-5至3℃之间时, 用15分钟多的时间向其中滴加5%的次氯酸钠60ml(40.5mmol)。于0℃度下搅拌此黄色乳状液20分钟, 然后将

反应混合物倒入水中，二氯甲烷萃取。将合并的有机萃取液维持在 0°C ，用亚硫酸氢钠饱和溶液洗涤，硫酸钠干燥。半小时后，将此黄色溶液滤入反应烧瓶，冷却至 -78°C ，加入 5 ml (431 mmol) 无水氨，将其温热到室温，减压下除去溶剂，将所得固体用 5 ml 水配制成浆状物，过滤收集不溶性白色固体，得到目的化合物 2.0 g 。熔点 $198-209^{\circ}\text{C}$ (分解)。

NMR (DMSO): δ 2.70 (s, 3H, NCH_3);
2.93 (s, 3H, NCH_3);
7.60-7.75 (m, 1H);
7.90 (m, 1H); and
8.75 (m, 1H).

实 施 例 3

N,N-二甲基-2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨基羰基] 氨基磺酰基]-3-吡啶甲酰胺

于 0.50 g (2.2 mmol) N,N-二甲基-2-(氨基磺酰基)-3-吡啶甲酰胺和 0.60 g (2.2 mmol) 氨基甲酸4,6-二甲氧基嘧啶-2-基苯酯在 3 ml 乙腈中的悬浮液里加入 0.32 ml (2.2 mmol) 1,8-重氮二环[5,4,0]十一碳-7-烯 (DBU)，室温下搅拌7分钟，加水 6 ml ，再滴加10%的盐酸制得白色沉淀物，经过滤收集，得到 0.75 g 目的化合物。熔点 $142-159^{\circ}\text{C}$ (分解)。红外 (液体石蜡) $1720(\text{CO})$, 1609 , 1365 , 1162 cm^{-1} 。

NMR (DMSO): δ 2.80 (s, 3H, NCH₃):
 2.93 (s, 3H, NCH₃):
 3.89 (s, 6H, OCH₃):
 6.02 (s, 1H):
 7.70-7.80 (m, 1H):
 8.00 (m, 1H):
 8.72 (m, 1H):
 10.62 (s, 1H, NH): and
 12.75 (s, 1H, NH).

实 施 例 4

2 - (苯基甲硫基) - 3 - 吡啶甲酸

合并 200 份 2 - 巯基烟酸、970 份水、215 份 50% 的 NaOH 和 164 份苄基氯，将所得溶液回流 2 小时，用 2580 份水稀释后，该溶液用 207 份 36% 的 HCl 酸化。过滤冷却后得到的浆状物，此湿饼用水洗涤，干燥，得到 307 份 (97.1%) 的 2 - (苯基甲硫基) - 3 - 吡啶甲酸，熔点 190 - 193 °C。

实 施 例 5

N, N - 二甲基 - 2 - (苯基甲硫基) - 3 - 吡啶甲酰胺

将 29.7 份亚硫酸 (二) 氯、50.0 份 2 - (苯基甲硫基) - 3 - 吡啶甲酸和 225 份乙酸乙酯的混合物回流 1.6 小时，所得的 2 - (苯基甲硫基) - 3 - 吡啶碳酰氯溶液冷却到 5 °C，在维持其温度约 10 °C 下，加入 40% 的二甲胺水溶液 70 份，用 36% 的盐酸将 pH 调至 4.0，洗去下面的水层，在乙酸乙酯层中加入水，蒸发所得混合物直至除去乙酸乙酯。冷却并加入晶种后，过滤回收 N, N - 二甲

基-2-(苯基甲硫基)-3-吡啶甲酰胺, 经水洗涤, 干燥, 得到 52.1 份产物 (93.9%), 熔点 61-63°C。

实 施 例 6

2-(氯代磺酰基)-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺

在向 60 份 N,N-二甲基-2-(苯基甲硫基)-3-吡啶甲酰胺、240 份水和 372 份氟利昂 TF (Freon®) 的混合物内通入 59 份 Cl₂ 的 10 分钟内靠外部冷却维持其温度为 2°C, 过滤收集形成的固体, 用冰水 (2×100 份) 洗涤, 氟利昂 (Freon®) TF (2×55 份) 洗涤, 经此过滤器抽干燥的空气以对其进行干燥, 这可得到 46.7 份 (产率 85.2%) 3-((二甲胺)羰基)-2-吡啶磺酰氯, 熔点 110-114°C。如欲将此物质保存任意长的时间, 应贮存在 0°C 以下。

实 施 例 7

2-(氨磺酰基)-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺

在由 45.0 份磺酰氯、120 份四氢呋喃组成的混合物中通入无水 NH₃ 9 份, 在通入 NH₃ 所需的 40 分钟时间里, 其温度维持在 10°C 以下。加入 115 份水, 用 36% 的 HCl 13 份将 PH 调到 7.5, 蒸馏反应混合物, 直至反应罐的温度达到 79°C 为止, 冷却后过滤收集产品, 干燥经冷水洗涤后的产品, 即得到 32.4 份 (78.2%) 的 2-(氨磺酰基)-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺, 熔点 188-191°C。

实 施 例 8

[3-[(N,N-二甲胺基羰基)-2-吡啶基]磺酰基]氨基甲酸苯酯

在25分钟以上的时间里向由20.0份2-(氨基磺酰)-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺、30.3份50%的NaOH和63份丙酮组成的混合物里加入30.4份氯甲酸苯酯。维持温度在0-5℃之间,再搅拌20分钟后,加入157份水,过滤所得稀浆状物,用20份36% HCl将滤液酸化到PH2,过滤收集沉淀的固体,水洗涤,干燥,得到26.3份(86.3%) [3-[[(二甲胺羰基)-2-吡啶基]磺酰]氨基甲酸苯酯,熔点150-154℃。

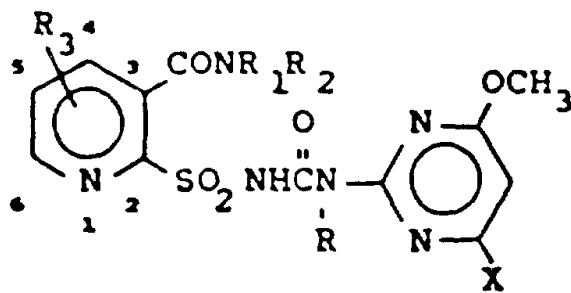
实 施 例 9

N,N-二甲基-2-[[(4,6-二甲氧嘧啶-2-基)氨基羰基]氨基磺酰]-3-吡啶甲酰胺

将12.0份氨基甲酸酯(实施例8的)、5.33份2-氨基-4,6-二甲氧基嘧啶和36份乙酸乙酯的混合物,迴流1.0小时,过滤经冷却的浆状物,固体用乙酸乙酯洗涤,干燥,得到12.3份目的化合物(产率87.3%),熔点184-185℃。

本技术领域的普通技术人员可用前面所述的及实施例1-9举例说明的步骤制备下列化合物。

表 1



<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	H	OCH ₃	H	Cl	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	

表 I (续)

