



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 88107335.0

[51] Int.Cl⁴
C07D413/12

[43] 公开日 1989年5月3日

[22] 申请日 88.10.20

[30] 优先权

[32] 87.10.20 [33] AU [31] PI 4989

[71] 申请人 澳大利亚十内门军品独占有限公司

地址 澳大利亚维多利亚

[72] 发明人 凯瑟·乔菲勒·华生 波德·特里哥拉
斯蒂芬·比尔

[74] 专利代理机构 上海专利事务所
代理人 吴惠中

C07D 417/12 C07D403/12
C07D 491/048 A01N 47/36
/(C07D 413/12, 239:69 239:10)
(C07D 491/048, 239:00 307:00)

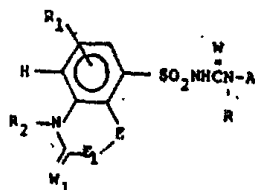
说明书页数: 63 附图页数:

[54] 发明名称 除草的磺酰脲衍生物类

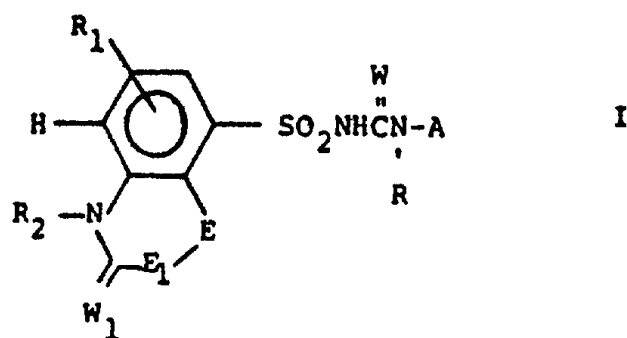
[57] 摘要

本发明涉及如下结构式的化合物:

及其盐类, W 和 W₁ 独立地为 O 和 S, A 为含氮杂环系统, E 为 O, S(O)_m 或 NR₃, 式中 m 为 0-2, R₁, R₂ 和 R₃ 为氢、C₁-C₄ 烷基或 C₂-C₄ 链烯基或链炔基以及 E₁ 为氢、卤素或各种有机取代基中的一种。该化合物类是有效的除草剂。



1. 一种结构式 I 的化合物及其盐类:



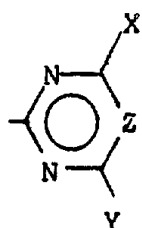
其特征在于:

W 和 W₁ 独立地为 O 或 S; E 为 O、S (O)_m 或 N-R₃;

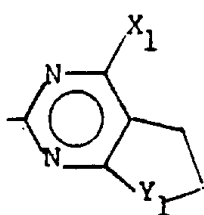
E₁ 为 CH₂、CH₂CH₂、CH(C₁-C₄烷基)、C(CH₃)₂ 或 CH 芳基; R₁ 为氢、卤素、C₁-C₄烷基、C₁-C₄卤烷基、C₁-C₄烷氧基、C₁-C₄卤代烷氧基、C₁-C₄烷氧羰基、C₁-C₄烷硫基、C₁-C₄烷基亚磺酰基、C₁-C₄烷基磺酰基、氨基磺酰基、C₁-C₄烷基氨基磺酰基、二(C₁-C₄烷基)氨基磺酰基、氨基、C₁-C₄烷基氨基或二(C₁-C₄烷基)氨基;

R、R₂ 和 R₃ 独立地为氢、C₁-C₄烷基、C₂-C₄链烯基或 C₂-C₄链炔基; m=0、1 或 2;

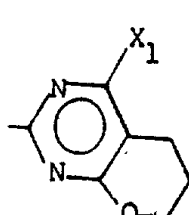
A 为



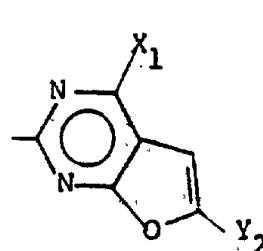
A-1



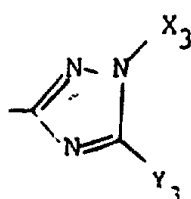
A-2



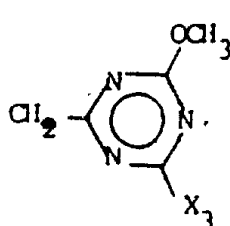
A-3



A-4

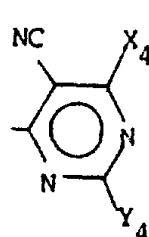


A-5



A-6

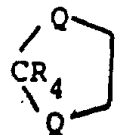
or

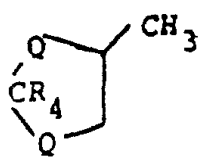
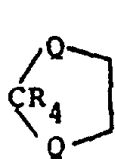


A-7

X为 CH_3 , OCH_3 , OCH_2CH_3 , Cl , F , Br , I , OCF_2
 H , CH_2F 或 CF_3 ,

Y为

H , CH_3 , OCH_3 , OC_2H_5 , CH_2OCH_3 , NH_2 ,
 NHCH_3 , $\text{N}(\text{CH}_3)_2$, C_2H_5 , CF_3 , SCH_3 , $\text{N}(\text{OCH}_3)\text{CH}_3$,
 $\text{OCH}_2\text{CH}-\text{CH}_2$, $\text{OCH}_2\text{C}-\text{CH}$, OCH_2CF_3 , cyclopropyl,
 $\text{Q OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$, CH_2SCH_3 , $(\text{C}=\text{O})\text{R}_4$, $\text{CR}_4(\text{QCH}_3)_2$, ,



$\text{CR}_4(\text{QCH}_2\text{CH}_3)_2$,

OCF_2H , SCF_2H , $\text{C} \equiv \text{CH}$ 或 $\text{C} \equiv \text{CCH}_3$

式中: Q 为 O 或 S and R_4 为 H 或 CH_3 ;

Z 为 CH , N , CCH_3 , CC_2H_5 , CCl 或 CBr ;

Y_1 为 O 或 CH_2 ;

X_1 为 CH_3 , OCH_3 , OC_2H_5 或 OCF_2H ;

Y_2 为 H or CH_3 ;

X_2 为 CH_3 , C_2H_5 或 CH_2CF_3 ;

Y_3 为 OCH_3 , OC_2H_5 , SCH_3 , SC_2H_5 , CH_3 或 CH_2CH_3 ;

X_3 为 CH_3 或 OCH_3 ;

Y_4 为 CH_3 , OCH_3 , OCH_2CH_3 or Cl ; 以及

X_4 为 CH_3 , OCH_3 , OCH_2CH_3 , CH_2OCH_3 或 Cl .

2.如权利要求1所述的化合物,其特征在于 E为选自 CH_2 , CH_2
 CH_2 , $\text{CH}(\text{C}_1 - \text{C}_4\text{烷基})$ 或 $\text{C}(\text{CH}_3)_2$.

3.如权利要求1 或2 所述的化合物，其特征在于W为O 和 A为 A-1。

4.如权利要求1 至3 的任一项的化合物，其特征在于：

R为氢

R₁为氢、氟、氯、溴、甲基、甲氧基三氟甲基或甲硫基；以及

Y为甲基、甲氧基、乙氧基、甲氧基甲基、三氟甲基、2,2,2-三氟乙氧基、二甲氧基甲基或二氟甲氧基。

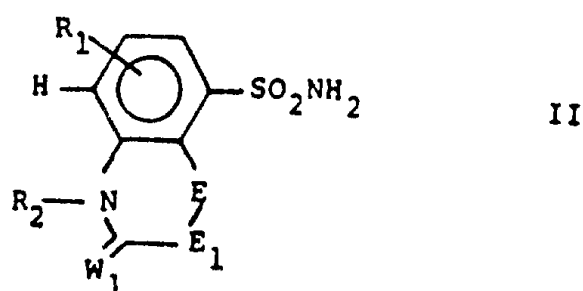
5.如权利要求1 或2 所述的化合物，其特征在于：

E为 O、S、NH或NCH₃，

E₁为 CH₂、CH₂CH₂或CH(CH₃)，

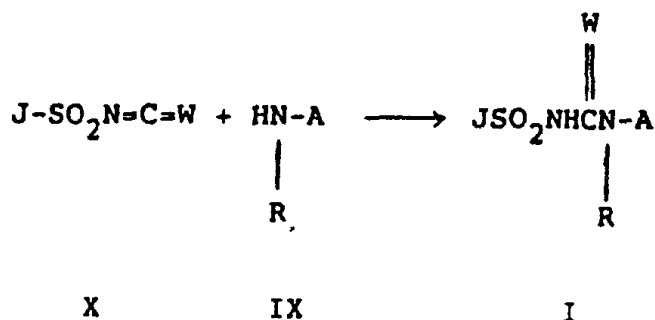
W₁为 O和 R₂为氢、甲基或乙基。

6.一种结构式 II 的化合物：

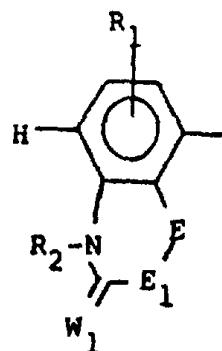


其特征在于 R₁、R₂、W₁、E和 E₁为如权利要求1 所规定的。

7.一种如权利要求1 所述的化合物的制备方法，其特征在于：通过结构式 X 的磺酰基异氰酸酯或磺酰基异硫氰酸酯与结构式 IX 的杂环胺反应：

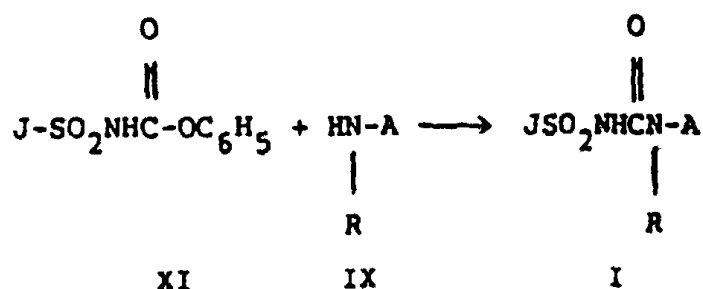


式中 J表示二环系统：



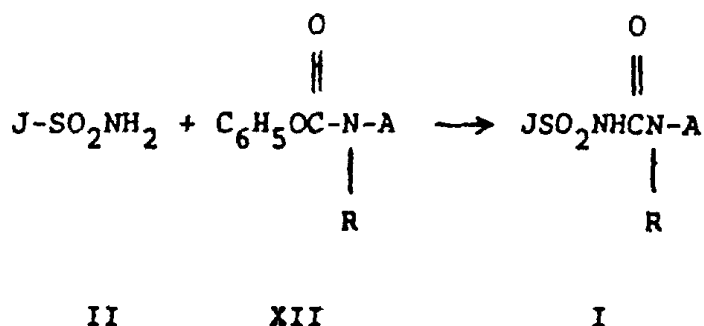
以及W、A和R为如权利要求1所规定的。

8.一种如权利要求1所述的化合物的制备方法，其特征在于：W为氧，通过结构式XI的氨基甲酸苯酯和结构式IX的胺反应：



式中A和J为如在权利要求7中所规定的。

9.一种如权利要求1所述的化合物的制备方法，其特征在于W为氧，通过结构式XI的杂环氨基甲酸酯和结构式II的磺酰胺反应：



式中A和J为如在权利要求7中所规定的。

10.一种除草剂组成物包括权利要求1所述的化合物。

11.一种猛烈杀伤或杀死无用植物的方法，其特征在于所述的方法包括如权利要求1的化合物的有效数量施用于该植物，或施于该植物生长的介质中。

12.一种在栽培作物中控制杂草的方法，其特征在于该方法包括如权利要求1的化合物的有效数量施用于作物或作物生长的介质中以

猛烈杀伤或杀死杂草而基本上不足以伤害作物。

13. 一种调节植物生长的方法，其特征在于所述的方法包括如权利要求1所述的化合物的有效剂量施用于植物、植物种子或植物生长的介质中。

14. 一种调节植物生长的组成物，包括如权利要求1的化合物以及一种惰性载体。

15. 一种除草剂组成物，包括至少一种如权利要求1的化合物和至少一种其他除草剂的混合物。

16. 如权利要求15所述的除草剂组成物，其特征在于所述的其他除草剂与权利要求1的化合物具有互补作用。

17. 如权利要求15所述的除草剂组成物，其特征在于所述的其他除草剂为接触除草剂。

18. 如权利要求1所述的化合物，基本上为如实施例1—10所规定的。

19. 一种除草剂组成物，基本上为如实施例11和14所描述的。

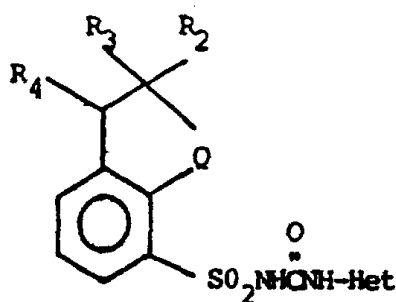
20. 一种猛烈杀伤或杀死无用植物的方法，基本上如实施例12、13和14所描述的。

除草的磺酰脲衍生物类

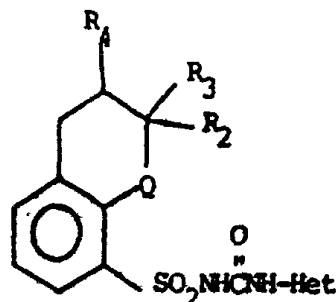
本发明涉及具有生物活性的有机化合物以及具体地涉及具有除草性质和植物生长调节性质的有机化合物，涉及这类化合物的制备方法、这类化合物在制备中的有用的中间体以及涉及这类化合物除草剂组成物及其应用方法。

在已知技术中某些磺酰脲衍生物类已作为除草剂使用。作为例子，“农药手册”（“Pesticide Manual”）（C R Worthing Editor, The British Crop Protection Council, 7th Edition 1983）中描述该磺酰脲衍生物在商业上称为 Chlorsulfuron [1-(2-氯-苯基磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲] 以及它们用作谷物的大叶杂草的除草剂。该化合物在澳大利亚专利 No.510,056 和等同专利 U S4,127,405 中阐述。

澳大利亚专利申请号 No.89,354/82 (1983.4.21日公开) 揭示了包括结构通式1 和2 的用于除草的苯磺酰脲：



1



2

式中：

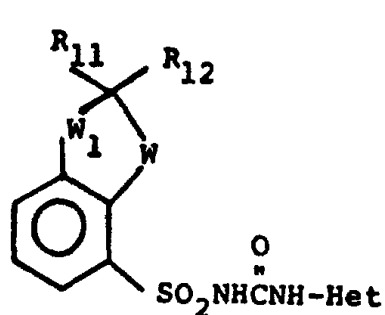
Q 为 O、S 或 SO₂，

R₂ 为 H 或 C₁ - C₃ 烷基，

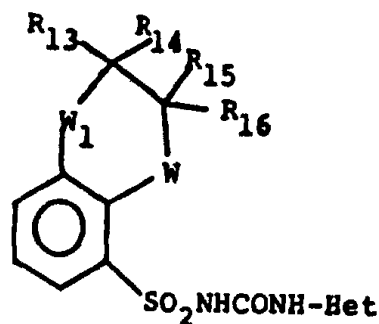
R₃ 和 R₄ 为 H 或 CH₃，

Het 为嘧啶基或三嗪基杂环。

欧洲专利申请号 82.681 (1983.6.29 日公开) 揭示了包括结构通式 3 和 4 的除草的苯磺酰脲：



3



4

式中：

W 和 W₁ 为 O、S、SO 或 SO₂，

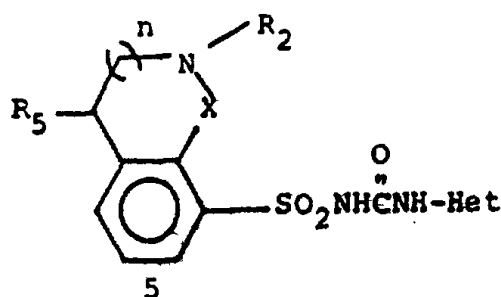
R₁ 为 H 或 CH₃，

R₁₂ 为 H 或 C₁-C₄ 烷基，

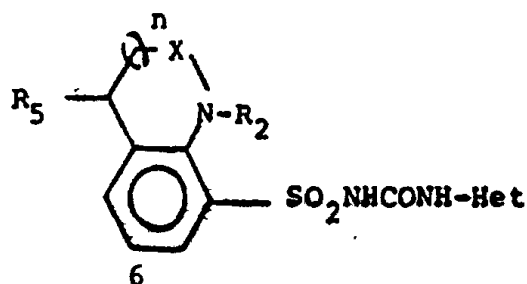
R₁₃、R₁₄、R₁₅ 和 R₁₆ 独立地为 H 或 CH₃，

Het 为嘧啶基或三嗪基杂环。

澳大利亚专利申请号 No.20659/83 (1984.5.3 日公开) 揭示了包括结构通式 5 和 6 的除草的磺酰脲：



5



6

式中：

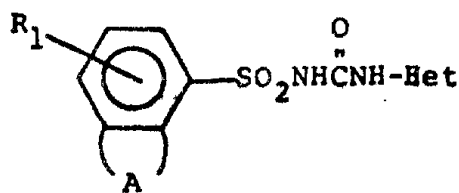
X 为 C=O 或 SO₂，

R₂ 为 H 或 C₁-C₄ 烷基，

R₅ 为 H 或 CH₃，

n 为 0、1 或 2，

澳大利亚专利申请号 No.16889/83 (1984.1.19 日公开),揭示了包括结构通式7 的除草的磺酰脲:



