



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108378043 A

(43)申请公布日 2018.08.10

(21)申请号 201810256281.5

A01P 13/00(2006.01)

(22)申请日 2018.03.27

(71)申请人 安徽圣丰生化有限公司

地址 231602 安徽省合肥市肥东县撮镇镇
合肥循环经济示范园四顶山路西侧

(72)发明人 李冰清 李玉洁

(74)专利代理机构 合肥律通专利代理事务所
(普通合伙) 34140

代理人 郑松林

(51)Int.Cl.

A01N 43/76(2006.01)

A01N 43/42(2006.01)

A01N 39/04(2006.01)

A01N 43/54(2006.01)

A01N 47/36(2006.01)

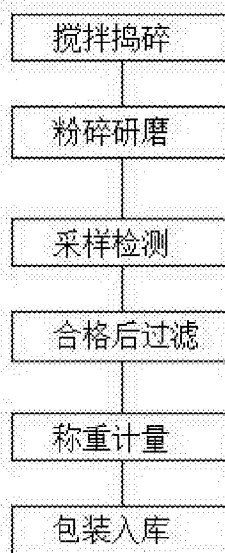
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂
组合物

(57)摘要

本发明公开了一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,包括搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库,制备方法科学合理,易操作,便于提高生产效率,生产成本低,同时环保无污染,噁唑酰草胺具有高效、低毒、环保,并且噁唑酰草胺几乎是靠茎叶吸收,所以对水没什么要求,有水无水均可,二氯喹啉酸可较好的除去稗草,千金子等禾本科杂草,十分环保。



1. 一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于: 配方由噁唑酰草胺、二氯喹啉酸、氰氟草酯、双草醚、氯吡嘧磺隆、吡嘧磺隆和嘧啶肟草醚, 所述配方由以下重量份原料制成: 噁唑酰草胺5-10份、二氯喹啉酸8-10份、氰氟草酯5-15份、双草醚10-15份、氯吡嘧磺隆1-5份、吡嘧磺隆6-10份和嘧啶肟草醚6-10份。

2. 根据权利要求1所述的一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于, 所述噁唑酰草胺在除草剂组合物内的有效成分用量 $20 \sim 40 \text{g/hm}^2$, 其的制备方法为1): 以(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯为原料, 在碱性条件下水解生成(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸, 合成(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸的较佳条件为: (R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯与氢氧化钠的摩尔比为1:2.35, 40°C 反应5小时, 产品纯度98.2%, 收率96.5%,

$^1\text{H NMR}$ 、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸; 2): 以6-氯-2-巯基苯并噁唑和双(三氯甲基)碳酸酯为原料, N,N-二甲基甲酰胺作为催化剂, 合成了2,6-二氯苯并噁唑, 双(三氯甲基)碳酸酯与6-氯-2-巯基苯并噁唑的摩尔比为1.2:3.0, 110°C 反应2小时, 产品纯度98.3%, 收率96.1%, $^1\text{H NMR}$ 、LC/MS、IR谱确证产品为2,6-二氯苯并噁唑; 3): 以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸和2,6-二氯苯并噁唑为原料, 氢氧化钠和四丁基溴化铵作为催化剂, 合成了(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸, (R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸与2,6-二氯苯并噁唑的摩尔比为1:1.25, 50°C 反应3小时, 产品纯度98.2%, 收率97.5%, $^1\text{H NMR}$ 、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸; 4): (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸和乙二酰氯反应制的(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酰氯, 再在三乙胺的催化下, 同N-甲基-2-氟苯胺反应合成了(R)-2-{(4-氯-1,3-苯并恶唑-2-基氧)苯氧基}-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺, 即噁唑酰草胺, (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸, 乙二酰氯, N-甲基-2-氟苯胺及三乙胺的摩尔比为1:2.5:1:1.3; 酰化反应温度为 40°C , 反应时间2小时, 酰胺化反应温度为 $10 \sim 40^\circ\text{C}$, 反应时间8小时, 粗产品纯度92.2%, 收率96.7%; 经重结晶后, 纯度99.1%, 收率90.0%,

$^1\text{H NMR}$ 、LC/MS、IR谱确证产品为噁唑酰草胺; 5): 以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸, 2,6-二氯苯并噁唑和N-甲基-2-氟苯胺为原料, 经三步反应合成噁唑酰草胺, 总收率为87.8%。

3. 根据权利要求1所述的一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于, 所述嘧啶肟草醚的制备方法为将2,6-二羟基苯甲酸(1)酰化得2,6-二乙酰基氧基苯甲酸(2), 随后, 经亚硫酰氯活化并与二苯甲酮肟(3)在低温下酯化, 产物在碳酸钾存在下以DMF为溶剂, 与4,6-二甲氧基-2-甲磺酰嘧啶反应即得最终产物嘧啶肟草醚。

4. 根据权利要求1所述的一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于, 所述包括如下步骤: 搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库。

5. 根据权利要求4所述的一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于, 所述取样检测通过药液采集器采集配制釜内药液, 并送到检验分析室进行检验分析。

6. 根据权利要求1所述的一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 其特征在于, 所述包装是通过自动包装机来进行。

一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及药物化合物技术领域,具体为一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物。

背景技术

[0002]