\underline{R}	\underline{R}_1	\underline{R}_2	\underline{R}_3	\underline{X}	<u>熔点</u> ($^{\circ}\text{C}$)
H	H	CH_2CH_3	H	OCH_2CH_3	
H	H	OCH_3	H	OCH_2CH_3	
H	H	CH_3	H	CH_2OCH_3	
H	H	CH_2CH_3	H	CH_2OCH_3	
H	H	OCH_3	H	CH_2OCH_3	
CH_3	H	CH_3	H	OCH_3	
CH_3	H	OCH_3	H	OCH_3	
CH_3	H	CH_3	H	CH_3	
CH_3	H	OCH_3	H	CH_3	
CH_3	H	CH_3	H	Cl	
CH_3	H	OCH_3	H	Cl	
CH_3	H	CH_3	H	CH_2F	
CH_3	H	CH_3	H	OCF_2H	
CH_3	H	CH_3	H	CH_2OCH_3	
H	CH_3	CH_3	H	OCH_3	142-159 d
H	CH_3	CH_2CH_3	H	OCH_3	123-125 d
H	CH_3	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	H	OCH_3	
H	CH_3	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	H	OCH_3	
H	CH_3	OCH_3	H	OCH_3	174-177 d
H	CH_3	OCH_2CH_3	H	OCH_3	
H	CH_3	CH_3	H	CH_3	151-152 d
H	CH_3	CH_2CH_3	H	CH_3	133-134 d
H	CH_3	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	H	CH_3	
H	CH_3	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	H	CH_3	
H	CH_3	OCH_3	H	CH_3	130 d
H	CH_3	OCH_2CH_3	H	CH_3	
H	CH_3	CH_3	H	Cl	144-145 d
H	CH_3	CH_2CH_3	H	Cl	
H	CH_3	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	H	Cl	
H	CH_3	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	H	Cl	
H	CH_3	OCH_3	H	Cl	
H	CH_3	OCH_2CH_3	H	Cl	

表 1 (续)

\underline{R}	\underline{R}_1	\underline{R}_2	\underline{R}_3	\underline{X}	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	123-129 d
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	128-133 d
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	129-130 d
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	M	OCF ₂ H	

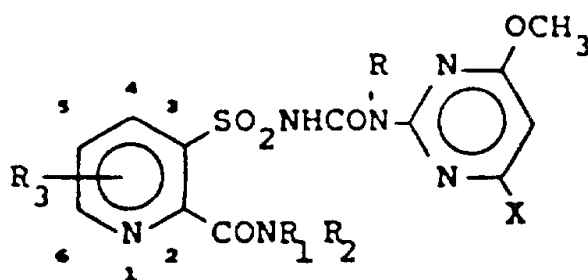
表 1 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	146-162 d
H	H	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-F	OCH ₃	

表 1 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	4-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	OCH ₃	124-125 d
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	CH ₃	151-153
H	CH ₃	CH ₃	4-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₂ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₃ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₄ -		H	OCH ₃	

表 2



<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	H	OCH ₃	H	Cl	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	

表 2 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	

表 2 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	

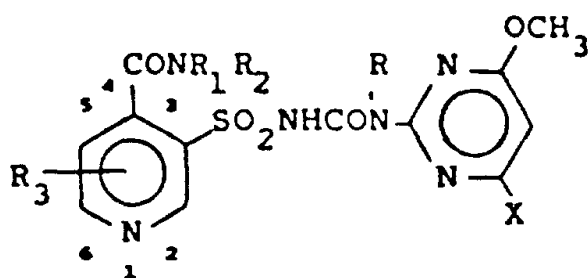
表 2 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	4-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-F	OCH ₃	

表 2 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	4-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	4-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₂ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₃ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₄ -		H	OCH ₃	

表 3



<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	H	OCH ₃	H	Cl	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	

表 3 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	202-204 d
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	

表 3 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	

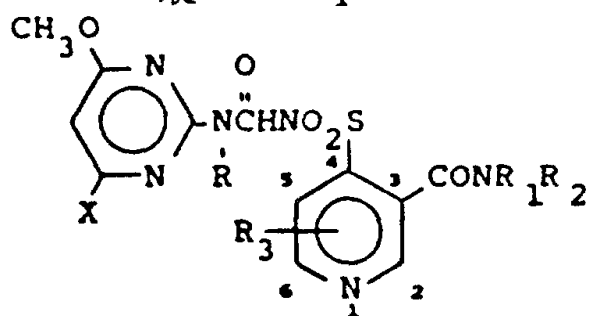
表 3 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-F	OCH ₃	

表 3 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	2-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₂ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₃ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₄ -		H	OCH ₃	

表 4



<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₃	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	H	CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	H	OCH ₃	H	Cl	
H	H	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	H	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	

表 4 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	H	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	H	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	H	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₃	OCH ₂ CH ₃	H	Cl	

表 4 (续)

\underline{R}	\underline{R}_1	\underline{R}_2	\underline{R}_3	\underline{X}	<u>熔点(°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCF ₂ H	
H	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ F	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ F	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCF ₂ H	

表 4 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₂ CH ₃	
H	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
CH ₃	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	Cl	
H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	OCH ₃	H	Cl	
H	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	
H	H	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	H	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	H	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	2-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	5-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	OCH ₃	6-Cl	OCH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	6-Cl	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-Br	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-F	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-F	OCH ₃	

表 4 (续)

<u>R</u>	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>	<u>熔点 (°C)</u>
H	CH ₃	CH ₃	2-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCH ₃	CH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-CF ₃	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	2-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	5-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	CH ₃	CH ₃	6-OCF ₂ H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₂ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₃ -		H	OCH ₃	
H	-(CH ₂) ₄ -		H	OCH ₃	

各种制剂

可按一般方法将化合物 I 配制成各种适宜的制剂，例如：粉剂、粒剂、丸剂、溶液、悬浮液、乳浊液、可湿润的散剂、可乳化的浓缩物等。其中的制剂有很多是可以直接施用的。可喷洒的制剂可分散于适宜的介质中，每公顷农田中可喷用的这种制剂的体积为几升到几百升。高浓度组合物主要用作进一步配制用的中间体。这些制剂含浓度范围很宽的下列成分：按重量计约为 0.1%—99% 一种或多种活性成分以及至少下列之一其它成分：(a) 约 0.1—20% 的表面活性剂（一种或多种），(b) 约 1%—99.9% 的固体或液体稀释剂（一种或多种）。具体讲，这些制剂含有大致下述比例的这些成分：

	活性成分	重量% * 稀释剂 (一种或多种)	表面活性剂 (一种或多种)
可湿润的散剂	20—90	0—74	1—10
悬浮油液、乳浊液、溶液 (包括乳油)	3—50	40—95	0—15
悬浮水液	10—50	40—84	1—20
粉剂	1—25	70—99	0—5
粒剂和丸剂	0.1—95	5—99.9	0—15
高浓度组合物	90—99	0—10	0—2

*：活性成分与至少一种表面活性剂或一种稀释剂之和等于 100%。

当然，按照使用目的和该化合物的物理性质活性成分的浓度可以更高或更低些。有时表面活性剂与活性成分之比高一些为好，利用在制剂中混入或用容器混入的方法可以实现。

在 Watkins 等人所编著的“杀虫剂粉剂稀释剂及载体手册” (“ Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers ”) (第二版 Dorland Books, Caldwell, New Jersey) 中介绍了一些有代表性的固体稀释剂, 但是其他的固体稀释剂 (无论是开采的或制备的) 也可以使用。对可湿润的散剂优先吸附力较大的稀释剂, 而对于粉剂则优选较致密的稀释剂。Marsden 在“溶剂指南” (Solvent guide) (第二版, Interscience New York, 1950) 一书中介绍了典型的液体稀释剂和溶剂。对悬浮浓缩物来说优选的溶解度低于 0.1 % 的, 溶液浓缩物优选在 0 °C 下对相分离稳定的。在“ McCutcheon 的洗涤剂 and 乳化剂年鉴” (“ McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual ”, M C Publishing Corp., Ridgewood, New Jersey) 和西塞尔和伍德“表面活性剂百科全书” (Sisely and Wood, “ Encyclopedia of Surface Active Agents”, Chemical Publishing CO., Inc., New York, 1964) 中列出了表面活性剂及推荐的用途。所有制剂都可含有微量添加剂以减少起泡、结块、腐蚀、微生物生长等。