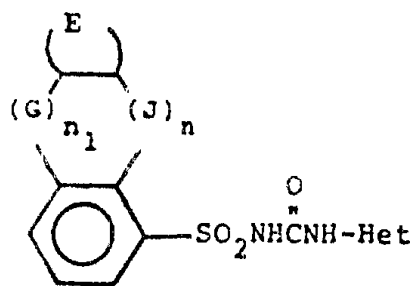
7

式中:

A为含有1 或2 个氧、硫或氮原子的3 或4 个原子的取代的或未取代的桥, 并与碳原子连结在一起形成非芳香族的5 员或6 员杂环系统, 但有一条件即二个氧原子至少需通过一个碳原子分开, 如果硫原子取 -SO或 SO₂-基团形式, 该氧原子和硫原子只能相互连结在一起;

R₁为氢、卤素、NO₂、C₁-C₄烷基、C₁-C₄卤代烷基、C₁-C₄烷氧基、C₁-C₄卤代烷氧基、C₁-C₄烷氧羰基、C₁-C₄烷硫基、C₁-C₄烷基亚磺酰基、C₁-C₄烷基磺酰基或C₂-C₉烷氧烷氧基; Het为嘧啶基或三嗪基杂环。

澳大利亚专利申请号 No.54,625/86 (1986.10.16 日公开),揭示了包括结构通式8 的用以除草的磺酰脲:



8

式中:

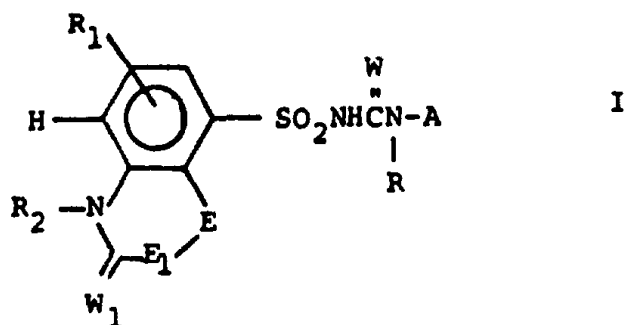
G为 CH₂、CH₂CH₂、O、S、NH、NCH₃或 CH=CH;

J为 CH₂、C-O、S(O)_m、O、NH、NCH₃、CHOH、CHOCH₃、CH(CH₃)或 C(CH₃)OH; n 和n 分别为0 或1,

m 为 0、1 或 2, E 为含 0 至 2 个杂原子的 3 或 4 个原子的桥, Het 为嘧啶基或三嗪杂环。

业已发现一组新的二环磺酰脲衍生物类它显示出特别有用的除草活性。

根据本发明提供一种结构式 I 的化合物



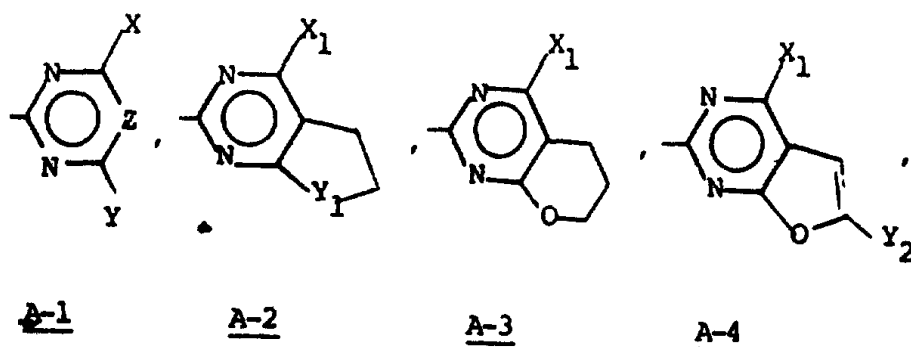
式中:

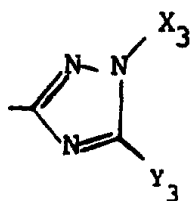
W 和 W_1 独立地为 O 或 S; E 为 O、 $S(O)_m$ 或 $N-R_3$;

E 为 CH_2 、 CH_2CH_2 、 $CH(C_1-C_4\text{烷基})$ 、 $C(CH_3)_2$ 或 CH 芳基; R 为氢、卤素、 C_1-C_4 烷基、 C_1-C_4 卤烷基、硝基、 C_1-C_4 烷氧基、 C_1-C_4 卤代烷氧基、氰基、 C_1-C_4 烷氧羰基、 C_1-C_4 烷硫基、 C_1-C_4 烷基亚磺酰基、 C_1-C_4 烷基磺酰基、氨磺酰基、 C_1-C_4 烷基氨磺酰基、二(C_1-C_4 烷基)氨磺酰基、氨基、 C_1-C_4 烷氨基或二(C_1-C_4 烷基)氨基;

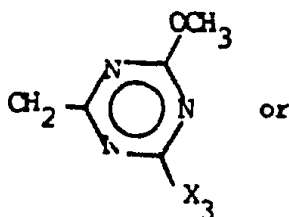
R 、 R_2 和 R_3 独立地为氢、 C_1-C_4 烷基、 C_2-C_4 链烯基或 C_2-C_4 链炔基; $m=0$ 、1 或 2;

A 为

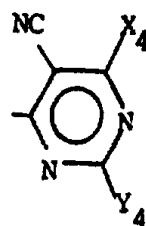




A-5



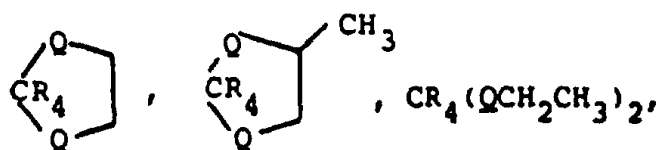
A-6



A-7

X为 CH_3 、 OCH_3 、 OCH_2CH_3 、 Cl 、 F 、 Br 、 I 、 OCF_2H 、 CH_2F 或 CF_3 ;

Y为 H 、 CH_3 、 OCH_3 、 OC_2H_5 、 CH_2OCH_3 、 NH_2 、 NHCH_3 、 $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 、 C_2H_5 、 CF_3 、 SCH_3 、 $\text{N}(\text{OCH}_3)\text{CH}_3$ 、 $\text{OCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $\text{OCH}_2\text{C}\equiv\text{CH}$ 、 OCH_2CF_3 、cyclopropyl、 $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$ 、 CH_2SCH_3 、 $(\text{C}=\text{O})\text{R}_4$ 、 $\text{CR}_4(\text{OCH}_3)_2$ 、



OCF_2H 、 SCF_2H 、 $\text{C}\equiv\text{CH}$ 或 $\text{C}\equiv\text{CCH}_3$

式中: Q 为 O 或 S and R_4 为 H 或 CH_3 ;

Z 为 CH 、 N 、 CCH_3 、 CC_2H_5 、 CCl 或 CBr ;

Y_1 为 O 或 CH_2 ;

X_1 为 CH_3 、 OCH_3 、 OC_2H_5 或 OCF_2H ;

Y_2 为 H or CH_3 ;

X_2 为 CH_3 、 C_2H_5 或 CH_2CF_3 ;

Y_3 为 OCH_3 、 OC_2H_5 、 SCH_3 、 SC_2H_5 、 CH_3 或 CH_2CH_3 ;

X_3 为 CH_3 或 OCH_3 ;

Y_4 为 CH_3 、 OCH_3 、 OCH_2CH_3 or Cl ; 以及

X_4 为 CH_3 、 OCH_3 、 OCH_2CH_3 、 CH_2OCH_3 或 Cl .

本发明同时包括结构式 I 的化合物和胺类、碱金属碱以及碱土金属碱或和季铵碱类所形成的盐类。

在上述规定中，术语“烷基”无论是单独用时或与诸如“烷硫基”或“卤代烷”成化合物词汇时，表示直链或支链烷基，即：甲基、乙基、正-丙基、异丙基或不同的丁基异构体。

烷氧基表示甲氧基、乙氧基、正-丙氧基、异丙氧基以及不同的丁基异构体。

链烯基表示直链或支链的链烯基，即：乙烯基、1-丙烯基、2-丙烯基、3-丙烯基或不同的丁烯异构体。

烷基磺酰基表示甲基磺酰基、乙基磺酰基或不同的丙基磺酰基异构体。

以类似的方式规定烷硫基、烷基亚磺酰基、烷氨基等。

较佳的 E 为 CH_2 、 CH_2CH_2 、 $\text{CH}(\text{C}_1 - \text{C}_4\text{烷基})$ 和 $\text{C}(\text{CH}_3)_2$ 。

本发明较佳的化合物包括：

1) 结构式 I 的那些化合物中 W 为 O 以及 A 为 A-1。

2) 较佳的 1) 中：

R 为氢

R_1 为氢、氟、氯、溴、甲基、甲氧基、三氟甲基或甲硫基以及

Y 为甲基、甲氧基、乙氧基、甲氧基甲基、三氟甲基、2,2,2-三氟乙氧基、二甲氧基甲基或二氟甲氧基。

一组进一步较佳的结构式 I 的化合物包括式中：E 为 O、S、NH 或 NCH_3 ，

E_1 为 CH_2 、 CH_2CH_2 或 $\text{CH}(\text{CH}_3)$ ，

W_1 为 O 和 R_2 为氢、甲基或乙基的那些化合物。

稠合的饱和的杂环系统的基本类型的例子，它是联结磺酰脲桥的

磺酰基末端为：

3-氧-3,4-二氢-2H-1,4-并苯恶嗪 B₁、

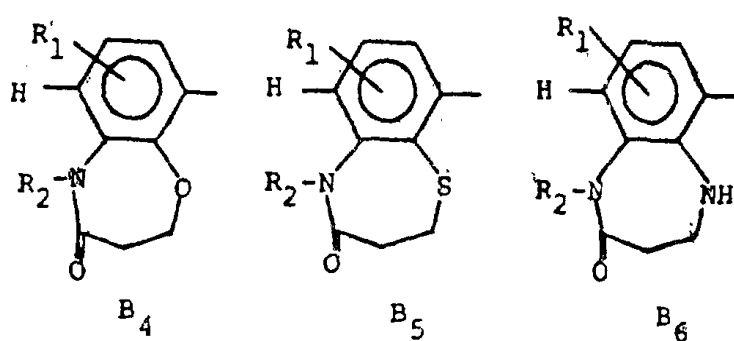
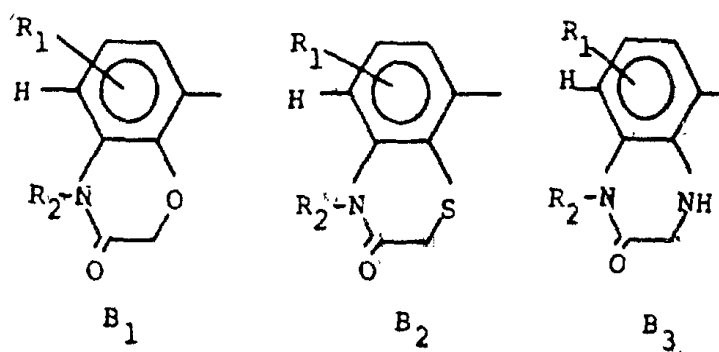
3-氧-3,4-二氢-2H-1,4-并苯噻嗪 B₂、

2-氧-1,2,3,4-四氢喹喔啉 B₃、

2,3-二氢-1,5-并苯恶嗪品-4-酮 B₄、

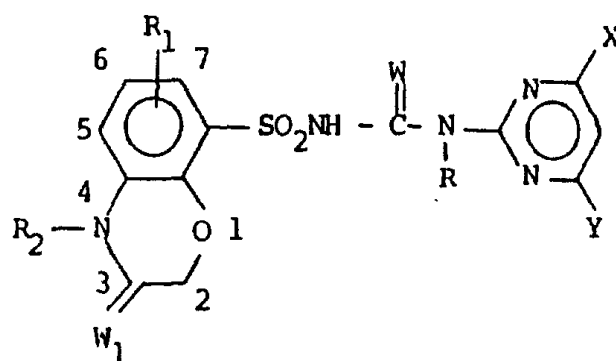
2,3-二氢-1,5-并苯噻嗪品-4-酮 B₅以及

3,4-二氢-1,5-并苯二嗪品-2-酮 B₆。



本发明的化合物的特殊的例子列于表 Ia — Ih

表 1a



化合物								
No.	R ₁	R ₂	W ₁	W	R	X	Y	
5	1	H	H	O	O	H	Me	Me
	2	H	H	O	O	H	Me	OMe
	3	H	H	O	O	H	OMe	OMe
	4	H	H	O	O	H	Cl	OMe
	5	H	H	O	O	H	Me	OEt
10	6	H	H	O	O	H	Cl	NHMe
	7	H	H	O	O	H	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	8	H	H	O	O	H	Cl	NMe ₂
	9	H	H	O	O	H	Cl	NH ₂
	10	H	H	O	O	H	Me	SMe
15	11	H	H	O	O	H	Me	CH ₂ OMe
	12	H	H	O	O	H	CF ₃	OMe
	13	H	H	O	O	H	OMe	OCF ₂ H
	14	H	H	O	O	H	OMe	NMe ₂
	15	H	H	O	O	Me	Me	OMe
20	16	H	H	O	O	Me	OMe	OMe
	17	H	H	O	O	H	Me	OMe
	18	H	H	O	O	H	OMe	OMe
	19	H	H	S	O	H	OMe	OMe
	20	H	H	S	O	H	Me	OMe
25	21	H	H	S	O	H	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	22	H	H	S	O	H	Cl	OMe

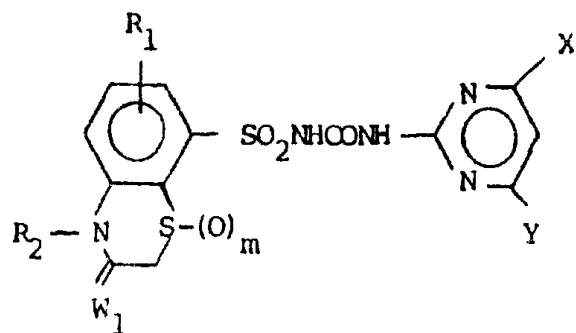
表 1a (续)

化合物	No.	R ₁	R ₂	W ₁	W	R	X	Y
5	23	H	Et	O	O	H	OMe	OMe
	24	H	Allyl	O	O	H	OMe	OMe
	25	H	Me	O	O	H	Me	OMe
	26	H	Me	O	O	H	OMe	OMe
	27	H	Me	S	O	H	Me	OMe
10	28	H	Me	S	O	H	OMe	OMe
	29	H	Me	O	O	H	Cl	OMe
	30	H	Me	O	O	H	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	31	6-F	H	O	O	H	Me	OMe
	32	6-F	H	O	O	H	OMe	OMe
15	33	6-F	H	O	O	H	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	34	6-F	H	O	O	Me	OMe	OMe
	35	6-F	H	S	O	H	OMe	OMe
	36	6-F	Me	O	O	H	OMe	OMe
	37	6-F	Me	O	O	H	Me	OMe
20	38	6-Cl	H	O	O	H	Me	OMe
	39	6-Cl	H	O	O	H	OMe	OMe
	40	6-Cl	H	S	O	H	Cl	OMe
	41	6-Cl	H	O	O	H	Cl	OMe
	42	6-CF ₃	H	O	O	H	Me	OMe
25	43	6-CF ₃	H	O	O	H	OMe	OMe
	44	6-NO ₂	H	O	O	H	OMe	OMe
	45	6-CH ₃	H	O	O	H	Me	OMe
	46	6-CH ₃	H	O	O	H	OMe	OMe
	47	6-OMe	H	O	O	H	OMe	OMe
30	48	6-OMe	H	O	O	H	Me	OMe
	49	6-C(CH ₃) ₃	H	O	O	H	Me	OMe
	50	7-Cl	H	O	O	H	Me	OMe
	51	7-Cl	H	O	O	H	OMe	OMe
	52	7-OMe	H	O	O	H	Me	OMe

表 1a (续)

化合物	No.	R ₁	R ₂	W ₁	W	R	X	Y
5	53	7-OMe	H	O	O	H	OMe	OMe
	54	7-SMe	H	O	O	H	Me	OMe
	55	7-SMe	H	O	O	H	OMe	OMe
	56	6,7-Cl ₂	H	O	O	H	OMe	OMe
	57	6,7-Me ₂	H	O	O	H	OMe	OMe
10	58	6,7-(OMe) ₂	H	O	O	H	OMe	OMe
	59	6-Cl,7-OMe	H	O	O	H	Me	OMe
	60	6-Cl,7-OMe	H	O	O	H	OMe	OMe
	61	7-CO ₂ Me	H	O	O	H	Me	OMe
	62	7-CO ₂ Me	H	O	O	H	OMe	OMe
15	63	7-NO ₂	H	O	O	H	OMe	OMe
	64	7-NO ₂	Me	O	O	H	Me	OMe

表 1b

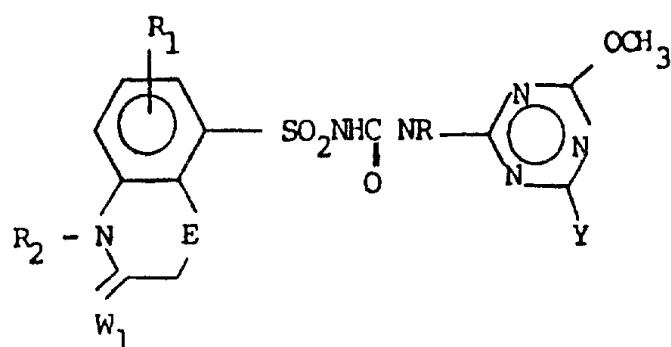


	化合物 No.	R ₁	R ₂	W ₁	m	X	Y
5	65	H	H	O	O	Me	OMe
	66	H	H	O	O	OMe	OMe
	67	H	H	O	O	Me	Me
	68	H	H	O	O	Cl	OMe
	69	H	H	O	O	OCF ₂ H	OCF ₂ H
10	70	H	H	O	O	OMe	SMe
	71	H	H	O	O	OMe	NMe ₂
	72	H	H	S	O	Me	OMe
	73	H	H	S	O	OMe	OMe
	74	H	Me	O	O	Me	OMe
15	75	H	Me	O	O	OMe	OMe
	76	H	Et	O	O	OMe	OMe
	77	H	Allyl	O	O	OMe	OMe
	78	6-Cl	H	O	O	Me	OMe
	79	6-CF ₃	H	O	O	Me	OMe
20	80	6-Cl	Me	O	O	Me	OMe
	81	6-F	Me	O	O	OMe	OMe
	82	7-Cl	H	O	O	OMe	OMe
	83	7-OMe	H	O	O	OMe	OMe
	84	H	H	O	1	Me	OMe
25	85	H	H	O	1	OMe	OMe
	86	H	H	O	1	Me	Me

表 1b (续)

化合物							
No		R ₁	R ₂	W ₁	m	X	Y
5	87	H	H	O	1	Cl	OMe
	88	H	H	O	1	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	89	H	H	S	1	OMe	OMe
	90	H	H	S	1	Me	OMe
	91	H	Me	O	1	Me	OMe
10	92	H	Me	O	1	OMe	OMe
	93	H	Me	S	1	OMe	OMe
	94	6-Cl	H	O	1	Me	OMe
	95	6-Cl	H	O	1	OMe	OMe
	96	6-CH ₃	H	O	1	OMe	OMe
15	97	7-Cl	H	O	1	OMe	OMe
	98	H	H	O	2	Me	OMe
	99	H	H	O	2	OMe	OMe
	100	H	H	O	2	Me	Me
	101	H	H	O	2	Cl	OMe
20	102	H	H	O	2	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	103	H	H	O	2	OMe	NMe ₂
	104	H	H	O	2	OMe	NHMe
	105	H	H	O	2	OMe	SMe
	106	H	H	S	2	Me	OMe
25	107	H	H	S	2	OMe	OMe
	108	H	Me	O	2	OMe	OMe
	109	H	Me	O	2	Me	OMe
	110	6-Cl	H	O	2	OMe	OMe
	111	6-CF ₃	H	O	2	OMe	OMe
30	112	7-OMe	H	O	2	Me	OMe
	113	6-Cl	H	O	1	Me	Me
	114	6-Cl	H	O	0	Me	Me

表 1c

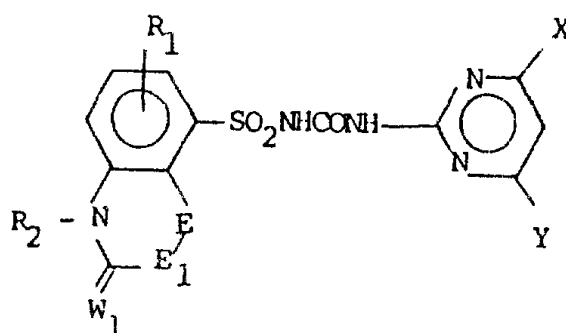


化合物							
No.		R ₁	R ₂	W ₁	E	R	Y
5	115	H	H	O	O	H	Me
	116	H	H	O	O	H	OMe
	117	H	H	O	O	H	NMe ₂
	118	H	H	O	O	H	SMe
	119	H	H	O	O	H	OEt
10	120	H	H	O	S	H	Me
	121	H	H	O	S	H	OMe
	122	H	H	O	O	Me	Me
	123	H	H	O	S	Me	Me
	124	H	H	O	SO	H	Me
15	125	H	H	O	SO	H	OMe
	126	H	H	O	SO ₂	H	Me
	127	H	H	O	SO ₂	H	OMe
	128	H	H	O	NH	H	Me
	129	H	H	O	NH	H	OMe
20	130	H	H	O	NMe	H	OMe
	131	H	H	O	NMe	H	Me
	132	H	H	S	O	H	Me
	133	H	H	S	O	H	OMe
	134	H	H	S	S	H	Me
25	135	H	H	S	S	H	OMe
	136	H	H	S	SO ₂	H	Me

表 1c (续).

化合物							
No.		R ₁	R ₂	W ₁	m	X	Y
5	137	H	H	S	SO ₂	H	OMe
	138	H	H	S	NMe	H	Me
	139	H	Allyl	O	O	H	Me
	140	H	Me	O	O	H	Me
	141	H	Me	O	O	H	OMe
10	142	H	Me	O	S	H	Me
	143	H	Me	O	SO ₂	H	OMe
	144	H	Et	S	O	H	Me
	145	H	nPr	O	O	H	Me
	146	H	Me	O	NMe	H	Me
15	147	6-Cl	H	O	O	H	Me
	148	6-Cl	H	O	S	H	Me
	149	6-F	Me	O	O	H	OMe

表 1d



	化合物							
	No.	R ₁	R ₂	W ₁	E ₁	E	X	Y
5	150	H	H	O	CHMe	O	Me	OMe
	151	H	H	O	CHMe	O	OMe	OMe
	152	H	H	O	CHMe	O	Cl	OMe
	153	H	H	O	CHMe	O	OCF ₂ H	OCF ₂ H
	154	H	H	O	CHMe	S	Me	OMe
10	155	H	H	O	CHMe	S	OMe	OMe
	156	H	H	O	CHMe	SO	Me	OMe
	157	H	H	O	CHMe	SO ₂	OMe	OMe
	158	H	H	O	CHMe	NMe	Me	OMe
	159	H	H	O	CMe ₂	O	Me	OMe
15	160	H	H	O	CMe ₂	O	OMe	OMe
	161	H	H	O	CMe ₂	SO ₂	OMe	OMe
	162	H	H	O	CH ₂	O	Me	OMe
	163	H	H	O	CHnBu	O	OMe	OMe
	164	H	H	O	CHEt	SO ₂	OMe	OMe
20	165	H	H	O	CHEt	SO ₂	Me	OMe
	166	H	H	O	CHnBu	S	OMe	OMe
	167	H	H	O	CHEt	S	OMe	OMe
	168	H	H	S	CHMe	O	OMe	OMe

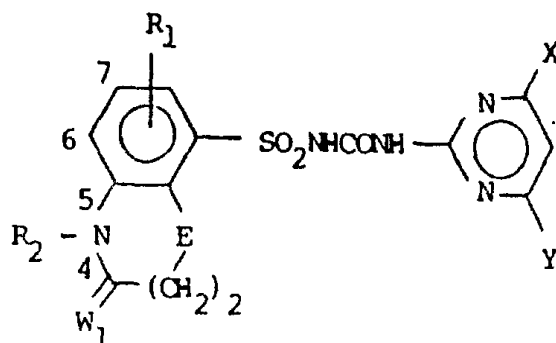
表 1d (续)

化合物	No.	R ₁	R ₂	W ₁	E ₁	E	X	Y
5	169	H	H	S	CHMe	O	Me	OMe
	170	H	H	S	CHnBu	O	OMe	OMe
	171	H	H	S	CHMe	S	OMe	OMe
	172	H	Me	O	CHMe	O	Me	OMe
	173	H	Me	O	CHMe	O	OMe	OMe
10	174	H	Me	S	CHMe	O	Me	OMe
	175	H	Me	O	CHMe	S	Me	OMe
	176	H	Et	O	CHMe	S	OMe	OMe
	177	H	Allyl	O	CHMe	O	OMe	Me
	178	H	Me	O	CHMe	SO	Me	OMe
15	179	H	Me	O	CHMe	SO ₂	Me	OMe
	180	H	Me	O	CHMe	SO ₂	OMe	OMe
	181	6-F	H	O	CHMe	O	Me	OMe
	182	6-F	H	O	CHMe	O	OMe	OMe
	183	6-F	H	O	CHMe	O	Cl	OMe
20	184	6-F	H	O	CHEt	O	OMe	OMe
	185	6-F	H	O	CHnPr	O	OMe	OMe
	186	6-F	H	O	CHnBu	O	OMe	OMe
	187	6-F	H	O	CMe ₂	O	OMe	OMe
	188	H	Me	O	CMe ₂	O	Me	OMe
25	189	6-F	H	O	CHMe	S	OMe	OMe
	190	6-F	H	O	CHMe	SO ₂	OMe	OMe
	191	6-F	H	S	CHMe	O	OMe	OMe
	192	6-F	Me	O	CHMe	O	OMe	OMe
	193	6-F	Me	O	CHMe	O	Me	OMe
30	194	6-F	Me	O	CHnBu	O	OMe	OMe
	195	6-F	Me	O	CHMe	S	OMe	OMe
	196	6-F	Me	O	CHMe	SO ₂	OMe	OMe
	197	6-F	Me	O	CHMe	SO	OMe	OMe

表 1d (续)

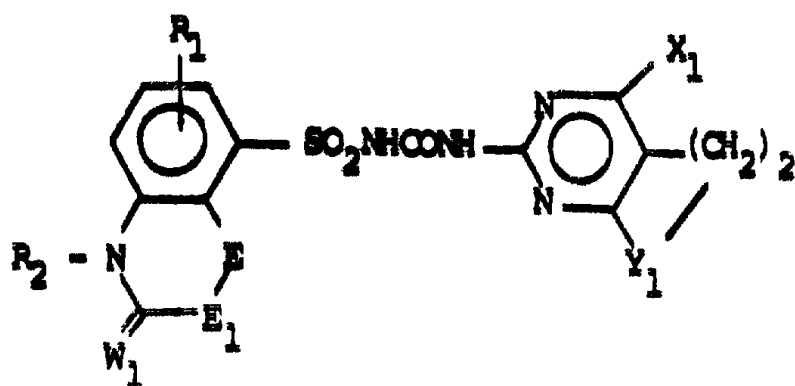
化合物							
No.	R ₁	R ₂	W ₁	E ₁	E	X	Y
5	198	6-F	Me	S	CHMe	O	OMe
	199	6-F	Et	O	CHMe	O	OMe
	200	6-Cl	H	O	CHMe	O	OMe
	201	6-Cl	H	O	CHMe	S	Me
	202	6-Cl	H	O	CHMe	SO	Me
10	203	6-Cl	H	O	CHMe	SO	Me
	204	6-Cl	Me	O	CHMe	O	OMe
	205	6-Cl	Me	O	CHMe	S	Me
	206	6-Cl	Me	O	CHMe	SO ₂	OMe
	207	6-CF ₃	H	O	CHMe	S	Me
15	208	6-CF ₃	H	S	CHMe	S	Me
	209	6-OMe	H	O	CHMe	O	OMe
	210	7-Cl	Me	O	CHMe	O	OMe
	211	7-OMe	Me	O	CHMe	O	OMe
	212	7-OMe	H	O	CHMe	O	Me
20	213	7-OMe	H	O	CHMe	S	Me
	214	7-NO ₂	H	O	CHMe	O	OMe

表 1e

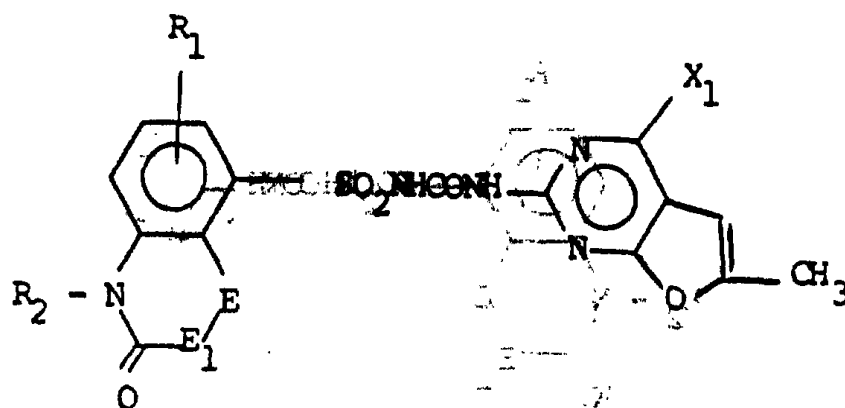


	化合物						
	No.	R ₁	R ₂	W ₁	E	X	Y
5	215	H	H	O	O	OMe	OMe
	216	H	H	O	O	Me	OMe
	217	H	H	O	S	OMe	OMe
	218	H	H	O	S	Me	OMe
	219	H	H	S	O	OMe	OMe
10	220	H	Me	O	O	OMe	OMe
	221	7-F	H	O	O	OMe	OMe
	222	7-F	Me	O	O	OMe	OMe
	223	7-F	Me	O	SO ₂	OMe	OMe
	224	H	H	O	NH	OMe	OMe
15	225	H	H	O	NMe	OMe	OMe
	226	7-CF ₃	H	O	S	Me	OMe
	227	7-CF ₃	Me	O	S	Me	OMe
	228	8-OMe	H	O	O	Me	OMe
	229	8-OMe	H	O	O	OMe	OMe