制备这些组合物的方法已公知。用成分简单混合法配制成溶液。用混合法以及一般用如锤磨机或液能研磨机研磨法制备细粒固体组合物, 悬浮液是用水磨法制备的 (参见 Littler 的美国专利 3,060,084)。粒剂和丸剂可采用将活性物质喷雾于预制的颗粒载体上的方法或采用成粒技术 (agglomeration techniques), 参见布朗宁“成粒” (Browning, “Agglomeration”, Chemical Engineering, 1967 年 12 月 4 日, 第 14755 页) 和“佩里化

学工程师手册” (“ Perry's Chemical Engineer's Handbook ”) 第5版, McGraw-Hill, New York. 1973, 8-57页及下述内容。

有关制剂领域的进一步资料如参见: U. S. 专利 3,235,361 6栏16行至7栏19行及实施例10至41; U. S. 专利 3,309,192中5栏43行至7栏62行及实施例8、12、15、39、41、52、53、58、132、138-140、162-164、166、167和169-182; U. S. 专利 2,891,855中3栏66行至5栏17行及实施例1-4; 克林格曼“杂草控制科学”(“ Weed Control as a Science ”, John Wiley and Sons. 公司, 纽约, 1961, 81-96页) 以及弗雷尔尼等人“杂草控制手册” [“ Weed Control Handbook ” 第5版, 牛津布莱克威尔科学出版 (Blackwell Scientific Publications, Oxford) 1968年, 101-103页]。

下述各实施例中, 除另有说明外, 所有的份数全是用重量表示的。

实 施 例 10

可湿润的散剂

2 - [[(4,6 -二甲氧基嘧啶 - 2 -基) 氨基羰基] 氨基磺酰] - N,N -二甲基 - 3 -吡啶甲酰胺	50%
烷基萘磺酸钠	2%
低粘度甲基纤维素	2%
硅藻土	46%

混合上述各成分, 先用锤磨机粗磨, 再用气动研磨机研磨以生

产粒径基本上都小于10微米的颗粒，重混合后包装。

实 施 例 1 1

粒剂

实施例10的可湿润的散剂 5%

硅镁土粒 95%

(美国标准20—40目, 0.84—0.42mm)

在一双锥混合器中, 将含25%固体的可湿润散剂浆喷雾于硅镁土颗粒表面上。此颗粒经干燥后包装。

实 施 例 1 2

挤压的丸剂

2—[[(4,6—二甲氧基嘧啶—2—基) 氨基羰基] 氨磺酰基]—

N,N—二甲基—3—吡啶甲酰胺 25%

无水硫酸钠 10%

粗木素 磺酸钙 5%

烷基萘 磺酸钠 1%

钙或镁膨润土 59%

将上述各成分混合、锤磨研磨、12%的水湿润。将混合物挤压成3毫米直径的园柱体, 再切成3毫米长的丸粒。该种丸粒经干燥后便可直接使用, 或将粉碎的干丸粒过筛(美国标准20号筛, 孔为0.84mm)。在筛(美国标准40号, 其孔为0.42mm)上面的颗粒可包装待用, 在此筛下面的细粉重新循环制粒。

实 施 例 1 3

低浓度的粒剂

2—[[(4,6—二甲氧基嘧啶—2—基) 氨基羰基] 氨磺酰基]—

N, N-二甲基-3-吡啶甲酰胺	1%
N, N-二甲基甲酰胺	9%
硅镁土颗粒	90%
(美国标准20-40号筛)	

将活性成分溶解在所说溶剂中，再于双锥混合器中将此溶液喷洒于去尘颗粒上。溶液喷毕后，让此混合器运行一短时期，然后包装这些颗粒。

实 施 例 14

悬浮水液

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨羰基] 氨磺酰基]-

N, N-二甲基-3-吡啶甲酰胺	40%
聚丙烯增稠剂	0.3%
十二烷基苯酚聚乙二醇醚	0.5%
磷酸氢二钠	1%
磷酸二氢钠	0.5%
聚乙烯醇	1.0%
水	56.7%

将上述各成分混合后，用砂磨机研磨以制备所有颗粒粒度基本上都小于5微米的颗粒。

实 施 例 15

悬浮油液

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨羰基] 氨磺酰基]-

N, N-二甲基-3-吡啶甲酰胺	35%
甲酸多元醇酯和油溶性石油磺酸盐的混合物	6%

二甲苯 59%

合并上述各成分，用砂磨机研磨以生产粒度基本上都小于5微米的颗粒。此产品掺入油或用水乳化后可直接使用。

实 施 例 16

粒剂

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨羰基] 氨磺酰]-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺	80%
湿润剂	1%
粗木素磺酸盐 (含天然糖5-20%)	10%
硅镁土	9%

将上述各成分混合、研磨、过筛(100目)，然后将其加入流化床式制粒机，调节气流以使物料徐徐流态化，于流态化的物料上喷以细的水雾。流态化及喷雾操作一直持续到颗粒粒度达到要求的范围，此时停止喷雾，但流态化仍需继续进行并可以对其加热直至含水量降到要求的水平，一般而言，要低于1%。排料，过筛以选出要求粒度的颗粒，一般为14-100目(1410-149微米)，包装备用。

实 施 例 17

高浓缩物

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨羰基] 氨磺酰]-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺	99%
二氧化硅气凝胶	0.5%
合成的无定形二氧化硅	0.5%

将上述各成分混合并用锤磨机研磨以制备基本上都能通过美国标准50号筛(0.3mm孔)的颗粒。如果必要的话，此浓缩物还可作

进一步配制。

实 施 例 1 8

可湿润的散剂

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨基羰基] 氨基磺酰基]-

N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺 90%

二辛基磺基丁二酸钠 0.1%

合成的二氧化硅细粉 9.9%

混合上述各成分并用锤磨机研磨以制备粒度基本上均小于100微米的颗粒。用美国标准50号筛过筛后包装。

实 施 例 1 9

可湿润的散剂

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨基羰基] 氨基磺酰基]-

N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺 20%

木素磺酸钠 20%

蒙脱土 60%

将上述各成分充分混合，先用锤磨机粗研磨，再用气动研磨机研磨以制备粒度基本上都小于10微米的颗粒，再经混合后包装。

实 施 例 2 0

粉剂

2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基) 氨基羰基] 氨基磺酰基]-

N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺 10%

硅镁土 10%

叶蜡石 80%

将上述活性成分与硅镁土混合，用锤磨机研磨以制备粒度基本上

均小于200微米的颗粒。再将此经研磨的浓缩物与粉状叶蜡石充分混合直至均匀。

应用

玉米是很重要的禾谷类作物，不但可以作人吃的食物也可作动物饲料。同所有作物一样，作物高产取决于充分控制不需要的植物，使之对于作物的竞争作用减到最小。由于玉米是禾木科植物，所以要控制其他与此作物竞争的禾木科植物特别困难。用本发明的化合物控制玉米中的杂草既可作萌前除莠剂也可作萌发后除莠剂，而对作物又无大的损伤。本发明的化合物特别适用于控制诸如长狗尾草(Setaria spp)、秋稷(Panicum dichotomiflorum)、稗(Echinochloa crusgallis)、实生宿根高粱(Sorghum halepense)和落叶蔓(Sorghum bicolor)这类棘手的杂草；本发明的化合物可用作嫩草萌前除莠剂或其萌发后除莠剂，而最有效的是用作其萌发后除莠剂；本发明的化合物用于如藜(Chenopodium album)、苋属(Pigweed)和曼陀罗(Datura stramonium)这类阔叶杂草也有效。本发明化合物的用量比例取决于存在杂草的多少、年龄、土壤类型、气候、所用制剂和施用方法，其波动范围为约1g/公顷至1000g/公顷。本技术领域的普通技术人员可容易地选择将提供所需除莠效果的准确用量比例和施用方法。