表 1f

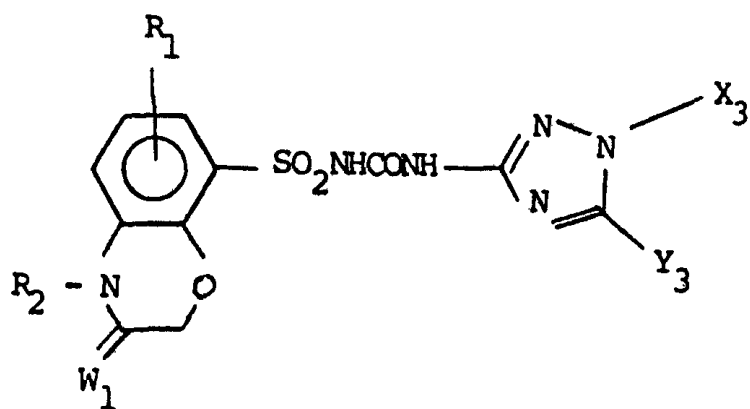


化合物							
No.	R ₁	R ₂	W ₁	E ₁	E	X ₁	Y ₁
230	H	H	O	CH ₂	O	Me	CH ₂
231	H	H	O	CH ₂	O	OMe	CH ₂
232	H	H	O	CH ₂	O	OMe	O
233	H	H	O	CH ₂	S	OMe	O
234	H	H	O	CH ₂	SO ₂	OMe	CH ₂
235	H	H	O	CHMe	O	Me	O
236	H	H	S	CH ₂	O	Me	CH ₂
237	H	Me	O	CH ₂	O	Me	O
238	6-F	Me	O	CHMe	O	OMe	CH ₂
239	6,7-Me ₂	H	O	CH ₂	O	Me	CH ₂



化合物					
No.	R ₁	R ₂	E ₁	E	X ₁
240	H	H	CH ₂	O	Me
241	H	H	CH ₂	O	OMe
242	H	H	CH ₂	S	OMe
243	H	H	CH ₂	SO ₂	OMe
244	6-F	Me	CHMe	O	Me
245	6-F	Me	CHMe	O	CMe

表 1h



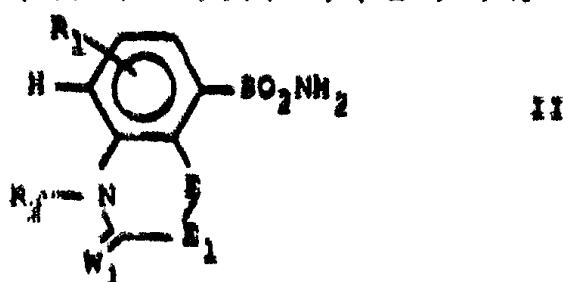
化合物					
No.	R ₁	R ₂	W ₁	X ₃	Y ₃
246	H	H	O	Me	OMe
247	H	Me	O	Me	SMe
248	6-F	Me	O	Me	OMe
249	H	Me	S	Et	OMe

5

本发明的化合物可以通过多种方法制备并进一步提供结构式 I 的化合物的制备方法的情况。

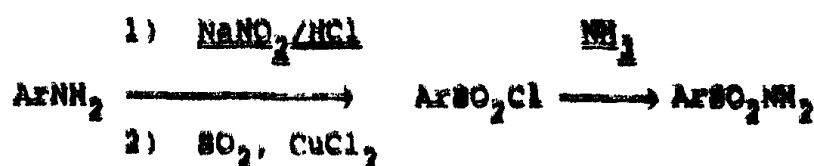
本发明的化合物的通常的制备方法可以考虑成三个部分：

部分 A 包括结构式 I 的稠合的苯基磺酰胺的制备：

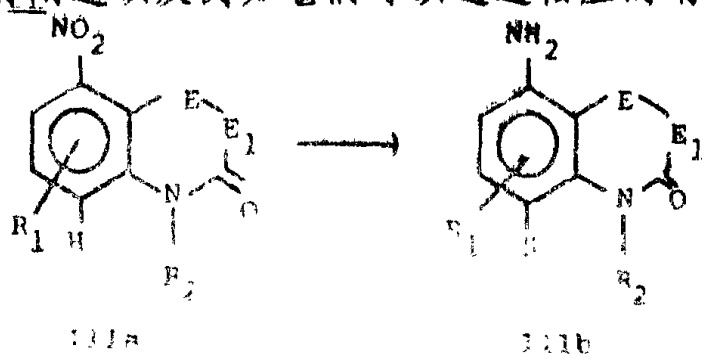


式中 R_1 , R_2 , W_1 , E 和 E_1 如结构式 I 所规定的。结构式 I 的磺酰胺类可以用多种方法包括下面所提出的通常方法制备。

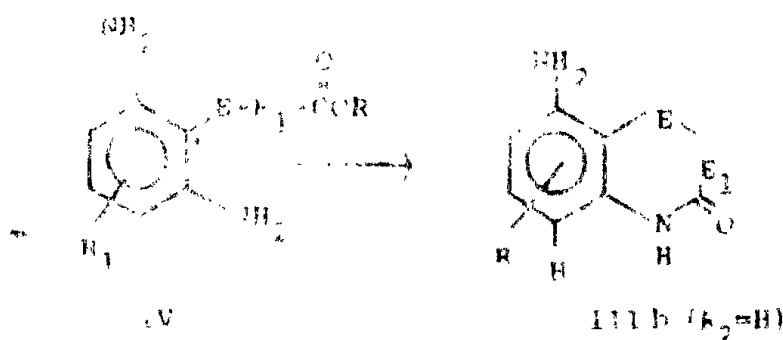
(a) 芳香族磺酰胺通过已知的技术从相应的苯胺类经重氮化，所得重氮盐与二氧化硫反应制备 [J. org. Chem. 25 1824 (1960)]



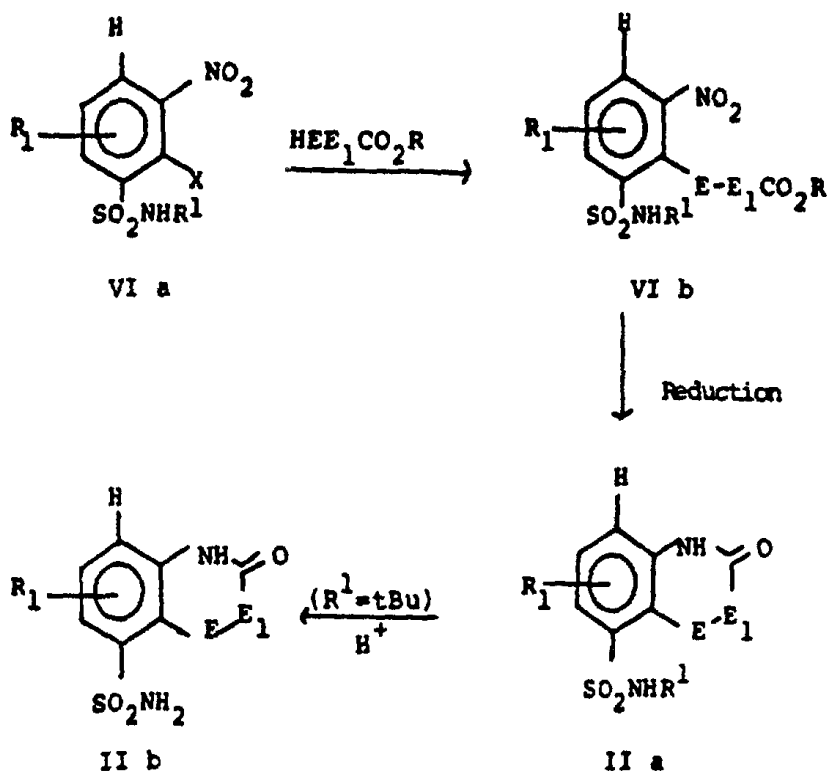
某些必需的氨基—并苯—连氮酮 (azinone) Ⅱ 在文献 (例如: Rodds Chemistry of Carbon Compounds, Vol. 1 V H, p463, 1987) 中已有阐述以及例如它们可以通过相应的硝基还原制备：



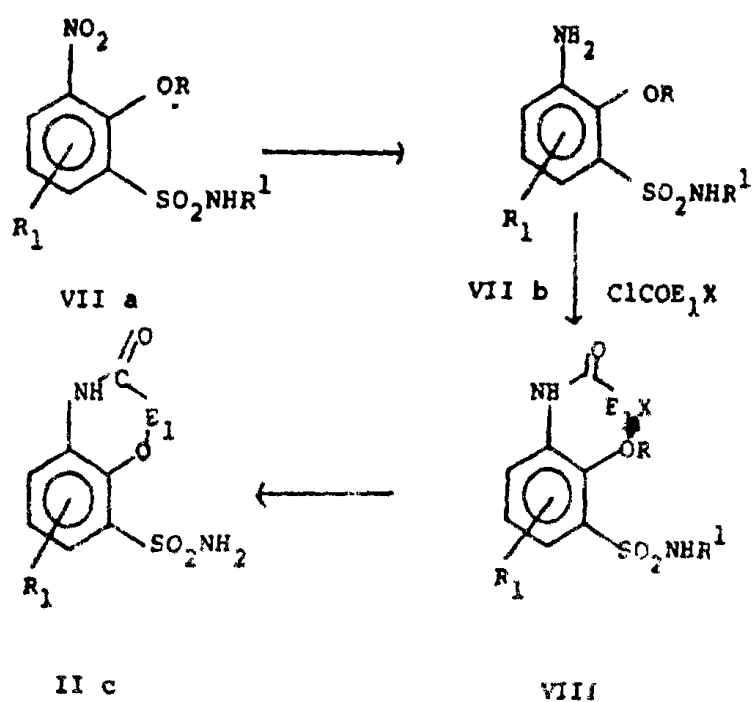
同样氨基化合物 IIIa ($R_1 = \text{H}$) 可以通过一些 1,3-二氨基苯类 IV 环构制备，所述的 1,3-二氨基苯类通常从相应的二硝基苯类 V 得到。



(b) 二环芳香族磺酰胺类 II 也可以从适当的在 2-位上具有离去基团 X (最佳为卤素) 的 3-硝基苯磺酰胺 V 制备:

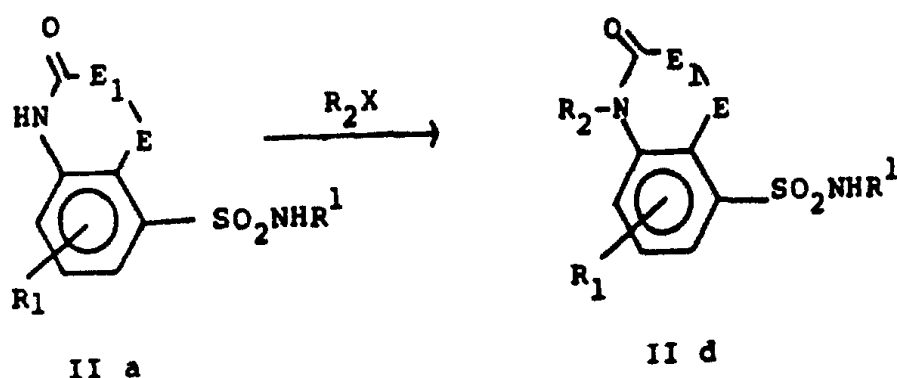


(c) 另一磺酰胺 II (E=O) 的合成路线包括:



使用3-硝基-2- 烷氧苯磺酰胺类 VII，将硝基还原，接着氨基酰化得到酰化氨基苯- 磺酰胺类 VIII。在这种情况下，R为氢，通过化合物VIII和碱处理容易形成杂环系统。如果在化合物 VIII 中 R为烷基，于是在环构步骤前如用氯化铝进行脱烷基反应。

(d) 在结构式 II 中的 R_2 为氢的化合物的制备，可以采用标准的技术，通过氮的烷基化进行。



在结构式 II 中 W_1 为硫的化合物的制备，可以从相应的氧化合物通过诸如：五硫化磷和鲁维逊斯（Lawessons）试剂处理制备。

在上述部分 (a)、(b)、(c) 和 (d) 中的每一个中基团 R 既可以为氢也可以为烷基以及基团 R' 既可以为氢也可以为叔丁基团。

在部分 (b)、(c) 和 (d) 中取代基 X 为离去基团，较佳为卤原子。

本发明的化合物制备的部分 B 包括多种含氮杂环 A-1 至 A-7 的制备。

结构式 IX 的杂环胺类可通过已知文献的方法制备，或通过一种已知技术方便地将其改性：



作为 2-氨基和 2-甲基氨基嘧啶 (IX、A- A-1、Z= CH) 的合

成和反应可参考: The Chemistry of Heterocyclic Compounds, Vol, 16, Wiley- Interscience, New York (1962)。作为2-氨基和2-甲基氨基- 均- 三嗪 (IX, A= A-1, Z= N) 可参考: The Chemistry of Heterocyclic Compounds, Vol, 13, Wiley- Interscience, New York (1959)以及 F. C. Schaefer 和 K. R. Huffman, J.org. Chem. 28, 1812 (1963)、欧洲专利申请号 E P- A84,224和W, Braker 等 J. Am. Chem. Soc 69 3072 (1947) 所描述的制备氨基嘧啶和用诸如二烷氧甲基或1,3-二氧戊环-2- 基的醛缩醇基所取代的三嗪的方法。美国专利4,515,626 描述了合成环丙基- 嘧啶和用诸如烷基、卤代烷基、烷氧基、卤代烷氧基、烷氨基、二烷氨基或烷氧烷基取代的三嗪的方法制备。

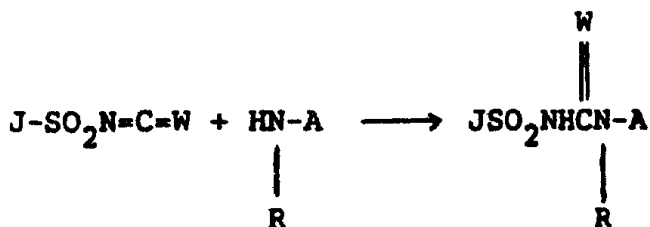
5,6-二氢氟[2,3-d] 嘧啶-2- 胺环戊(d) 嘧啶-2- 胺(IX, A为 A-2) 以及6,7-二氢-5- H- 吡喃基[2,3-d] 嘧啶基-2- 胺(IX, A为 A-3) 可以根据美国专利 U S4,339,267 制备。呋喃基(2,3d)嘧啶-2- 胺(IX, A为 A-4) 可见美国专利4,487,626 所描述。

在欧洲专利申请号 E P- A-73,562 中描述了结构式 IX 中 A 为 A-5 的化合物。在美国专利 U S4,496,392 中描述了结构式 I 中 A 为 A-6 的化合物。

在结构式 IX 中 A 为 A-7 的胺类可以按欧洲专利申请号 No.125,864 (1984.11.21 公开) 的方法制备或通过一种明显的已知技术适当地改进。

本发明(结构式 I) 的化合物的制备的部分 C 包括将结构式 II 的磺酰胺和结构式 IX 的杂环胺类偶合。结构式 I 的化合物可以通过以下描述的一个以上的方法制备。

a) 许多结构式 I 的化合物可以通过结构式 X 的磺酰基异氰酸酯或磺酰基异硫氰酸酯和结构式 IX 的杂环胺反应制备:

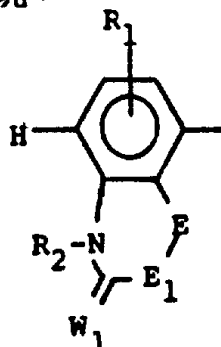


X

IX

I

式中 J 表示双环系统：

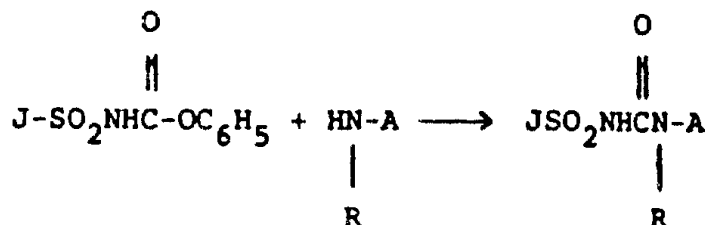


以及 W、A 和 R 为如前所规定的。

该反应在诸如：二氯甲烷或二甲苯的惰性、非质子传递的溶剂中于 25—100 °C 进行 0.5 至 24 小时，如在美国专利 U S 4,127,405 中所述的。

该中间体磺酰基异氰酸酯 (X, W=O) 以及磺酰基异硫氰酸酯 (X, W=S) 可通过如在欧洲专利申请号 212,779 和其中提及的参考的已知技术的各种方法制备。

b) 许多结构式 I 的化合物，式中 W 为氧可以通过结构式 XI 的氨基甲酸苯酯和合适的结构式 IX 的胺反应制备：



XI

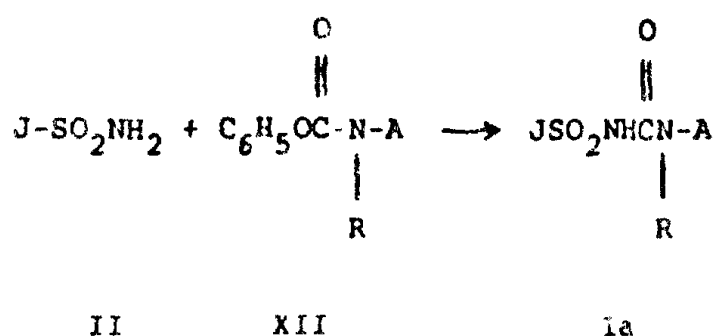
IX

Ia

该反应在诸如二恶烷溶剂中于 50 至 100 °C 进行 0.5 至 24 小时。所需的氨基甲酸酯 XI 可通过相应的磺酰胺 II 和二苯基碳酸酯在强碱的存在下反应制备。

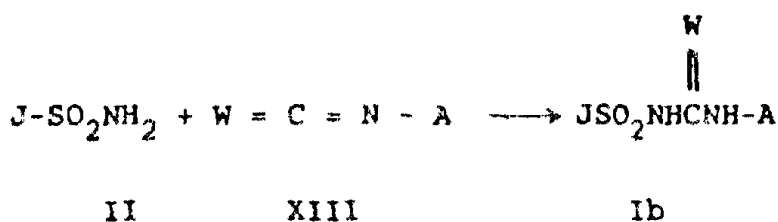
c) 结构式 Ia 的化合物也可以通过结构式 XII 的杂环氨基甲酸酯和

适当的结构式 II 的磺酰胺反应制备:



该反应在诸如: 乙腈或二恶烷的溶剂中, 在一非亲核性碱, 诸如 DBU 存在下于 0 至 100 °C 进行, 0.2 至 24 小时。所需的氨基甲酸苯酯 XII 可通过相应的杂环胺 X 和二苯基碳酸酯或苯基氯甲酸酯在强碱的存在下反应制备。

d) 某些本发明的结构式 Ib 的化合物可以通过磺酰胺 II 和结构式 XIII 的杂环异硫氰酸酯反应制备:



该反应在诸如: 丙酮或乙腈的惰性、非质子传递的溶剂中进行, 在诸如: 碳酸钾的碱存在下于 25 至 80 °C, 进行 0.5 至 24 小时制备。所需的杂环异氰酸酯和异硫氰酸酯 XIII 从相应的胺类 H₂N A 按 EPO 公开号 35,893 的一种已知技术制备。

在部分 b)、c) 和 d) 中的每一个, 上述基团 J、W、A 和 R 为前面所规定的。

某些结构式 II、III、VI、VII 和 VIII 的中间体化合物是新颖的化合物, 因此将进一步详述本发明提供的结构式 II、III、VI、VII 和 VIII 的新颖化合物及其制备方法。

农业上合适的结构式 I 的化合物的盐类也是有用的除草剂并可以

用一系列已知技术制备。例如，金属盐可以通过结构式 I 的化合物和具有足够碱性阴离子的碱金属盐或碱土金属盐（诸如：氢氧化物、醇盐、碳酸盐或碳酸氢盐）的溶液接触制备。季胺盐可以采用类似的技术制备。

结构式 I 的化合物的盐类也可以通过由阳离子交换制备。阳离子交换可以通过将结构式 I 的化合物的盐（例如：碱金属或季胺盐）的水溶液用含有需要交换的阳离子的溶液直接处理是有效的。当所需的盐含有在水中不溶解的交换的阳离子例如：铜盐时，该方法最为有效，所得盐类可以通过过滤分离。

交换也可以通过结构式 I 的化合物的盐类的水溶液（如：碱金属或季胺盐）通过装有要交换的阳离子的离子交换树脂的柱也是有效的。在该方法中，树脂的阳离子被原来的盐交换，而所需的产物从柱中洗提。该方法当所需的盐为水溶性即为钾盐或钙盐时特别有用。

酸加成的盐在本发明中是有用的，可以通过结构式 I 的化合物和合适的酸，如：对 甲苯磺酸、三氯乙酸或诸如此类反应得到。

结构式 I 的化合物作为除草剂是有活性的，于是将进一步说明本发明提供的前面确定的结构式 I 的化合物的有效数量施用于植物或对植物生长介质用于猛烈杀伤或杀死无用植物的方法。

结构式 I 的化合物可以直接施用植物（萌后施用）或在植物耕作前施用于土壤（萌前施用）。

一般说来本发明的化合物具有高的萌前以及尤其是萌后除草活性。它们中的某些具有广谱总的植物生长控制效用。本发明中的一些化合物具有在诸如：糖甜菜、大豆、棉花和稻米作物中选择性控制杂草的效用。

另外，本发明还进一步提供在栽培作物中控制杂草的方法，该过程包括施用于作物或作物的生长介质，如前所述的结构式 I 的化合物

的有效数量可足以猛烈地杀伤或杀死杂草而不至于损害作物。

某些结构式 I 的化合物显示有用的植物生长调节活性。

植物生长调节效果可以以多种方式显现。例如：顶尖优势的抑制、刺激辅芽的生长、刺激早期开花和籽实形成、增加开花以及提高籽实产率、加粗杆茎、矮化杆茎以及生长新芽。

另外，进一步说明本发明提供的包括前面规定的将上述结构式 I 的化合物的有效数量，施用于植物、植物的种子或植物的生长介质作为植物生长调节的方法。

对植物生长调节过程的效果可以直接对植物（萌后施用）或对种子或在植物萌前施用本发明的结构式 I 的化合物。

结构式 I 的化合物它们本身可用于调节植物的生长，但通常较佳地以包含本发明的化合物和以包括固体或液体稀释剂的混合物的组成物形式使用。于是将进一步说明本发明提供包括前面确定的结构式 I 的化合物和一种惰性载体组成的植物生长调节组成物。

本发明的组成物可以成为固体、液体或浆状物形式。该组成物既可以包括可以容易地立即使用的稀的组成物也可以是在使用前需要稀释的浓的组成物。于是，在本发明组成物的活性成份的浓度将随着配方的类型而不同以及如果该组成物作为立即使用时，例如：粉尘剂配方或液体乳化剂或者如果该组成物是一浓缩物时，例如：可乳化的浓缩物或可湿性粉末，它们是适合在使用前稀释。一般，本发明的组成物包括含有从 1ppm 至 99%（重量）的活性成份。

固体组成物可以将活性成份和固体稀释剂混合成粉末、粉尘剂、丸粒、粒状物和颗粒形状。粉末和粉尘剂可以通过混合或研磨活性成份和固体载体以得到一种精细分散的组成物。颗粒、粒状物和丸粒可以通过活性成份与固体载体结合形成，例如：通过用活性成份涂复或将预制的颗粒固体载体用活性组成物浸渍或通过附聚技术完成。

固体载体的例子包括：矿土和陶土，诸如：高岭土、膨润土、硅藻土、漂白土、美国活性白土、硅藻土、红玄武土、黄土、滑石、白垩、白云石、石灰石、石灰、碳酸钙、石膏、硫酸钙、叶蜡石、硅酸、硅酸盐和硅胶，肥料诸如：硫酸铵、磷酸铵、硝酸铵和尿素；植物源的天然产品诸如：谷粉和面粉、树皮粉、木粉、坚果壳粉以及纤维素粉末；以及合成聚合材料诸如：磨碎或粉碎的塑料或树脂。

同样，固体组成物可以为可分散性或可湿性粉末颗粒或粒状物的形状，其中活性成份和固体载体和一种或一种以上的作为润湿、乳化和/或分散剂的表面活性剂结合以利于活性成份在液体中的分散。

表面活性剂的例子，包括阳离子、阴离子和非离子的类型。阳离子表面活性剂包括季胺化合物，例如：长链烷基铵盐诸如：十六烷基三甲基溴化铵盐。阴离子表面活性剂包括：肥皂或脂肪酸的碱金属皂、碱土金属盐和铵盐。木质素磺酸的碱金属、碱土金属和铵盐，芳香族磺酸的碱金属、碱土金属和铵盐，它包括：萘磺酸盐，诸如：丁基萘磺酸、二或三-异丙基萘磺酸的盐、磺化的萘和萘的衍生物和甲醛缩合产物的盐类、磺化的萘和萘的衍生物和苯酚和甲醛缩合产物的盐类以及烷基芳基苯磺酸诸如：十二烷基苯磺酸的盐类；长链单硫酸酯的碱金属，碱土金属和铵盐，诸如：十二烷基硫酸盐以及硫酸和脂肪醇乙二醇醚的单酯。非离子表面活性剂包括：环氧乙烷和苯酚和烷基苯酚，诸如：异辛基苯酚、辛基苯酚和壬基苯酚的缩合产物；环氧乙烷与蓖麻油的缩合产物；以及长链脂肪酸和己糖醇衍生的部分酯，例如：脱水山梨醇单十二烷酸酯，以及它们和环氧乙烷的缩合物；环氧乙烷/环氧丙烷嵌段聚合物；十二烷基聚乙二醇醚缩醛；以及卵磷脂类。

液体组成物可以包括活性成份溶解或分散在选择性地含有一种或多种如润湿剂、乳化和/或分散剂的表面活性剂的液体载体中。液体

载体的例子包括：水，不同馏份的矿物油，例如：汽油、石脑油溶剂、石油、煤焦油以及芳香石油馏份，沥青、环沥青和芳香烃，诸如：石蜡、环己烷、甲苯、二甲苯、四氢萘和烷基的萘，醇类，诸如：甲醇、乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇、环己醇以及丙二醇，酮类，诸如：二甲基甲酰胺、二甲基亚砷、N-甲基吡咯烷酮以及四氢噻吩砷。

较佳的液体组成物包括活性成份的水悬浮体，分散体或乳化体以适合通过喷洒、喷雾或浇灌。这类水组成物通常通过浓缩的组成物和水混合制备。合适的浓缩组成物包括：乳化浓缩物、浆状物、油质分散体、水质分散体的可湿性粉末。浓缩物通常需经得起较长期的贮存以在贮存后可以用水稀释制备成液体形式，所制备的液体能保持相当长时间的均相，使它们能以普通的喷洒设备施用。浓缩物通常包含从10至99%(重量)、较佳为10至60%(重量)的活性成份。

乳化物或可乳化的浓缩物通常通过将活性成份溶解在含有一种或一种以上的表面活性剂的可选择的油的有机溶剂中制备。油质分散体可以通过将活性成份、烃油和一种或多种表面活性剂一起研磨制备。水质分散体浓缩物通常可以通过球磨机球磨活性剂和选择性地至少一种悬浮剂制备。合适的悬浮剂包括：亲水性胶体诸如：聚(N-乙烯基吡咯烷酮)、羧甲基纤维素钠以及植物胶，阿拉伯胶和黄蓍胶，水合的胶状矿物硅酸盐，诸如：蒙脱石、beidelite、囊脱石、水辉石、滑石粉、Sauconite和膨润土，其他的纤维衍生物，以及聚(乙醇醇)

可湿性粉末浓缩物通常可以通过的将活性成份、一种或多种表面活性剂、一种或多种固体载体和选择采用一种或多种悬浮剂一起混合并研磨该混合物以得到具有所需颗粒尺寸的粉末。

液体悬浮体、分散体或乳化剂可以从浓缩的组成物通过浓缩的组成物与含有选择的表面活性剂和/或油用水混合制备。

应该指出结构式 I 的本发明的化合物是酸性的。于是结构式 I 的化合物可以与有机或无机的碱所成的盐组成配方并施用。在配方中以及采用结构式 I 的化合物以它们盐的形式时，既可以以盐的本身用在配方中也可以用结构式 I 的化合物和通过适当的有机或无机的碱在配方中生成盐类使用。

本发明的组成物的应用模式将根据所用的组成物的类型扩展并适合它的应用可能性。固体组成物可以通过撒粉施用或其他撒播或喷洒该固体的方法施用。液体组成物可以通过喷洒、喷雾、浇灌、导入灌浇水中，或以其他合适的方式撒播或喷洒该液体。

本发明化合物的用量比例和应用取决于一系列的因素，包括：例如选定的所用的化合物、被抑制生长的植物的一致性、选择的所用的配方以及化合物是用于叶簇还是根部吸收施用。然而，通常而论，施用量的比例从 0.001 至 10 公斤 / 公顷是合适的，而从 0.01 至 5.0 公斤 / 公顷可能是较佳的。

本发明的组成物可以包括：可在一种或多种本发明化合物中加入一种或多种非本专利的但它具有生物活性的化合物。其结果，在某些应用情况下单独使用本发明的化合物用作除草剂可能不能充分保护作物。因此，本发明将进一步具体化提供包括至少一种前面确定的结构式 I 的化合物的除草组成物和至少一种其他除草剂的除草组成物。

其他除草剂可以是不具有结构式 I 的任何除草剂。作为例子，较佳的一类为包括对抗大叶杂草的除草活性剂的混合物。第二类较佳的为包括接触除草剂的混合物。

本发明的化合物及它们的制备，将通过下面的实施例作进一步的说明。

实施例 1

(i) 5-叔丁基-2-甲氧基-3-硝基苯磺酰氯

将浓硫酸(13ml)滴加入5-叔丁基-2-甲氧基苯磺酰氯(9.0g)与硝酸钾(6.90g)于二氯甲烷(100ml)而形成的冷却后的混合物中。随后在室温下将该混合物搅拌16小时。然后将该反应混合物倾入用冰冷却的水(200ml)中,随后分离有机层,并用硫酸钠进行干燥。除去溶剂后得到该标题化合物,为浅黄色的固体(9.1g)。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3): δ 1.4 (s, 9H); 4.1 (s, 3H); 8.2 (s, 2H).

(ii) 5-叔丁基-2-甲氧基-3-硝基苯 N-叔丁基磺酰胺

将叔丁基胺(9ml)加入到冷却的由5-叔丁基-2-甲氧基-3-硝基苯磺酰氯(7.4g)溶于乙腈(40ml)而形成的溶液中。将该混合液于室温下搅拌1小时,随后在真空下除去溶剂。在残留物中加入乙酸乙酯(100ml)及4%柠檬酸(100ml)并一起震荡。分离有机相并用硫酸钠干燥。蒸发溶剂得到一种固体残留物,经在含水乙醇中进行重结晶而获得该标题化合物(6.0g);

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3): δ 1.2 (s, 9H); 1.4 (s, 9H); 4.1 (s, 3H); 8.0 (d, 1H); 8.2 (d, 1H).

(iii) 5-叔丁基-2-甲氧基-3-氨基苯 N-叔丁基磺酰胺

将甲酸铵(8.0g)在氮气氛下加入到经搅拌的冷却了的在无水甲醇(80ml)中,在其中加入5-叔丁基-2-甲氧基-3-硝基苯 N-叔丁基氨磺酰(8.0g)及10% 披钹木炭(1.1g)而形成的混合物中。在室温下将该混合物搅拌1小时,然后经硅藻土过滤。滤液经浓缩后加入由乙酸乙酯及水形成的混合液。分离有机层然后用硫酸钠进行干燥。除去溶剂后,从含水乙醇中进行重结晶而获得该标题化合物,为白色结晶(6.9g)。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3): δ 1.17 (s, 9H); 1.29 (s, 9H); 3.7 (s, 2H); 3.9 (s, 3H); 5.0 (s, 1H); 7.0 (d, 1H); 7.3 (d, 1H);

(iv) 5-叔丁基-2-甲氧基-3-(氯乙酰氨基)苯 N-叔丁基磺酰胺

将由氯乙酰氯(4.4ml)溶于二氯甲烷(40ml)而形成的溶液滴加入冷却了的、经搅拌的5-叔丁基-2-甲氧基-3-氨基苯 N-叔丁基-磺酰胺(15.6g)及二异丙乙胺(9.5ml)溶解于二氯甲烷(100ml)而形成的溶液中。将该溶液于室温下静置2小时,随后用2%的柠檬酸溶液洗涤。有机相经干燥后被蒸发。自含水乙醇中进行重结晶而获得标题化合物(16.4g)。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3): δ 1.19 (s, 9H); 1.33 (s, 9H); 4.0 (s, 3H) 4.3 (s, 2H); 5.0 (s, 1H) exch. 7.7 (d, 1H); 8.6 (d, 1H); 8.8 (s, 1H) exch.

(v) 3-(氯乙酰氨基)-2-羟苯基磺酰胺

将由5-叔丁基-2-甲氧基-3-(氯乙酰氨基)苯 -N-叔丁基磺酰胺(8.0g), 三氯化铝(16.4g)及间二甲苯(80ml)形成的混合物加热至95℃。并在氮气氛中搅拌16小时,随后将该混合物倾入盛有二乙醚(300ml)及水(300ml)的烧杯中,并于室温下搅拌15分钟。分离有机层并用硫酸钠进行干燥,随后在真空下进行浓缩以除去所有的二乙醚。将残留溶液冷却并加入己烷以使该标题化合物沉淀(4.7g)。

$^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3/\text{DMSO}$): δ 4.26 (s, 2H); 5.83 (bs, 3H) exch.; 6.91 (t, 1H); 7.54 (dd, 1H); 8.05 (dd, 1H); 9.5 (s, 1H).

(vi) 8-亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并噁嗪-3(4H)酮

将在丙酮(100ml)中的3-(氯乙酰氨基)-2-羟苯基磺酰胺(2.4g)及碳酸钾(4.50g)的形成的混合物进行搅拌并且在回流下加热1小时。在真空下除去丙酮,随后加入4%的柠檬酸水液(50ml)。过滤而得

到粗产品，随后用乙酸乙酯进行研磨，然后再次过滤而得到该标题化合物(1.66g)。

^1H NMR (d6 DMSO): δ 4.68 (s, 2H); 6.9–7.4 (m, 3H); 7.26 (s, 2H); 10.9 (s, 1H).

(vii) 8-(苯氧羰基亚磺酰氨基)-2 H-1,4- 苯并噁嗪-3(4 H)-酮

将氢化钠(0.13g)加入冷却的由8-氨基亚磺酰氨基-2- H-1,4- 苯并噁嗪3(4 H)-酮(1.0g)溶于二甲基甲酰胺(10ml)形成的溶液中。该冷却溶液经搅拌15分钟之后，加入二苯碳酸酯(1.13g)，然后在室温下将该混合液搅拌16小时。加入乙酸乙酯及4%柠檬酸，随后用盐水洗涤有机相三次。干燥后的乙酸乙酯溶液经浓缩后，用醚对残留物进行研磨从而得到白色固态的该标题化合物(1.1g)。

^1H NMR (d6 DMSO): δ 3.4 (s, 1H); 4.8 (s, 2H); 6.6–7.5 (m, 8H); 11.0 (s, 1H).

(viii) N- [(4-甲氧基-6- 甲基嘧啶-2- 基) 氨基羰基]-2 H-1,4- 苯并噁嗪-3-(4 H)-酮-8- 磺酰胺 (2)

将由8-(苯氧羰基亚磺酰氨基)-2 H-1,4- 苯并噁嗪-3(4 H)-酮(1.1g)及2-氨基-4- 甲氧基-6- 甲基嘧啶(0.44g) 与二噁烷(20ml)形成的混合液在回流之下加热1.5 小时。然后使该混合液冷却并加入二乙醚(20ml)。过滤而获得白色固体(0.90g)。将该固体悬浮于乙酸乙酯(100ml)中，随后用碳酸钠溶液(100ml)对该悬浊液萃取两次。将合并的碳酸盐萃取液进行酸化，过滤所产生的沉淀得到该标题化合物(0.37g)。

^1H NMR (d6 DMSO): 2.34 (s, 3H); 3.54 (s, 1H) exch.; 3.94 (s, 3H); 4.51 (s, 2H); 6.54 (s, 1H); 6.91–7.50 (m, 3H); 10.5 (s, 1H) exch.; 11.1 (s, 1H) exch.

实施例2

(i) 5-溴-2-羟基-3-硝基-叔丁基苯磺酰胺

将由5-溴-2-羟基苯磺酰氯(50g)溶于二氯甲烷(200ml)而形成的溶液滴加入冷却并经搅拌的浓硝酸(20ml)及浓硫酸(20ml)中。随后将混合液回复至室温,并另行搅拌2小时。用冰水使该反应混合液骤冷,分离有机层并用盐水洗涤,然后用 MgSO_4 进行干燥。用冰使该干溶液冷却,并滴加叔丁胺(50ml)。在室温下另行将该混合液搅拌2小时,接着加入柠檬酸溶液并进行振荡。有机层经干燥后,浓缩成为黄色固体。自含水乙醇中进行重结晶,得到纯的5-溴-2-羟基-3-硝基-叔丁基苯磺酰胺(19g)。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3): δ 1.3 (s, 9H); 5.1 (s, 1H) exch.; 8.3-8.5 (m, 2H).

(ii) 3-氨基-2-羟基-叔丁基苯磺酰胺

将5-溴-2-羟基-3-硝基-叔丁基苯磺酰胺(7.1g)及甲酸胺(10g)混于甲醇(70ml)而形成的混合液,经用冰冷却,并于氮气氛之下搅拌15分钟之后,加入10% 披钨木炭(0.70g)。接着于室温之下将该混合液继续搅拌18小时。滤去催化剂之后,过滤液经浓缩成为黑色的残留物。将该残留物溶于水及乙酸乙酯的混合液中。干燥有机层并浓缩而得到3-氨基-2-羟基-叔丁基苯磺酰胺(5.7g),为黑色油状物。

$^1\text{H NMR}$ (d_6 Acetone) δ 1.1 (s, 9H); 6.6-7.1 (m, 3H).

(iii) 8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并噁嗪-3-(4H)-酮

将氯乙酰氯(6.7ml)缓缓加入用冰冷却的由3-氨基-2-羟基-叔丁基苯磺酰胺(15.5g)、碳酸氢钠(14.6g)、水(45ml)及异丁基甲基酮(45ml)形成的混合液。将该混合液回到室温随后搅拌至少2小时。在回流下加热该混合液4小时。将该混合液冷却、浓缩再用乙酸乙酯

(200ml) 进行研磨。将固体滤出，并在水中进行搅拌，接着再次滤出。该干燥固体便是所需的8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮(10.1g)。

$^1\text{H NMR}$ (d6 DMSO)
 δ 1.1 (s, 9H); 4.7 (s, 2H); 6.9-7.5 (m, 5H);
 11.0 (s, 1H) exch.

(iv) 4-甲基-8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮
 将由8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮(2.0g)、碳酸钾(1.5g)及碘甲烷(8ml)形成的混合物在回流下加热18小时。将该混合物在真空下进行浓缩，残留物溶解于乙酸乙酯及稀的柠檬酸水液中。从经干燥的有机相得到纯的4-甲基-8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮(1.8g)，为固态物质。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl₃) δ 1.3 (s, 9H); 3.4 (s, 3H); 4.7 (s, 2H); 5.0 (s, 1H) exch.; 7.0-7.7 (m, 3H).

(v) 4-甲基-8-亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮

将4-甲基-8-叔丁基亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮(5.5g)溶于三氟乙酸(20ml)而形成的溶液在2小时内加热至60—70℃。真空浓缩该溶液，并用乙酸乙酯及二乙醚进行研磨，得到固体的4-甲基-8-亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3(4H)-酮(3.3g)。

$^1\text{H NMR}$ (DMSO/CDCl₃) δ 3.4 (s, 3H); 4.7 (s, 2H); 6.9 (s, 2H) exch.; 7.0-7.6 (m, 3H).

(vi) N-[(4-甲氧基-6-甲基嘧啶-2-基)氨基]-4-甲基-2H-1,4-苯并恶嗪-3-酮-8-磺酰胺(25)

按照实施例1中第vii及viii部分给出的条件对自第v部分得到

的磺酰氨基进行的反应得到磺酰脲，即化合物第25号。该化合物用薄层层析、红外及质子核磁共振谱进行定性，质子核磁共振谱的数据如实施例10中表2所示。

实施例3

(i) 4-甲基-8-亚磺酰氨基-2H-1,4-苯并恶嗪-3-硫酮

将由实施例2中第v部分的苯并恶嗪(0.50g)酮及五硫化二磷(0.47g)在吡啶(3ml)中形成的混合物在回流下加热1小时。将该混合物冷却后，加入乙酸乙酯，随后用稀的柠檬酸水液(100ml)对该溶液洗涤三次。从干的有机层得到固态的硫代酰胺(0.38g)。

$^1\text{H NMR}$ (DMSO/ CDCl_3) δ 3.8 (s, 3H);
5.0 (s, 2H); 6.4 (s, 2H, exch.); 7.0-7.7 (m, 3H).

(ii) N-[(4-甲氧基-6-甲基嘧啶-2-基)氨基]-4-甲基-2H-1,4-苯并恶嗪-3-硫酮-8-磺酰胺(27)

将上述的磺酰胺(0.50g)加入由4-甲氧基-6-甲基嘧啶-2-基苯基碳酸酯(1.5g)及1,8-二氮杂双环[5,4,0]十一-7-烯(0.8ml)加入乙腈(10ml)而得的混合物中，在室温下搅拌18小时。用柠檬酸溶液使该混合液酸化，并用乙酸乙酯萃取该产物。无水有机层的残留物用乙酸乙酯进行研磨得到化合物第27号(0.15g)。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ 2.5 (s, 3H); 3.8 (s, 3H); 3.9 (s, 3H); 4.9 (s, 2H); 6.3 (s, 1H)
6.9-8.0 (m, 3H).

实施例4

(i) 4-氯-3,5-二硝基三氟甲苯和巯基乙酸的加成。

将巯基乙酸(5.46ml, 0.078 mole)加入搅拌的由碳酸钠(16.72g,

0.16mole)及4-氯-3,5- 二硝基三氟甲苯(19.4g),0.072 mole) 及乙醇(100ml) 而形成的悬浮液中。在室温下将该反应混合液搅拌过夜, 所得到的固体物质用醚250ml 进行稀释, 并用5 M 盐酸酸化。

连续用1 M 盐酸(1次) 及饱和氯化钠(2次) 对醚提取液进行洗涤, 并进行干燥(Na_2SO_4)随后浓缩而得到有机的固态的苯硫氧基乙酸(23.4g,100%)。

(CDCl_3) δ : 8.18 (s, 2H); 3.75 (s, 2H)。

(ii) 8-氨基-3- 氧-6- 三氟甲基-3,4- 二氢-2H-1,4- 苯并噻嗪

将浓盐酸(200ml) 缓慢地从一只冷凝器中流下到用冰浴冷却的第1 部分的苯硫氧乙酸(17.92g,0.055 mole) 中, 及加入在乙醇(40ml) 中的锡金属(粉末72克) 随后用沸腾蒸汽浴对原先的有机反应溶液加热30分钟, 接着冷却至室温。然后将所获得的无色溶液缓缓倾入搅拌中的冰浴冷却的氢氧化钠水溶液(250g,在500ml 中),连续搅拌15分钟直至原先的无色沉淀物充分溶解。用醚(4×300ml)对悬浮液进行萃取, 合并萃取液并用饱和的氯化钠进行洗涤(3次),干燥(Na_2SO_4)后, 进行浓缩而得到无色的固体。将该固体溶于小体积的乙酸乙酯/ 乙醚(1:1) 中, 用一段短的硅胶柱进行过滤而得到无色固态的苯并噻嗪(10.09g,74%)。

($\text{CDCl}_3/\text{DMSO}$) δ 10.43
(brs, 1H); 6.68 and 6.63, (2 x s, 2H); 4.20
(brs, 2H); 3.35 (s, 2H)。

(iii) 3- 氧- 8-亚磺酰氨基-6- 三氟甲基-3,4- 二氢-2H-1,4- 苯并噻嗪

将亚硝酸钠(1.41g,20.5 mmole)溶于水(5ml) 而获得的溶液在5

分钟之内滴加到冷却了的($-5\text{ }^{\circ}\text{C}$)由苯并噻嗪胺(5.04g , 20.30 mmole)溶于浓盐酸(20ml)及乙酸(6ml)而形成的溶液中。

搅拌15分钟之后,将棕黄色的重氮盐溶液加入到经搅拌的由氯化亚铜(200mg)溶于乙酸(40ml),并为二氧化硫饱和的而形成的溶液中,上述步骤均在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行。5分钟后撤去冰浴,使溶液回升至室温随后另行搅拌90分钟。将该透明的绿色的反应混合液倾入冰水中,用乙酸乙酯进行萃取,用饱和氯化钠洗涤(3次),干燥(Na_2SO_4)后进行浓缩,得到淡棕色的固态的磺酰氯。

$^1\text{H}(\text{CDCl}_3)$ δ 10.78 (brs, 1H); 8.07 (d, $J=1.5\text{Hz}$, 1H); 7.52 (d, $J=1.5\text{ Hz}$, 1H); 3.58 (s, 2H).

将该磺酰氯溶解于冷却至 $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的二氯甲烷中(100ml),然后在该溶液中通入干的氨气15分钟。撤去冷浴装置,在室温下溶液搅拌过夜,蒸发除去过量的氨气。随后蒸发溶剂,将得到的固态残留物溶解在乙酸乙酯中,连续用水(1次)及饱和的氯化钠(3次)进行洗涤,干燥(Na_2SO_4)后进行浓缩而得到褐色的固体。将粗制的固体悬浮于沸腾的醚中,过滤而获得无色固态的磺酰氨(4.16g , 66%)。

$^1\text{H}(\text{CDCl}_3/\text{DMSO})$ 11.01 (s, 1H); 7.85 (d, $J=1.5\text{ Hz}$, 1H); 7.44 (d, $J=1.5\text{ Hz}$, 1H); 7.26, (s 2H); 3.41 (s, 2H).

(iv) N-[(4-甲氧基-6-甲基嘧啶-2-基)氨基羰基]-6-三氟甲基-3,4-二氢-2H-1,4苯并噻嗪-3-(4H)-酮-8-磺酰胺(11)

将(4-甲氧基-6-甲基嘧啶-2-基)氨基苯基氨基甲酸酯(0.32g),

1.23 mmole) 加入到冷却的由第iii 部分的苯基噻嗪磺酰氨及1,8-重氮二环[5,4,0] 十一-7- 烯(0.19g,1.23 mmole)溶于无水1,4-二恶烷(10ml) 而形成的溶液中。使该溶液回升至室温并搅拌过夜。将得到的悬浮液用醚稀释并过滤,得到无色的固体(0.65g)。将该固体溶解于碳酸钠水溶液中,随后用柠檬酸水溶液酸化至 pH4。过滤所获的固体,用冷水洗涤,干燥而得到磺酰脲化合物第79号,为紧密的无色粉末(0.17g,32%)。

$^1\text{H}(\text{DMSO})$ 14.13 (brs, 1H); 11.05
and 10.83 (2 x s, 2H); 7.88 and 7.51 (2 x s,
2H); 6.59 (s, 1H); 3.95, (s, 3H); 3.53 (s,
2H); 2.41 (s, 3H).