本发明的组合物可与其他商品除莠剂结合起来使用，与下述除莠剂结合起来使用尤为适宜。

俗名	化 学 名
草不绿	2-氯-2',6'-二乙基-N-(甲氧基甲基)-乙腈

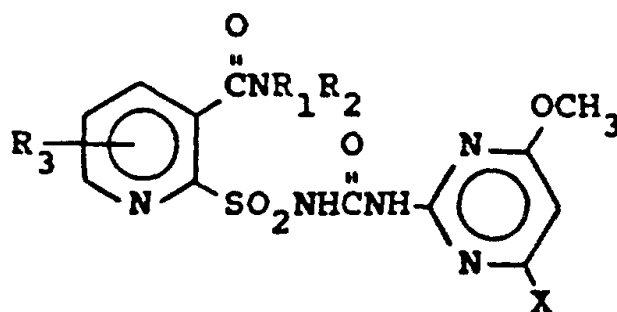
莠去津	2-氯-4-(乙胺基)-6-(异丙胺基)- <u>S</u> -三嗪
苏达灭	硫代氨基甲酸S-乙基-二异丁酯
草净津	2-〔〔4-氯-6-(乙胺基)- <u>S</u> -三嗪-2-基〕氨基〕-2-甲基丙腈
麦草畏	3,6-二氯-邻-茴香酸
茵达灭	二丙替硫代氨基甲酸乙酯
利谷隆	3-(3,4-二氯苯基)-1-甲氧基-1-甲基脲
甲氧毒草安	2-氯-N-(2-乙基-6-甲基)-N-(2-甲氧基-1-甲乙基)乙酰胺
赛克嗪	4-氨基-6-叔-丁基-3-(甲硫基)- <u>a s</u> -三嗪-5(4H)-酮
tridiphane	2-(3,5-二氯苯基)-2-(2,2,2-三氯乙基)环氧乙烷
2,4-D	(2,4-二氯苯氧基)乙酸
溴苯腈	3,5-二溴-4-羟基苯基氰化物
对草块	1,1'-二甲基-4,4'-吡啶鎓离子
草甘磷	N-(膦酰基甲基)甘氨酸
商 标	化 学 名
Harmony™	3-〔〔(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基羰基〕氨基磺酰基〕-2-噻吩甲酸甲酯
Cinch®	1-甲基-4-(1-甲基乙基)-2-

挂-〔(2-甲苯基)-甲氧基〕-
-噁二环〔2.2.1〕庚烷

.....

2-乙氧基-N-〔〔4-(2,2,2-
三氟乙氧基)-6-甲氧基-1,3,5-
三嗪-2-基〕氨基〕苯磺酰胺

用总结于后面的温室实验数据证明这些化学药品的效用。这些结果表明本发明化合物的除莠效果及其玉米的选择性。



化合物	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>X</u>
1	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃
2	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃
3	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	OCH ₃
4	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	CH ₃
5	CH ₃	CH ₃	H	OCF ₂ H
6	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃
7	CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃
8	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	OCH ₃
9	CH(CH ₃) ₂	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃
10	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	OCH ₃
11	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃
12	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃
13	CH ₃	CH ₃	H	Cl
14	CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	Cl

试验 A

种以马唐 (Digitaria sp.)、稗 (Echinochloa Crusgalli)、大狗尾草 (Setaria faberi)、野燕麦 (Avena fatua)、旱雀麦 (Bromus Secalinus)、苘麻 (Abutilon theophrasti)、牵牛花 (Ipomoea spp.) 苍耳 (Xanthium Pensylvanicum)、高粱玉米、大豆、糖用甜菜、棉花、稻、小麦、大麦的种子和紫莎草 (Cyperus rotundus) 块基。用溶于对植物无害溶剂中的试验化学品对其进行萌前除草处理。同时，用土壤/小叶施用化学品的方法处理这些作物和杂草，处理时植物的高度在 2 至 18 厘米之间。试验组植物和对照组植物均放于温室中生长 16 天，其后再将试验组植物和对照组植物进行比较，用目视法评价对于处理的感应性。总结在表 A 中的评价等级是按从 0 (无伤害) 至 10 (完全杀死) 的数字标尺来标出的，其中所附的说明性符号的含意如下：

C = 褪绿/坏死； B = 灼伤；

D = 落叶； E = 抑制出苗；

G = 生长迟滞； H = 造型效果；

U = 独特的着色作用；

X = 腋生刺激；

S = 白化现象；和

6 y = 芽或花的脱落。

表 A

用量比例(kg/公顷)	化合物 1		化合物 2		化合物 3		化合物 4	
	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01
萌发后除莠								
棉花	4C, 9G	4C, 8H	3C, 7H	2G	5C, 9G	2C, 9G	3C, 8H	1
牵牛花	9C	4C, 9H	4C, 9G	3C, 5H	10C	4C, 9G	3C, 7H	11
苍耳	10C	4G	4C, 8H	2C, 2H	10C	4C, 9H	3C, 7H	11
莎草	8G	4C, 8G	3C, 8G	0	5C, 9G	4C, 9G	2C, 8G	1
马唐	3C, 7G	2G	3C, 5G	0	8G	0	0	1
稗	9C	5C, 9H	9C	4C, 8H	9C	10C	3C, 8G	1
野燕麦	6C, 9G	5C, 9G	5C, 9G	4C, 9G	5C, 9G	3C, 6G	2C, 7G	1
小麦	6C, 9G	3C, 9G	9C	9G	5C, 9G	9C	3C, 9G	21
玉米	0	0	0	0	0	0	0	1
大豆	4C, 9G	3C, 8G	4C, 9G	3H	9C	4C, 9G	2C, 6G	1
稻	9C	9C	9C	4C, 9G	9C	9C	9C	21, 5G
高粱	5C, 9G	4C, 9G	4C, 9G	4C, 9H	10C	10C	3C, 8H	21, 6G
旱雀麦	5C, 9G	2C, 9G	3C, 9G	3C, 9G	9C	4C, 9G	2C, 8G	1
糖甜菜	9C	4C, 9G	4C, 9H	3C, 5H	10C	4C, 8H	3C, 6H	1
苘麻	4C, 9H	4C, 8H	4C, 8H	3C, 5G	9C	3C, 7H	2C, 4G	1
大狗尾草	9C	5C, 9G	5C, 9G	4C, 9G	9C	5C, 9G	3C, 8G	111
大麦	5C, 9G	3C, 9G	3C, 9G	3C, 8G	6C, 9G	5C, 9G	3C, 6G	11
萌发前除莠								
棉花	8G	2G	0	0	7H	0	0	11
牵牛花	3H	1H	3G	1C	8H	0	2G	11
苍耳	6H	-	0	0	-	1H	0	11
莎草	9G	3C, 5G	3G	0	9G	0	0	11
马唐	3G	0	0	0	2C, 2G	0	0	11
稗	3C, 9H	2C	0	0	9H	5G	0	11
野燕麦	3C, 7G	3G	0	0	2C, 6G	0	0	11
小麦	2C, 8G	3G	0	0	8G	2G	0	11
玉米	0	0	0	0	0	0	0	11
大豆	1H	0	0	0	3C, 6H	2G	0	11
稻	9H	2C, 5G	0	0	9H	7G	0	11
高粱	3C, 9H	3C, 8G	0	0	9H	3C, 6G	0	11
旱雀麦	2C, 8G	6G	0	0	8G	0	0	11
糖甜菜	3C, 8G	3H	0	0	4C, 9G	3G	0	11
苘麻	7H	3C, 3G	3G	1C	7H	0	0	11
大狗尾草	3C, 8H	2G	2G	0	3C, 7G	0	0	11
大麦	3C, 6G	0	0	0	9G	0	0	11

表 A (续)