实施例5

通过将相应的苯并恶嗪酮磺酰氨与2-氨基杂环化合物进行偶联而分别制得化合物第1,3,26,31,32,36,37,38,39,41,45,46,49,57,115,140,147,150,151,172,181,182,183,192,193,200,204,和239。偶联时可以一般地采用实施例1 中部份(vii) 及(viii)或实施例4 中部份(iv)中所描述的条件。各种取代的苯并恶嗪酮-8- 磺酰氨可以用相应的取代苯酚并可在如实施例1 中部份(i) 至(vi)中及实施例2 的部份(i) 至(v) 所描述的反应制得。

这些化合物的 ^1H NMR谱数据如实施例10中的表2 所示。

实施例6

通过将各种苯并恶嗪-3- 硫酮或噻嗪-3- 硫酮的磺酰胺与合适的2-氨基杂环化合物进行偶联而制得化合物第28,40,169,174 及208 号。

各种硫代酰胺是在与实施例3 中部份(i) 及(ii)中所描述的相似

的反应条件下制备的。

这些磺酰脲化合物的各个¹H NMR谱数据列于实施例10中的表2中。

实施例7

从各种相应的氯代二硝基苯出发，采用与实施例4中部份(i)至(iv)中给出的一般的反应条件相似的步骤而分别制得化合物第65,66,74,78,80,148,154,175,201,205,207,208,226及227号。

通过各种技术对这些化合物进行确认，包括采用薄层层析、红外光谱及核磁共振谱。

¹H NMR谱的数据如实施例10中的表2所示。

实施例8

苯噻嗪-S-氧化物的制备

将3-氯代过氧苯甲酸(90%、82mg、0.43mmole)加入到冷却了(10℃)的经搅拌的由磺酰脲化合物第65号(160mg,0.39mmole)溶于1,4-二恶烷(50ml)的溶液中。将冷浴装置除去后，另行连续搅拌5分钟。减压去除溶剂，用2体积的乙酸乙酯(2ml)对油状的残留物进行研磨，在所得的悬浮液中加入乙醚(20ml)。过滤该悬浮液，用乙醚进行洗涤，干燥后得到无色的固态的亚砷类化合物第84号(137mg,82%)。

化合物第113、156、178及202号，分别由相应的苯噻嗪磺酰脲起始物通过上述的方法制得。

这些化合物各自的¹H NMR谱数据均由实施例10中的表2所示出。

实施例9

苯噻嗪- S， S- 双氧化物的制备

用3-氯代过氧苯甲酸 (90%, 191mg, 0.99 mmole) 的二恶烷 (50ml) 溶液对苯噻嗪磺酰脲，化合物第65号 (185mg, 0.45 mmole) 进行处理，如前所述，区别之处在于该溶液在蒸汽浴上加热1.5 小时，从而导致砷的分离—化合物第98号 (126mg, 63%), 为无色固体。该¹H NMR 谱的数据记录于实施例10中的表2 中。

表 2

10	化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
15	1	2.4(s,6H); 4.5(s,2H); 7.0(s,1H) 6.8-7.5 (m,3H)
15	3	3.9(s,6H); 4.5(s,2H); 5.9(s,1H); 7.0-7.6(m,3H); 8.2(s,1H); 10.3(bs,1H) 11.0(bs,1H)
	7	4.7(s,2H); 6.9-7.7(5H,m); 11.0(s,1H)
20	25	(CDCl ₃) 2.4(s,3H); 3.3(s,3H); 3.9 (s,3H); 4.6(s,2H); 6.3(s,1H); 7.1-7.4(m,2H); 7.7-7.9(m,1H)
25	26	(CDCl ₃) 3.4(s,3H); 4.0(s,6H); 4.6 (s,2H); 5.8(s,1H); 7.1-7.3(m,2H); 7.5 (s,1H); 7.7-7.8(m,1H); 12.8(s,1H)
25	28	(CDCl ₃) 3.8(s,3H); 3.9(s,6H); 4.9 (s,2H); 5.8(s,1H); 7.1-7.5(m,3H); 7.8 (dd,1H); 12.8(s,1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	31 2.37(s,3H); 3.91(s,3H); 4.57(s,2H); 6.54(s,1H); 7.1(m,2H); 10.57(s,1H); 11.09(s,1H); 13.49(bs,1H) 32 3.97(s,6H); 4.61(s,2H); 5.89(s,1H); 7.14(m,2H); exchangeable protons not observed
10	36 3.26(s,3H); 3.90(s,6H); 4.66(s,2H); 6.01(s,1H); 7.39(m,2H); 7.46(s,1H); 10.57(s,1H); 12.93(s,1H)
15	37 2.33(s,3H); 3.23(s,3H); 3.87(s,3H); 4.61(s,2H); 6.45(s,1H); 7.31(m,2H); 7.31(s,1H); 10.00(s,1H) 38 2.41(s,3H); 3.94(s,3H); 4.61(s,2H); 6.58(s,1H); 7.12(d,1H); 7.36(d,1H); 10.5(bs,1H); 11.1(bs,1H); 13.2(bs,1H)
20	39 3.92(s,6H); 4.59(s,2H); 5.95(s,1H); 7.11(d,1H); 7.34(d,1H); 10.4(s,1H); 11.0(s,1H); 12.9(bs,1H)
25	40 d₆ 丙酮 4.04(s,3H); 4.99(s,2H); 6.68(s,1H); 7.43(d,1H); 7.58(d,1H); 9.6(bs,1H) 未察觉其它可交换性

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5 41	d ₆ acetone 4.04(s,3H); 4.71(s,2H); 6.66(s,1H); 7.2(d,1H); 7.46(d,1H); 9.6(bs,1H); 10.0(bs,1H); one exchangeable not observed;
10 45	2.30(s,3H); 2.44(s,3H); 3.94(s,3H); 4.40(s,2H); 6.30(s,1H); 6.94(s,1H); 7.33(s,1H); 9.6(s,1H); 10.7(bs,1H); 13.1(bs,1H)
46	2.30(s,3H); 3.89(s,6H); 4.44(s,2H); 5.95(s,1H); 6.95(s,1H); 7.34(s,1H); 9.5(bs,1H); 10.6(s,1H); 12.8(bs,1H)
15 49	1.23(s,9H); 2.34(s,3H); 3.93(s,3H); 4.50(s,2H); 6.45(s,1H); 6.89(s,2H); 9.23(bs,1H); 10.53(s,1H); 11.13(s,1H)
20 57	2.2(s,3H); 2.4(s,3H); 3.89(s,6H); 4.4(s,2H); 5.96(s,1H); 6.93(s,1H); 10.1(bs,1H); 10.7(bs,1H); 12.5(bs,1H)
65	2.39(s,3H); 3.40(s,2H); 3.93(s,3H); 6.55(s,1H); 7.2-7.8(m,3H); 10.59(s,1H); 10.86(s,1H); 13.67(bs,1H)
25 66	3.37(s,2H); 3.97(s,6H); 6.03(s,1H); 7.0-7.44(m,3H); 10.46(s,1H); 10.74(s,1H); 12.74(bs,1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	74 2.4(s,3H); 3.4(s,2H); 3.9(s,3H); 6.5(s,1H); 7.4-7.7(m,3H); 10.2(bs,1H); 12.8(bs,1H)
	78 2.4(s,3H); 3.5(s,2H); 3.9(s,3H); 7.3(d,J=2.1Hz, 1H); 7.6(d,1H) 10.9(bs,2H); 12.5(bs,1H)
10	80 2.4(s,3H); 3.4(s,5H); 3.9(s,3H); 6.5(s,1H); 7.6(d,1H); 7.7(d,1H); 10.6(bs,1H); 11.1(bs,1H)
15	84 2.41(s,1H); 3.93(s,3H); 4.17(s,2H); 6.58(s,1H); 7.0-7.9(m,3H); 10.7(s,1H); 11.2(s,1H); 14.0(bs,1H)
	98 2.38(s,3H); 3.94(s,3H); 4.83(s,2H); 6.53(s,1H); 7.10-7.95(m,3H); 10.61(s,1H); 11.42(s,1H); 13.5(bs,1H)
20	113 2.45(s,6H); 4.22(s,2H); 7.07(s,1H); 7.47(d,1H); 7.69(d,1H); 10.9(bs,1H); 11.3(bs,1H); 13.0(bs,1H)
	114 2.40(s,6H); 3.42(s,2H); 6.99(s,1H); 7.26(d,1H); 7.62(d,1H); 10.6(s,1H); 10.93(s,1H); 13.88(bs,1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	115 2.5(s,3H); 4.0(s,3H); 4.6(s,2H); 6.9-7.5(m,3H); 10.8(s,1H); 11.0(s,1H); 12.5(s,1H)
	140 2.5(s,3H); 3.3(s,3H); 4.0(s,3H); 4.7(s,2H); 6.9-7.7(m,3H); 10.9(s,1H); 12.6(s,1H)
10	147 2.5(s,3H); 3.9(s,3H); 4.6(s,2H); 7.1(d,1H); 7.3(d,1H); 9.2(bs,1H); 11.0(bs,1H); 13.0(bs,1H)
	148 2.4(s,3H); 3.5(s,2H); 3.9(s,3H); 7.3(d,1H); 7.6(d,1H); 11.0(bs,1H); 未察觉其它可交换性
15	150 1.3(d,J=6Hz,3H); 2.4(s,3H); 3.9(s,3H); 4.7(q,1H); 6.6(s,1H); 6.9-7.6(m,3H); 10.5(s,1H); 10.9(s,1H); 13.2(s,1H)
20	151 1.3(d,J=6Hz,3H); 3.8(s,6H); 4.7(q,1H); 5.7(s,1H); 6.9-7.6(m,3H); 9.1(s,1H); 10.8(s,1H); 12.9(s,1H)
25	154 1.0(d,J=7Hz,3H); 2.5(s,3H); 3.5(q,1H); 3.9(s,3H); 6.5(s,1H); 7.2-7.8(m,3H); 10.5(s,1H); 10.9(bs,1H); 13.7(bs,1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	156 1.0 and 1.1 (2d, J=7Hz, 3H); 2.3(s, 3H); 4.0(s, 3H); 4.1(q, 1H); 6.5(s, 1H); 7.3-7.7(m, 3H); 11.1(bs, 1H); 未察觉其它可交换性
10	159 d6 丙酮 1.7(s, 6H); 2.5(s, 3H); 4.0(s, 3H); 6.5(s, 1H); 7.0-7.8(m, 3H); 10.2(s, 1H); 10.8(s, 1H); 13.2(s, 1H)
	160 d6 acetone 1.7(2, 6H); 4.0(s, 6H); 5.9(s, 1H); 6.9-7.7(m, 3H); 10.2(s, 1H); 10.7(s, 1H); 12.9(s, 1H)
15	162 d6 丙酮 2.2(s, 3H); 3.9(s, 3H); 5.8(s, 1H); 6.3(s, 1H); 7.0-7.8(m, 8H); 9.0(s, 1H); 10.2(s, 1H); 13.1(s, 1H)
20	169 1.5(d, J=6Hz, 3H); 2.5(s, 3H); 4.0(s, 3H); 5.1(q, 1H); 6.5(s, 1H); 6.9-7.9(m, 3H); 9.3(s, 1H); 11.7(s, 1H); 13.3(s, 1H)
	172 1.4(d, J=6Hz, 3H); 2.4(s, 3H); 3.4(s, 3H); 3.9(s, 3H); 4.7(q, 1H); 6.5(s, 1H); 7.0-7.8(m, 3H); 9.2(s, 1H); 13.2(s, 1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	174 1.4(d, J=6Hz, 3H); 2.5(s, 3H); 3.9(s, 3H); 4.0(s, 3H); 5.2(q, 1H); 6.5(s, 1H); 7.1-7.9(m, 3H); 9.3(bs, 1H); 13.3(bs, 1H)
10	175 1.0(d, J=7Hz, 3H); 2.3(s, 3H); 3.3(s, 3H); 3.5(q, 1H); 3.9(s, 3H); 6.5(s, 1H); 7.5-7.8(m, 3H); 10.6(bs, 1H); 13.7(bs, 1H)
15	177 d6 丙酮 1.4(d, J=6Hz, 3H); 2.5(s, 3H); 4.0(s, 3H); 4.6(m, 2H); 4.9(q, J=6Hz, 1H); 5.0-5.4(m, 2H); 5.7-6.2(m, 1H); 5.9(s, 1H); 7.0-7.9(m, 3H); 9.3(s, 1H); 13.3(s, 1H)
20	178 1.0 及 1.2 (2xd, total 3H); 2.4(s, 3H); 3.4(s, 3H); 3.9(s, 3H); 4.1(q, 1H); 6.5(s, 1H); 7.7(m, 3H); 10.6(bs, 1H) 13.0(bs, 1H)
	181 1.26(d, J=7Hz, 3H); 2.37(s, 3H); 3.93(s, 3H); 4.74(q, 1H); 6.54(s, 1H); 7.1(m, 2H); 11.04(bs, 1H); other 未察觉其它可交换性
25	182 1.26(d, J=6Hz, 3H); 3.91(s, 6H); 4.77(q, 1H); 6.01(s, 1H); 7.1-7.8(m, 2H); 10.63(s, 1H); 11.1(s, 1H); 12.9(s, 1H)

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5 183	1.31(d, J=6Hz, 3H); 3.96(s, 3H); 4.81(q, 1H); 6.86(s, 1H); 7.1-7.8(m, 2H); 10.74(s, 1H), 11.1(s, 1H); 12.8(s, 1H)
10 188	丙酮 1.4(s, 6H); 2.5(s, 3H); 3.4(s, 3H); 4.0(s, 3H); 6.5(s, 1H); 7.1-7.8(m, 3H); 10.1(s, 1H); 13.2(s, 1H)
15 192	1.27(d, J=6Hz, 3H); 3.30(s, 3H); 3.89(s, 6H); 4.80(q, 1H); 6.01(s, 1H); 7.37(m, 2H); 10.6(bs, 1H); 12.8(bs, 1H)
15 193	1.31(d, J=6Hz, 3H); 2.36(s, 3H); 3.26(s, 3H); 3.90(s, 3H); 4.80(q, 1H); 6.56(s, 1H); 7.1-7.7(m, 2H); 10.63(s, 1H); 13.40(s, 1H)
20 200	1.28(d, J=6Hz, 3H); 3.98(s, 6H); 4.86(q, 1H); 6.0(s, 1H); 7.46(d, 1H); 7.56(d, 1H);

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5	201 1.0(d, J=7Hz, 3H); 2.3(s, 3H); 3.5(q, 1H) 3.9(s, 3H); 6.5(s, 1H); 7.3(d, 1H); 7.6(d, 1H); 10.7(bs, 1H); 11.0(bs, 1H); 12.8(bs, 1H)
10	202 1.01 and 1.48 (2d, J=7Hz, total 3H); 2.43(s, 3H); 3.96(s, 3H); 4.19(m, 1H); 6.64(s, 1H); 7.34(d, 1H); 7.63(d, 1H); 11.11(bs, 1H); 11.15(s, 1H); 14.1(bs, 1H)
15	204 1.28(d, J=6Hz, 3H); 3.32(s, 3H); 3.88(s, 6H); 4.86(q, 1H); 6.0(s, 1H); 7.46(d, 1H); 7.56(d, 1H); 10.5(bs, 1H); 12.8(bs, 1H)
20	205 1.1(d, J=8Hz, 3H); 2.4(s, 3H); 3.4(s, 3H); 3.5(q, 1H); 3.9(s, 3H); 6.5(s, 1H); 7.6(d, 1H); 7.7(d, 1H); 10.6(bs, 1H); 14.0(bs, 1H)
	207 1.17(d, J=7Hz, 3H); 2.46(s, 3H); 3.60(m, 1H); 4.00(s, 3H); 6.57(s, 1H); 7.54(s, 1H); 7.89(s, 1H); 10.80(s, 1H); 11.1(s, 1H); 13.0(bs, 1H)
25	208 1.22(d, J=7Hz, 3H); 2.37(s, 3H); 3.95(s, 3H); 6.34(s, 1H); 8.06(s, 2H); 11.0(bs, 1H) 未察觉其它可交换性

表 2 (续)

化合物号	质子化学转移(ppm) (d ₆ DMSO)
5 226	未记录。 中间磺酰胺前体谱: 2.57(t, J=7Hz, 2H); 3.54(t, 2H); 7.29(bs, 2H); 7.54(s, 1h); 8.09(s, 1H); 10.03(s, 1H)
10 227	磺酰脲未记录。 中间磺酰胺前体谱: spectrum: 2.60(t, J=7Hz, 2H); 3.14(s, 3H); 3.57(t, J=7Hz, 2H); 7.20(s, 2H); 7.54(s, 1H); 8.09(s, 1H)
15 239	2.0(bm, 2H); 2.21(s, 3H); 2.37(s, 3H); 2.46(s, 3H); 2.8(bm, 4H); 4.36(s, 2H); 6.93(s, 1H); 10.3(s, 1H); 10.8(s, 1H); 13.1(s, 1H)

实施例11

该非限定性的实施例描述本发明化合物的配方的制备方法。

a)可乳化的浓缩物

化合物第36号溶于含有7%v/v “Feric” N13及3%v/v “Kemmat” S C15 B的甲苯/ DM S O中，制成可转化的浓缩物，当用水稀释成所需的浓度，以得到水质乳浊液，以喷洒应用（其中“Feric”为商标，“Feric” N13为壬基酚经乙氧基化的产品；“Kemmat”为商标，“Kemmat” S C15 B为十二烷基苯磺酸钙的配方）

b)水质悬浮液

将化合物第36号（五份重量份）及“Dyapol” P T（一份重量）加入到“Feric” N8 的2%水溶液（九十四份重量），将该混合物用球磨制成稳定的水质悬浮液，可用水稀释至所需的浓度，制成用于喷洒施用的水质悬浮液。（其中“Dyapol”为商标，“Dyapol” P T为阴离子悬浮剂，“Feric” N8 为壬基酚的乙氧基化产物）

c)可乳化的浓缩物

将化合物第36号（重量比为十份）、“Feric” N13（五份重量）及“Kemmat” S C15 B（五份重量）溶解于“Solvesso” 150（重量比为八十份）得到可乳化的浓缩物，当用水稀释成所需的浓度时，制成含水的可用于喷洒施用的含水乳化液。（其中“Solvesso”为商标，“Solvesso” 150 为一种高沸点芳香石油馏份）。

d.可分散的粉末

将化合物第1 号（十份重量）“Matexil” D A/ A C、（三份重量）“Aerosol” O T/ B（一份重量）及中国粘土298 号（为八十六份重量）相混合，随后磨制成为颗粒度小于50微米的粉末组成物。（其中“Matexil”为商标，“Matexil” D A/ A C为萘磺酸/ 甲

醛缩合物；“Aerosol”为商标，“Aerosol”OT/B为硫代琥珀酸钠的二辛酯的配方)

e. 粉尘剂粉末

将化合物第1号(十份重量)美国白土(attapulgate)(十份重量)及叶蜡石(重量比为八十份)彻底相混和,并用锤磨机研磨成颗粒小于200 微米的粉末。

本发明的化合物的可乳化浓缩物及/或悬浮液配方主要是按照上述的第a)、b)、或c)部份进行的,随后用水稀释,可任意地含有表面活性剂及/或油类,制得所需浓度的含水组成物。如实施例12及13所述,这些化合物被用于评价其发芽前使用及发芽后使用的除草活性。

实施例12

如实施例11所述方法形成的本发明的化合物的发芽前使用(Pre-emergent)除草活性,用以下的步骤加以测定:

将测试物种的种子埋入箱子内土壤中二厘米深度,使成一排。将单子叶植物与双子叶植物分别播种于不同的箱子中,随后喷洒所需数量的本发明的组成物。另备有两个同样的种子箱,以相同方式制成,但不喷洒本发明的组成物,以用作对照。比较所有的箱子均被置于一个玻璃房内,用喷壶灌湿以利萌芽,此后,进行辅助一灌溉以求最利于植物生长。三周之后,将这些箱子自玻璃房内搬出,用肉眼评测处理的效果。结果如表3所示,植物生长受损率范围由0至5,其中0表示0至10%受损,1表示11至30%受损,2表示31至60%受损,3表示61至80%受损,4表示81至99%受损,而5表示100%杀死。横线(-)表示未进行实验。

试验植物的名称如实施例13中表示。

表 3

Pre-emergent Herbicidal Activity

5	化合 物号	应用量 kg/ha	试验植物								
			Wh	Jm	Rg	Ot	B	sf	Ip	Ms	P
10	2	0.4	1	0	2	0	0	5	5	3	3
	2	0.1	-	-	-	-	-	5	2	2	3
	3	0.1	1	4	4	0	0	4	-	-	5
	25	0.4	4	0	4	4	4	1	1	4	2
	26	0.4	4	0	5	4	4	4	2	4	3
	26	0.1	-	-	-	-	-	4	3	4	5
	27	0.4	3	0	1	1	2	1	2	2	5
15	28	0.4	3	1	2	2	3	3	3	1	2
	31	0.4	0	-	0	0	0	3	5	2	2
	36	0.4	4	2	2	3	2	4	0	0	0
	37	0.4	4	0	4	4	4	2	3	4	3
	38	0.4	1	1	3	1	0	3	5	5	5
	39	0.4	2	3	3	3	3	1	5	5	3
	45	0.4	4	4	4	3	2	3	2	4	4
20	65	0.4	4	2	3	2	0	4	5	0	1
	113	0.4	0	0	0	0	0	2	5	4	1
	115										
	150	0.4	4	2	4	2	3	3	3	4	5
	150	0.1	-	-	-	-	-	2	3	3	5
	151	0.4	4	4	4	3	3	3	2	3	4
	169	0.4	4	3	3	3	3	3	2	3	5
25	172	0.4	4	2	4	3	3	1	1	3	4
	174	0.4	3	2	2	2	3	0	2	2	2
	182	0.4	4	4	4	3	3	3	2	3	2
	193	0.4	4	0	3	3	3	1	1	2	1
	204	0.4	2	2	2	2	3	1	1	1	0

实施例13

如实施例所述的方法配制的本发明的化合物的发芽后(Post-emergent) 除草活性的测试如下所示:

将测试物种的种子埋入箱子内土壤中二厘米深度, 使成一排。将单子叶植物与双子叶植物分别播种于不同的箱子中(每种用两只箱子做双重试验)。将四个箱子置于玻璃房内, 用喷壶灌湿以利萌芽, 此后, 用辅助灌溉以求最佳植物生长。当这些植物生长至大约10至12.5厘米的高度时, 将单子叶及双子叶植物箱子各取一只箱子移出玻璃房, 并洒上所需数量的本发明的组成物。洒药之后将箱子搬回玻璃房内, 继续放置三周之后用肉眼对照未处理的对比以评测处理的效果。结果如表4 所示, 植物生长受损率范围由0 至5, 其中0 表示0 至10% 受损, 1 表示11至30% 受损, 2表示31至60% 受损, 3表示61至80% 受损, 4表示81至99% 受损, 而5 表示100%杀死。横线(-) 表示未进行实验。

测试植物的名称如下所示:

Wh	小麦
Ot	野燕麦
Rg	黑麦草
Jm	日本狗尾草
B	大麦
P	豌豆
Ip	药薯
Ms	芥末
Sf	向日葵

表 4

发芽前除草活性

5	化合物号	应用量 kg/ha	试验植物								
			Wh	Jm	Rg	Ot	B	sf	Ip	Ms	P
10	1	0.4	2	1	1	3	3	1	2	5	3
	2	0.4	3	4	4	3	4	4	5	5	4
	2	0.1	-	-	-	-	-	4	4	5	4
	2	0.025	-	-	-	-	-	3	3	5	3
	3	0.4	3	-	4	3	3	4	3	4	3
	3	0.1	0	0	0	0	1	4	1	4	2
	3	0.025	-	-	-	-	-	2	0	2	2
15	28	0.4	1	0	1	1	1	4	1	1	3
	31	0.4	3	2	2	3	2	4	3	4	3
	31	0.1	-	-	-	-	-	4	3	4	2
	32	0.4	2	2	3	4	3	4	2	3	3
	36	0.4	4	0	3	4	4	5	-	3	4
	37	0.4	4	0	3	5	4	5	3	4	3
	46	0.4	4	4	3	4	4	3	5	4	4
20	46	0.1	-	-	-	-	-	3	4	3	3
	57	0.4	3	3	0	3	4	0	4	2	3
	65	0.4	4	1	5	5	4	5	-	5	5
	65	0.1	-	-	-	-	-	5	4	5	3
	66	0.4	4	1	3	4	3	5	-	5	5
	66	0.1	-	-	-	-	-	5	0	4	4
	80	0.4	3	0	0	3	2	3	0	1	3
30	84	0.4	3	-	3	3	2	2	1	3	2
	98	0.4	0	-	3	0	2	2	0	1	2
	150	0.4	1	1	0	2	2	4	3	2	1
	151	0.4	3	2	2	2	2	4	3	2	2
	169	0.4	2	2	2	2	2	4	2	2	3
	172	0.4	2	2	1	3	2	3	2	1	1

表 4(续)

发芽前除草活性

5	化合 物号	应用量 kg/ha	试验植物								
			Wh	Jm	Rg	Ot	B	sf	Ip	Ms	P
10	174	0.4	2	2	2	3	2	3	2	2	2
	193	0.4	3	2	3	3	3	4	3	3	2
	201	0.4	2	0	0	4	3	4	0	4	3
	202	0.4	1	0	0	0	1	2	3	0	1
	204	0.4	3	0	1	3	2	3	5	2	2
	205	0.4	3	3	1	3	3	3	-	2	3
	208	0.4	0	0	0	0	1	3	2	2	1

实施例14

将相应数量的化合物与5ml 乳化液相混合而进行配制，以用于测试，而所述的乳化液是通过将160ml 的每升含21.9g “Span” 80及78.2g “Tween” 20的甲基环己酮溶液用水稀释至500ml 而配成。

“Span” 80为一种表面活性剂的商标，包括脱水山梨糖醇单月桂酸酯“Tween” 20为表面活性剂的商标，包括脱水山梨醇单月桂酸酯与20摩尔比例环氧己烷的缩合物。将每5ml 含有一种测试化合物的乳化液用水稀释至40ml，然后喷洒于幼小的盆栽植物上作发芽后测试，这些物种的名称如以下的表5 所示。14天之后测出植物的受损程度在0至5 的范围内，其中0 为0 至20% 受损率，5为完全杀死。

杂草受损的程度通过对比未处理对照植物而测试。结果列于以下的表5 。横线(-) 表示未进行实验。

测试植物的名称如下所示：

Sb	Sugar Beet	甜菜
Rp	Oilseed Rape	菜籽油菜
Ct	Cotton	棉花
Sy	Soya Bean	大豆
Mz	Maize	玉米
Ww	Winter wheat	冬麦
Rc	Rice	稻
Bd	Bidens Pilosa	三叶鬼针草
Ip	Ipomea	药薯
Am	Amaranthus retroflexus	西风古
Pi	Polygonum	蓼
Ca	Chenopodium album	藜
Ga	Galium aparine	猪殃殃

Xs	<i>Xanthium spinosum</i>	刺苍耳
Ab	<i>Abutilon theophrasti</i>	苘麻
Co	<i>Cassia obtusifolia</i>	山扁豆
Av	<i>Avena fatua</i>	野燕麦
Dg	<i>Digitaria sanguinalis</i>	马唐
Al	<i>Alopecurus myosuroides</i>	鼠尾看麦娘
St	<i>Setaria viridis</i>	狗尾草
Ec	<i>Echinochloa crus-galli</i>	稗子
Sh	<i>Sorghum halepense</i>	阿拉伯高粱
Ag	<i>Aquopyron repens</i>	藜芦冰草
Cn	<i>Cyperus rotundus</i>	莎草

表 5
发芽前除草活性

5	化合物号	2	2	3	3	25	26	27	28	38	41	45	78	140	151
	利用率 g/ha	125	25	25	5	25	25	125	125	25	125	25	125	125	18
10	试验植物														
	Sb	4	3	4	3	4	4	4	3	1	-	2	0	2	2
15	Rp	5	5	4	3	4	4	4	4	4	-	3	4	1	4
	Ct	1	1	3	2	3	3	0	1	1	-	2	0	1	3
	Sy	3	3	3	3	3	3	2	2	3	-	4	3	2	3
	Mz	4	4	3	3	3	3	3	3	2	-	3	3	2	3
	Ww	3	3	3	2	3	3	4	4	3	-	3	2	4	3
20	Rc	3	3	3	1	2	2	1	2	1	-	2	0	0	2
	Bd	4	4	3	3	3	4	1	4	3	-	3	4	1	4
	Ip	4	1	1	0	2	2	1	1	2	2	3	0	0	3
	Am	4	3	5	3	4	4	4	5	3	-	3	3	1	3
	Pi	1	1	4	1	1	3	1	3	1	0	3	2	0	2
25	Ca	4	4	3	1	3	3	3	2	2	1	3	2	0	2
	Ga	-	-	4	3	3	4	3	3	3	2	3	2	0	4
	Xs	4	3	4	2	2	1	2	2	2	1	2	4	0	4
	Ab	4	3	3	2	3	3	2	3	3	2	3	2	0	3
	Co	3	3	3	2	2	4	3	2	3	0	2	2	2	3
30	Av	4	3	3	2	4	3	3	4	4	3	3	3	1	4
	Dg	3	3	3	1	2	1	1	1	2	-	3	2	1	3
	Al	4	4	3	2	4	3	4	4	3	1	3	1	3	3
	St	4	3	4	2	3	3	1	3	1	2	2	0	1	3
	Ec	4	4	3	1	3	1	3	2	3	-	4	3	0	4
35	Sh	4	4	3	3	4	4	3	4	3	4	3	3	1	4
	Ag	3	2	2	2	2	3	3	4	2	-	3	1	1	3
	Cn	3	2	3	3	2	2	1	2	1	0	2	1	1	2

表 5 (续)

	化合 物号	169	169	174	181	182	182	192	192	204	200
	利用率 g/ha	125	25	125	25	25	5	125	500	125	125
5	试验植物										
	Sb	3	3	3	4	1	0	0	0	1	0
	Rp	4	3	3	4	4	2	4	3	4	3
	Ct	3	2	2	3	3	1	1	1	1	1
	Sy	3	3	2	2	3	1	3	2	3	3
10	Mz	3	3	3	2	2	3	3	2	3	3
	Ww	4	3	3	3	3	3	3	2	3	3
	Rc	3	3	2	0	2	2	2	1	2	2
	Bd	4	4	4	3	3	2	3	2	3	3
	Ip	3	3	3	3	2	2	3	2	2	3
15	Am	4	3	3	3	4	2	4	3	3	4
	Pi	3	2	3	2	3	2	3	3	3	3
	Ca	3	2	3	3	1	0	2	1	2	2
	Ga	4	3	3	3	3	2	3	3	3	3
	Xs	4	4	2	2	3	1	3	2	2	3
20	Ab	4	3	2	3	3	1	2	2	1	3
	Co	3	2	2	2	2	1	3	1	1	2
	Av	4	2	3	3	4	3	3	4	3	3
	Dg	4	3	3	2	2	2	2	3	1	1
	Al	4	3	3	3	4	3	3	4	3	3
25	St	3	2	2	1	2	1	3	3	3	1
	Ec	3	3	3	3	4	2	4	3	4	3
	Sh	4	3	3	2	3	2	3	2	4	3
	Ag	3	3	3	2	3	3	3	2	3	3
	Cn	3	2	2	0	3	0	3	2	1	3
30											