用量比例 (kg/公顷)	化合物 5		化合物 6		化合物 7		化合物 8	
	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01
萌发后除莠								
棉花	3C, 7H	3C, 4G	4C, 9H	4C, 8H	2G	0	1C	-
牵牛花	3C, 8H	3C, 3H	4C, 9G	3C, 8H	4C, 9H	3C, 5H	2H	-
苍耳	2C, 2H	3C, 2H	5C, 9G	4C, 9H	4C, 9H	3C, 5G	3C, 7H	-
莎草	3G	0	8G	3C, 7G	2C, 5G	0	3G	-
马唐	3G	0	5G	3G	2G	0	0	-
稗	9C	5C, 9H	9C	9C	5C, 9H	2C, 5H	9H	-
野燕麦	9C	2C, 9G	4C, 9G	3C, 7G	4C, 9G	2C, 8G	0	-
小麦	2C, 9G	9G	4C, 9G	9G	9G	9G	0	-
玉米	0	0	0	0	0	0	3C, 5H	-
大豆	3C, 8H	3C, 3H	4C, 9G	4C, 8G	3C, 8G	2G	3C, 5H	-
稻	5C, 9G	8G	9C	9C	5C, 9G	5G	2C, 9G	-
高粱	3C, 8G	3C, 7G	10C	10C	4C, 9G	2G	2C, 9G	-
旱雀麦	3C, 9G	3C, 9G	9C	9C	4C, 9G	7G	5G	-
糖甜菜	3C, 6H	3C, 5H	10C	5C, 9H	4C, 8H	3C, 3H	3C, 7G	-
苘麻	2C, 2H	0	4C, 9H	4C, 8H	3C, 7H	3C, 3H	7G	-
大狗尾草	4C, 9H	3C, 6H	9C	4C, 9H	4C, 9G	2H	2C, 5G	-
大麦	5C, 9G	3C, 8H	4C, 9G	4C, 9G	4C, 9H	3C, 7G	3C, 5G	-
萌发前除莠								
棉花	1C	0	2C, 4G	0	0	0	0	-
牵牛花	3G	0	3C, 7H	0	0	0	0	-
苍耳	0	0	3C, 3H	0	0	0	-	-
莎草	0	0	9G	0	0	0	0	-
马唐	0	0	3G	0	0	0	0	-
稗	3G	0	9H	2G	0	0	0	-
野燕麦	0	0	3C, 7G	3G	0	0	0	-
小麦	0	0	3C, 9H	5G	0	0	0	-
玉米	0	0	0	2G	0	0	0	-
大豆	0	0	2C, 6H	2G	0	0	0	-
稻	7G	0	5C, 9H	3C, 8H	0	0	0	-
高粱	3C, 7H	2C	4C, 9H	3C, 9H	0	0	2C, 2G	-
旱雀麦	5G	0	9G	7G	0	0	0	-
糖甜菜	3H	0	4C, 9G	3C, 8H	2H	0	0	-
苘麻	0	0	3C, 3H	0	0	0	0	-
大狗尾草	0	0	3C, 8H	0	0	0	0	-
大麦	0	0	9G	2C, 7G	0	0	0	-

表 A (续)

用量比例(kg/公顷)	化合物 9		化合物 10		化合物 11		化合物 12	
	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01	0.05	0.01
萌发后除莠								
棉花	3C, 5G	-	4C, 8H	-	2C, 6G	0	4C, 9H	9F
牵牛花	4C, 8H	-	4C, 9G	-	4C, 9H	2C, 5G	10C	9C
苍耳	4C, 9H	-	4C, 9H	-	4G	2G	3C, 8G	4C
莎草	2G	-	4C, 9G	-	2C, 9G	0	2C, 9G	9G
马唐	0	-	0	-	3C, 7G	2G	4C, 9G	7G
稗	3C, 8H	-	9C	-	4C, 8H	2C, 5G	9C	5C, 9G
野燕麦	2C, 5G	-	3C, 6G	-	5C, 9G	0	3C, 9G	3C, 9G
小麦	4C, 9G	-	3C, 9G	-	9G	7G	3C, 9G	8G
玉米	0	-	2C, 6G	-	0	0	2G	0
大豆	3G	-	3C, 8G	-	1H	0	4C, 8H	4H
稻	9C	-	10C	-	5C, 9G	2C, 8G	5C, 9G	5C, 9G
高粱	4C, 9G	-	10C	-	4C, 9G	2C, 5G	9C	5C, 9G
旱雀麦	2C, 8G	-	9C	-	5C, 9G	8G	4C, 9G	4C, 9G
甜菜	3C, 7H	-	10C	-	3C, 6G	1H	5C, 9G	5C, 9G
苘麻	4C, 8H	-	9C	-	3C, 7H	0	9C	3C, 7H
大狗尾草	3C, 7G	-	4C, 9H	-	4C, 9G	2C, 6G	9C	5C, 9G
大麦	3C, 9G	-	4C, 9G	-	4C, 9G	7G	5C, 9G	4C, 9G
萌发前除莠								
棉花	-	-	-	-	-	-	-	-
牵牛花	-	-	-	-	-	-	-	-
苍耳	-	-	-	-	-	-	-	-
莎草	-	-	-	-	-	-	-	-
马唐	-	-	-	-	-	-	-	-
稗	-	-	-	-	-	-	-	-
野燕麦	-	-	-	-	-	-	-	-
小麦	-	-	-	-	-	-	-	-
玉米	-	-	-	-	-	-	-	-
大豆	-	-	-	-	-	-	-	-
稻	-	-	-	-	-	-	-	-
高粱	-	-	-	-	-	-	-	-
旱雀麦	-	-	-	-	-	-	-	-
甜菜	-	-	-	-	-	-	-	-
苘麻	-	-	-	-	-	-	-	-
大狗尾草	-	-	-	-	-	-	-	-
大麦	-	-	-	-	-	-	-	-

表 A (续)

用量比例(kg/公顷) 萌发后除莠	化合物 1 3		化合物 1 4	
	0.05	0.01	0.05	0.01
棉花	3C, 5H	-	7G	-
牵牛花	3C, 7H	-	3C, 9G	-
苍耳	2C, 4G	-	2C, 8G	-
莎草	0	-	2C, 7G	-
马唐	2C, 5G	-	0	-
稗	3C, 8H	-	3C, 9H	-
野燕麦	2C, 3G	-	0	-
小麦	4G	-	0	-
玉米	0	-	1H	-
大豆	0	-	0	-
稻	3C, 9G	-	3C, 6G	-
高粱	4C, 9G	-	2C, 9G	-
旱雀麦	8G	-	6G	-
甜菜	3C, 7G	-	4C, 8G	-
苘麻	2G	-	2G	-
大狗尾草	3C, 8G	-	3G	-
大麦	2C, 8G	-	0	-
萌发前除莠				
棉花	-	-	-	-
牵牛花	-	-	-	-
苍耳	-	-	-	-
莎草	-	-	-	-
马唐	-	-	-	-
稗	-	-	-	-
野燕麦	-	-	-	-
小麦	-	-	-	-
玉米	-	-	-	-
大豆	-	-	-	-
稻	-	-	-	-
高粱	-	-	-	-
旱雀麦	-	-	-	-
甜菜	-	-	-	-
苘麻	-	-	-	-
大狗尾草	-	-	-	-
大麦	-	-	-	-

试 验 B

萌发后除莠

在直径 25 cm、深 12.5 cm 的三个园形盆内装上黄樟砂壤土。在第一个盆内种上莎草 (Cyperus rotundus) 块茎、马唐 (Digitaria Sanguinalis) 加拿大筷子芥 (Cassia obtusifolia)、曼陀罗 (Datura stramonium)、苘麻 (Abutilon theophrasti)、藜 (Chenopodium album)、稻 (Oryza sativa) 和刺黄花稔 (Sida Spir-osa)；第二个盆中种绿狐尾草 (Setaria viridis)、苍耳 (Xanthium pesyvanicum)、牵牛花 (Impomoea hederacea)、陆地棉 (Gossypium hirsutum)、约翰逊草 (Sorghum halepense)、稗 (Echinochloa crus-galli)、玉米 (Zea mays)、大豆 (Glycine Max) 和大狗尾草 (Setaria faberii)；第三个盆中种小麦 (triticum aestivum)、大麦 (Hordeum Vulgare)、野荞麦 (Polygonum Convolvulus)、旱雀麦 (Bromus Secalinus)、糖用甜菜 (Beta Vulgaris)、野燕麦 (Avena fatua)、堇菜 (Viola arvensis)、灯芯草 (Alopecurus myos-roides) 和欧洲油菜 (Brassica napus)。上述植物约生长十四天后，喷以溶于对植物无害溶剂中的上述化学品进行萌发后除莠。

萌前除莠

在三个园盆 (直径 25 cm、深 12.5 cm) 中装上黄樟砂壤土。第一盆种莎草块茎、马唐、加拿大筷子芥、曼陀罗、苘麻、藜、稻和刺黄花稔；第二个盆种绿狐尾草、苍耳、牵牛花、陆地棉、约翰逊草、

稗、玉米、大豆和大狗尾草；第三个盆种小麦、大麦、野荞麦、旱雀麦、糖用甜菜、野燕麦、莖菜、灯芯草和欧洲油菜。于上述三个盆中喷以溶于对植物无害溶剂中的上述化学品进行萌前除莠。

试验组和对照组植物均放在温室中约24天，然后将试验组植物和对照组植物进行比较，对其感应性用目视法进行评价。

感应性评价是按0—100分来评定的，0表示无作用；100分表示全部控制。破折号（—）表示未试验。

感应性评价列于下表B中

表 B

化合物 1

用量比例(g/公顷)	0001	0004	0016	0062	0250
萌发后除草					
大狗尾草	30	50	70	100	-
苘麻	30	60	90	100	-
糖甜菜	50	70	100	100	-
马唐	0	30	50	80	-
刺黄花稔	30	50	70	90	-
曼陀罗	30	50	70	100	-
稻	40	70	100	100	-
苍耳	0	0	30	70	-
棉花	0	30	50	70	-
大豆	0	0	60	80	-
稗	30	60	100	100	-
野燕麦	0	0	30	70	-
牵牛花	30	60	90	100	-
小麦	0	20	30	60	-
小肉桂	0	0	30	50	-
约翰逊草	30	60	100	100	-
莎草	0	30	60	90	-
玉米	0	0	0	0	-
野芥麦	0	30	50	80	-
灯芯草	0	30	50	80	-
油菜子	70	100	100	100	-
大麦	0	30	60	100	-
绿狐尾草	30	50	70	100	-
旱雀麦	0	30	60	100	-
芥麦	-	-	-	-	-
荳菜	-	-	-	-	-
藜	50	70	90	100	-

表 B (续)

用 量 比 例 (g/公 顷)	化 合 物 1				
	0001	0004	0016	0062	0250
萌 发 前 除 莠	-	30	50	90	100
大 狗 尾 草	-	0	30	60	90
苘 麻	-	30	50	70	90
糖 甜 菜	-	0	30	50	100
马 唐	-	0	30	50	80
刺 黄 花 稔	-	0	30	60	90
曼 陀 罗	-	80	100	100	100
稻	-	0	30	70	100
苍 耳	-	0	20	40	60
棉 花 豆	-	0	0	20	60
大 豆	-	30	50	80	100
稗	-	0	0	30	60
野 燕 麦	-	0	0	50	80
牵 牛 花	-	0	20	30	60
小 麦	-	0	30	50	70
肉 桂	-	30	60	90	100
约 翰 逊 草	-	0	30	50	100
莎 草	-	0	0	0	0
玉 米	-	30	50	70	90
野 芥 麦	-	0	30	60	90
灯 芯 草	-	50	70	90	100
油 菜 子	-	0	0	30	70
大 麦	-	30	50	90	100
绿 狐 尾 草	-	0	30	50	80
旱 雀 麦	-	-	-	-	-
芥 麦	-	-	-	-	-
藜	-	30	60	100	100

表 B (续)

用 量 比 例 (g/公 顷)	化 合 物 3				
	0001	0004	0016	0062	0250
萌 发 后 除 莠					
大 狗 尾 草	30	50	80	-	-
大 苘 麻	30	50	70	90	-
糖 甜 菜	80	100	100	-	-
马 唐	30	50	70	90	-
刺 黄 花 稔	0	30	60	90	-
曼 陀 罗	50	70	90	100	-
稻	50	100	100	100	-
苍 耳 花 豆	30	50	70	90	-
棉 花 豆	0	30	50	70	-
大 豆	30	50	80	-	-
稗	40	60	100	100	-
野 燕 麦	30	50	70	-	-
牵 牛 花	30	50	70	90	-
小 麦	30	50	70	-	-
肉 桂	30	50	70	100	-
约 翰 逊 草	50	90	100	100	-
莎 草	30	60	90	100	-
玉 米	0	0	0	-	-
野 芥 麦	30	50	70	-	-
灯 芯 草	0	0	30	-	-
油 菜 子	90	100	100	-	-
大 麦	30	60	80	-	-
绿 狐 尾 草	30	50	70	90	-
旱 雀 麦	30	50	70	-	-
芥 麦	-	-	-	-	-
藜 菜	0	0	100	-	-
藜	50	70	90	100	-

表 B (续)

化合物 3

用量比例(g/公顷)	0001	0004	0016	0062	0250
萌发前除莠	-	0	30	60	100
大狗尾草	-	0	30	50	80
苘麻	-	70	80	90	100
糖甜菜	-	0	30	60	90
马唐	-	0	30	50	80
刺黄花稔	-	30	50	70	90
曼陀罗	-	70	90	100	100
稻	-	0	30	60	100
苍耳	-	0	30	50	70
棉花	-	0	30	70	90
大豆	-	0	50	80	100
稗	-	0	30	50	70
野燕麦	-	30	50	70	90
牵牛花	-	0	0	50	70
小麦	-	0	30	60	90
肉桂	-	50	70	90	100
约翰逊草	-	0	0	30	90
莎草	-	0	0	0	0
玉米	-	30	50	70	90
野荞麦	-	30	50	70	100
灯芯草	-	70	80	90	100
油菜子	-	0	0	50	90
大麦	-	50	80	100	100
绿狐尾草	-	30	60	90	100
旱雀麦	-	-	-	-	-
芥麦	-	30	50	70	100
莧菜	-	30	60	90	100

表 B (续)

用量比例(克/公顷)	化合物 5			
	0001	0004	0016	0062
萌发后除莠	-	0	30	70
大狗尾草	-	30	50	90
苘麻	-	0	0	100
糖甜菜	-	0	0	0
马唐	-	0	0	60
刺黄花稔	-	30	60	90
曼陀罗	-	0	30	60
稻	-	0	0	50
苍耳	-	0	0	60
棉花	-	0	0	70
大豆	-	0	30	70
稗	-	0	0	0
野燕麦	-	0	40	70
牵牛花	-	0	0	0
小麦	-	0	30	80
肉桂	-	0	0	70
约翰逊草	-	0	0	80
莎草	-	0	0	0
玉米	-	0	30	50
野荞麦	-	0	40	70
灯芯草	-	0	70	100
油菜子	-	0	0	0
大麦	-	0	30	70
绿狐尾草	-	0	30	60
旱雀麦	-	0	-	-
荞麦	-	0	30	70
莖菜	-	0	30	100

表 B (续)

用量比例(g/公顷)	化合物5			
	0001	0004	0016	0062
萌发前除莠	-	-	-	-
大狗尾草	-	-	30	90
苘麻	-	-	30	80
糖甜菜	-	-	0	90
马唐	-	-	0	50
刺黄花稔	-	-	0	80
曼陀罗	-	-	30	80
稻	-	-	0	100
苍耳	-	-	30	100
棉花	-	-	0	70
大豆	-	-	0	60
稗	-	-	0	90
野燕麦	-	-	0	60
牵牛花	-	-	0	90
小麦	-	-	0	30
肉桂	-	-	50	100
约翰逊草	-	-	0	90
莎草	-	-	100	100
玉米	-	-	0	40
野荞麦	-	-	30	70
灯芯草	-	-	30	80
油菜子	-	-	70	90
大麦	-	-	0	30
绿狐尾草	-	-	30	90
旱雀麦	-	-	50	80
芥麦	-	-	-	-
藜	-	-	0	100
藜	-	-	70	90

表 B (续)

用量比例(g/公顷)	化合物				
	0001	0004	0016	0062	0250
萌发后除莠					
大狗尾草	30	60	90	100	-
大蔴	30	50	70	90	-
糖甜菜	70	90	100	-	-
马唐	0	0	30	50	-
刺黄花稔	0	30	50	70	-
曼陀罗	30	50	70	100	-
稻	0	0	70	90	-
苍耳	0	30	60	90	-
棉花	0	0	30	70	-
大豆	0	0	70	-	-
稗	30	60	90	100	-
野燕麦	0	0	50	-	-
牵牛花	50	70	80	90	-
小麦	0	30	60	-	-
小肉桂	0	0	30	60	-
约翰逊草	30	50	70	90	-
莎草	0	30	50	70	-
玉米	0	0	0	-	-
野荞麦	0	0	30	-	-
灯芯草	30	50	70	-	-
油菜子	00	100	100	-	-
大麦	0	0	50	-	-
绿狐尾草	30	50	70	100	-
旱雀麦	0	30	60	-	-
荞麦	-	-	-	-	-
莧菜	50	70	100	-	-
藜	30	50	70	100	-

表 B (续)

化合物 6

用量比例(g/公顷)	0001	0004	0016	0062	0250
萌发前除莠	-	0	30	70	90
大狗尾草	-	0	30	70	90
苘麻	-	0	30	70	90
糖甜菜	-	30	60	80	90
马唐	-	0	0	30	60
刺黄花稔	-	0	30	50	80
曼陀罗	-	0	30	60	90
稻	-	30	70	100	100
苍耳	-	0	30	50	90
棉花	-	0	0	30	60
大豆	-	0	0	20	70
稗	-	0	50	70	90
野燕麦	-	0	0	30	60
牵牛花	-	0	0	50	70
小麦	-	0	20	40	80
肉桂	-	0	30	60	90
约翰逊草	-	0	50	80	90
莎草	-	30	50	80	100
玉米	-	0	0	0	0
野荞麦	-	30	50	80	90
灯芯草	-	50	70	90	100
油菜子	-	40	60	80	100
大麦	-	0	30	50	90
绿狐尾草	-	30	50	100	100
旱雀麦	-	0	30	70	90
荞麦	-	-	-	-	-
莖菜	-	30	60	80	100
藜	-	50	70	80	90

表 B (续)

化合物 10

用量比例 (g/公顷)	0004	0016	0062	0250
萌发后除草				
大狗尾草	0	50	60	-
苘麻	20	60	80	-
糖甜菜	20	0	90	-
马唐	0	0	0	-
刺黄花稔	0	40	50	-
曼陀罗	0	20	50	-
稻	0	50	90	-
苍耳	0	50	70	-
棉花	0	20	50	-
大豆	0	40	70	-
稗	20	70	100	-
野燕麦	0	70	20	-
牵牛花	30	40	80	-
小麦	0	40	60	-
肉桂	0	30	60	-
约翰逊草	20	80	100	-
莎草	0	0	40	-
玉米	0	30	50	-
野芥麦	0	20	80	-
灯芯草	0	50	80	-
油菜子	0	100	100	-
大麦	0	30	70	-
绿狐尾草	0	30	60	-
旱雀麦	0	20	40	-
芥麦	-	-	-	-
莧菜	0	30	50	-
藜	30	70	80	-

表 B (续)

用量比例(g/公顷)	化合物 I O			
	0004	0016	0062	0250
用萌发前除草	-	40	70	80
大狗尾草	-	20	50	90
大苘麻	-	30	70	80
糖甜菜	-	0	0	20
马唐	-	0	60	90
刺黄花稔	-	0	30	70
曼陀罗	-	50	90	100
稻	-	0	-	50
苍耳	-	0	20	50
棉花	-	0	0	20
大豆	-	30	80	90
稗	-	0	0	20
野燕麦	-	0	30	40
牵牛花	-	0	0	20
小麦	-	0	20	70
肉桂	-	60	100	100
约翰逊草	-	0	0	30
莎草	-	20	0	0
玉米	-	50	70	100
野荞麦	-	50	80	90
灯芯草	-	40	40	90
油菜子	-	0	20	20
大麦	-	20	60	90
绿狐尾草	-	30	60	90
旱雀麦	-	-	-	-
芥麦	-	70	60	90
藜	-	20	80	90

表 B (续)

用量比例(克/公顷)	化合物 1 2					
	0001	0004	0016	0062	0250	0.25
萌发后除草						
大狗尾草	20	70	90	95	-	10
苘麻	-	0	80	-	-	0
糖甜菜	30	100	100	100	-	20
马唐	-	50	60	80	-	20
刺黄花稔	-	20	50	70	-	20
曼陀罗	-	50	50	85	-	0
稻	-	90	100	100	-	40
苍耳	0	0	30	100	-	0
棉花	20	70	80	85	-	10
大豆	20	30	50	85	-	10
稗	60	100	100	100	-	50
野燕麦	20	60	60	80	-	20
牵牛花	60	70	90	100	-	20
小麦	80	100	100	100	-	40
肉桂	-	0	-	100	-	0
约翰逊草	60	100	100	100	-	50
莎草	-	70	70	100	-	0
玉米	0	0	0	10	-	0
野荞麦	0	0	70	90	-	0
灯芯草	40	70	80	100	-	30
油菜子	70	100	100	100	-	70
大麦	60	90	100	100	-	20
绿狐尾草	30	70	90	95	-	20
旱雀麦	50	80	70	100	-	20
荞麦	-	-	-	-	-	-
莖菜	20	20	50	90	-	20
藜	-	50	80	95	-	0

表 B (续)

化合物 1 2

用量比例(g/公顷)	0001	0004	0016	0062	0250	0.25
萌发前除莠	0	20	80	100	100	-
大狗尾草	0	0	10	85	80	-
苘麻	0	30	80	95	95	-
糖甜菜	0	20	30	85	90	-
马唐	0	20	0	80	95	-
刺黄花稔	0	20	0	80	100	-
曼陀罗	10	60	80	-	-	-
稻	0	20	20	70	80	-
苍耳	0	0	20	80	85	-
棉花	0	10	20	30	90	-
大豆	10	20	70	100	100	-
稗	20	30	50	60	70	-
野燕麦	0	0	20	80	85	-
牵牛花	0	20	30	90	100	-
小麦	-	-	-	-	-	-
肉桂	65	60	100	100	100	-
约翰逊草	0	0	80	90	100	-
莎草	0	0	10	20	20	-
玉米	0	0	70	80	85	-
野荞麦	50	70	80	-	95	-
灯芯草	20	30	80	95	95	-
油菜子	0	20	40	85	90	-
大麦	30	80	90	100	100	-
绿狐尾草	20	40	60	85	85	-
旱雀麦	-	-	-	-	-	-
荞麦	-	-	-	-	-	-
莖菜	0	0	70	-	95	-
藜						

试 验 C

玉米及高粱试验

萌发后除莠

在六个园盆(直径18cm)内装以黄樟砂壤土。第一个盆种玉米;第二个盆种大豆;另两个盆种高粱(Sorghum bicolor)、绿狐尾草(Setaria Viridis)、约翰逊草(Sorghum halepense)、稗(Echinochloa Crusgalli)、黍(Panicum dichotomiflorum)、马唐(Digitaria Sanguinalis)、莎草(Cyperus rotundus);剩下的两个盆种植阔叶草苍耳(Xanthium Pensylvanicum)、牵牛花(Ipomoea hederacea)、苘麻(Abutilon theophrasti)、曼陀罗(Datura Stramonium)、豚草(Ambrosia artemisifolia)、藜(Chenopodium album)、苋(Amaranthus retroflexus)、蓼车(Polygonum Pensylvanicum)。上述植物生长10—21天(这取决于植物的种类)后再喷洒溶解在对植物无害溶剂中的试验化学品进行萌发后除莠。

萌前除莠

在直径为18cm的六个园盆内装上Tama粉砂壤土,于其中种上试验C萌发后除莠部分内所述的相同的植物并喷洒溶解在对植物无害溶剂中的上述化学品。

评定

将试验组和对照组植物均放于温室中约28天,然后把试验组和对照组植物进行比较并对植物感应性进行评价。

按 0 至 100 分的标准进行评价，0 表示无作用；100 表示将其完全控制了。破折号（—）表示没进行试验，其结果列于下表 C 中。

表 C

化合物 3

用量比例 (g/公顷)	0002	0004	0008	0016	0031	0062	0125
萌发后除莠							
玉米	0	0	0	0	0	0	20
大豆	80	95	100	100	100	100	100
绿狐尾草	50	70	85	95	100	100	100
大狗尾草	45	70	85	95	100	100	100
黍	70	85	95	100	100	100	100
马唐	0	0	0	30	50	75	95
稗	90	100	100	100	100	100	100
约翰逊草	100	100	100	100	100	100	100
高粱	90	95	100	100	100	100	100
莎草	35	70	85	95	95	100	100
苘麻	30	45	65	70	85	90	100
苍耳	80	90	100	100	100	100	100
蓼车	35	50	80	95	100	100	100
藜	60	70	90	95	100	100	100
苋	90	100	100	100	100	100	100
牵牛花	70	85	95	100	100	100	100
曼陀罗	55	70	90	100	100	100	100
豚草	-	-	-	-	-	-	-
早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-
萌发前除莠							
玉米	-	-	-	0	0	0	0
大豆	-	-	-	0	0	0	0
绿狐尾草	-	-	-	0	20	40	65
大狗尾草	-	-	-	0	25	40	60
黍	-	-	-	35	60	95	100
马唐	-	-	-	0	0	0	20
稗	-	-	-	0	0	30	65
约翰逊草	-	-	-	0	35	65	80
高粱	-	-	-	0	20	65	100
莎草	-	-	-	0	0	0	40
苘麻	-	-	-	0	0	0	0
苍耳	-	-	-	0	0	0	0
蓼车	-	-	-	0	25	60	90
藜	-	-	-	20	40	65	85
苋	-	-	-	20	35	65	90
牵牛花	-	-	-	0	0	0	0
曼陀罗	-	-	-	0	0	0	35
豚草	-	-	-	-	-	-	-
早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-

表 C (续)

化合物 6		0002	0004	0008	0016	0031	0062	0125
用量比例 (g/公顷)	萌发后除莠							
	玉米	-	0	0	0	0	0	0
	大豆	-	0	40	80	100	100	100
	绿狐尾草	-	0	0	25	35	75	100
	大狗尾草	-	0	30	50	85	100	100
	黍	-	0	20	40	60	90	95
	马唐	-	0	0	0	0	35	40
	稗	-	90	100	100	100	100	100
	约翰逊草	-	95	100	100	100	100	100
	高粱	-	90	100	100	100	100	100
	莎草	-	0	20	55	65	75	100
	苘麻	-	0	0	25	50	70	85
	苍耳	-	0	35	65	85	95	100
	蓼车	-	40	60	70	85	95	100
	藜	-	0	0	25	40	65	80
	苋	-	60	65	85	100	100	100
	牵牛花	-	0	30	60	75	80	90
	曼陀罗	-	35	50	-	-	-	-
	豚草	-	-	-	-	-	-	-
	早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-
	萌发前除莠							
	玉米	-	-	-	-	0	0	0
	大豆	-	-	-	-	0	0	0
	绿狐尾草	-	-	-	-	0	20	55
	大狗尾草	-	-	-	-	0	20	60
	黍	-	-	-	-	0	30	75
	马唐	-	-	-	-	0	0	0
	稗	-	-	-	-	0	25	40
	约翰逊草	-	-	-	-	0	60	100
	高粱	-	-	-	-	0	50	80
	莎草	-	-	-	-	0	0	30
	苘麻	-	-	-	-	0	0	35
	苍耳	-	-	-	-	0	0	0
	蓼车	-	-	-	-	0	35	70
	藜	-	-	-	-	0	25	45
	苋	-	-	-	-	0	25	55
	牵牛花	-	-	-	-	0	0	20
	曼陀罗	-	-	-	-	0	0	40
	豚草	-	-	-	-	-	-	-
	早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-

表 C (续)

用量比例 (g/公顷)	化合物 1 2						
	0002	0004	0008	0016	0031	0062	0125
萌发后除莠							
玉米	0	0	0	0	0	0	0
大豆	0	0	25	50	75	95	100
绿狐尾草	40	70	90	100	100	100	100
大狗尾草	45	75	100	100	100	100	100
黍	35	70	100	100	100	100	100
马唐	0	0	30	50	75	100	100
稗	85	100	100	100	100	100	100
约翰逊草	90	100	100	100	100	100	100
高粱	100	100	100	100	100	100	100
莎草	20	45	70	85	95	100	100
阔麻	0	35	45	65	80	100	100
苍耳	0	0	30	50	65	80	100
蓼车	50	50	90	95	100	100	100
藜苋	0	0	25	55	75	90	95
苋	75	100	100	100	100	100	100
牵牛花	60	85	95	100	100	100	100
曼陀罗	35	65	85	95	100	100	100
豚草	-	-	-	-	-	-	-
早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-
萌前除莠							
玉米	-	-	-	0	0	0	0
大豆	-	-	-	0	0	0	0
绿狐尾草	-	-	-	0	20	60	90
大狗尾草	-	-	-	0	20	60	95
黍	-	-	-	40	70	95	100
马唐	-	-	-	0	0	25	45
稗	-	-	-	0	0	40	75
约翰逊草	-	-	-	45	80	100	100
高粱	-	-	-	30	70	95	100
莎草	-	-	-	0	25	60	85
阔麻	-	-	-	0	0	0	0
苍耳	-	-	-	0	0	0	0
蓼车	-	-	-	0	30	80	100
藜苋	-	-	-	0	20	65	85
苋	-	-	-	0	35	80	100
牵牛花	-	-	-	0	0	0	0
曼陀罗	-	-	-	0	0	0	40
豚草	-	-	-	-	-	-	-
早期玉米伤害	-	-	-	-	-	-	-

试 验 D

玉米中萌发后杂草控制:

在装有Tama土壤的几个标准盆(5英寸)内种约翰逊草 (*Sorghum halepense*)、落叶蔓 (*Sorghum bicolor*)、大狗尾草 (*Setaria faberii*)、匍匐冰草 (*Agropyron repens*) 和稗 (*Echinochloa Crusgalli*)；在装有同样土壤的盆(7英寸)内种玉米。玉米生长12天，落叶蔓 (*Sorghum bicolor*)、大狗尾草和稗生长14天，约翰逊草为26天，匍匐冰草34天时，用溶于对植物无害溶剂中的试验物质进行萌发后除莠处理，处理后23天用目视法评价其伤害，结果列于下表D中。

表 D
化合物 1 2

萌发后除莠

用量比例 g / 公顷	.5	1	2	4	8	16	31	62	125
匍匐冰草	50	80	90	100	100	100	100	100	100
大狗尾草	30	40	65	85	95	100	100	100	100
落叶蔓	30	60	70	75	90	95	100	100	100
稗	30	50	60	85	100	100	100	100	100
约翰逊草	40	50	50	80	95	100	100	100	100
玉米	0	0	0	0	0	0	0	0	20