杂草是指生长在有害于人类生存和活动场地的植物,一般是非栽培的野生植物或对人类无碍用的植物,全世界广泛分布的杂草有30000种,每年约1800种对作物造成不同程度的危害,每年因杂草危害造成的农作物减产高达9.7%,除草剂是指可使杂草彻底地或选择地发生枯死的药剂,又称除莠剂,用以消灭或抑制植物生长的一类物质,常用的除草剂品种为有机化合物,可广泛用于防治农田、果园、花卉苗圃、草原及非耕地、铁路线、河道、水库、仓库等地杂草、杂灌、杂树等有害植物。

[0003] 但是目前市场上的除草剂组合物不仅结构复杂,而且功能单一,化学药剂的大量使用引发了一系列的问题,诸如除草剂抗性杂草植株的出现、土壤污染、水质的退化、以及对非杂草生物的危害等等。

发明内容

[0004] 本发明提供一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,可以有效解决上述背景技术中提出化学药剂的大量使用引发了一系列的问题,诸如除草剂抗性杂草植株的出现、土壤污染、水质的退化、以及对非杂草生物的危害等等的问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,配方由噁唑酰草胺、二氯喹啉酸、氰氟草酯、双草醚、氯吡嘧磺隆、吡嘧磺隆和嘧啶肟草醚,所述配方由以下重量份原料制成:噁唑酰草胺5-10份、二氯喹啉酸8-10份、氰氟草酯5-15份、双草醚10-15份、氯吡嘧磺隆1-5份、吡嘧磺隆吡嘧磺隆6-10份和嘧啶肟草醚6-10份。

[0006] 根据上述技术方案,所述噁唑酰草胺在除草剂组合物内的有效成分用量20~40g/hm²,其的制备方法为1):以(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯为原料,在碱性条件下水解生成(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,合成(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸的较佳条件为:(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯与氢氧化钠的摩尔比为1:2.35,40℃反应5小时,产品纯度98.2%,收率96.5%。¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸。

[0007] 2):以6-氯-2-巯基苯并噁唑和双(三氯甲基)碳酸酯为原料,N,N-二甲基甲酰胺作为催化剂,合成了2,6-二氯苯并噁唑,双(三氯甲基)碳酸酯与6-氯-2-巯基苯并噁唑的摩尔比为1.2:3.0,110℃反应2小时,产品纯度98.3%,收率96.1%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为2,6-二氯苯并噁唑。

[0008] 3):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸和2,6-二氯苯并噁唑为原料,氢氧化钠和四丁基溴化铵作为催化剂,合成了(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,(R)-2-(4-

羟基苯氧基)丙酸与2,6-二氯苯并噁唑的摩尔比为1:1.25,50℃反应3小时,产品纯度98.2%,收率97.5%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸。

[0009] 4): (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸和乙二酰氯反应制的(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酰氯,再在三乙胺的催化下,同N-甲基-2-氟苯胺反应合成了(R)-2-{(4-氯-1,3-苯并恶唑-2-基氧)苯氧基}-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺,即噁唑酰草胺,(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,乙二酰氯,N-甲基-2-氟苯胺及三乙胺的摩尔比为1:2.5:1:1.3;酰化反应温度为40℃,反应时间2小时,酰胺化反应温度为10~40℃,反应时间8小时,粗产品纯度92.2%,收率96.7%;经重结晶后,纯度99.1%,收率90.0%。¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为噁唑酰草胺。

[0010] 5):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,2,6-二氯苯并噁唑和N-甲基-2-氟苯胺为原料,经三步反应合成噁唑酰草胺,总收率为87.8%。

[0011] 根据上述技术方案,所述噁唑酰草胺的制备方法为将2,6-二羟基苯甲酸(1)酰化得2,6-二乙酰基氧基苯甲酸(2),随后,经亚硫酰氯活化并与二苯甲酮肟(3)在低温下酯化,产物在碳酸钾存在下以DMF为溶剂,与4,6-二甲氧基-2-甲磺酰噁唑啉反应即得最终产物噁唑酰草胺。

[0012] 根据上述技术方案,所述包括如下步骤:搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库。

[0013] 根据上述技术方案,所述取样检测通过药液采集器采集配制釜内药液,并送到检验分析室进行检验分析。

[0014] 根据上述技术方案,所述包装是通过自动包装机来进行。

[0015] 与现有技术相比,本发明的有益效果:制备方法科学合理,易操作,便于提高生产效率,生产成本低,同时环保无污染,噁唑酰草胺具有高效、低毒、环保,并且噁唑酰草胺几乎是靠茎叶吸收,所以对水没什么要求,有水无水均可,二氯喹啉酸可较好的除去稗草,千金子等禾本科杂草,十分环保。

附图说明

[0016] 附图用来提供对本发明的进一步理解,并且构成说明书的一部分,与本发明的实施例一起用于解释本发明,并不构成对本发明的限制。

[0017] 在附图中:

图1是本发明的制备流程图。

具体实施方式

[0018] 以下结合附图对本发明的优选实施例进行说明,应当理解,此处所描述的优选实施例仅用于说明和解释本发明,并不用于限定本发明。

[0019] 实施例1:如图1所示,本发明提供技术方案,一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,配方由噁唑酰草胺、二氯喹啉酸、氰氟草酯、双草醚、氯吡嘧磺隆、吡嘧磺隆和噁唑酰草胺,所述配方由以下重量份原料制成:噁唑酰草胺5份、二氯喹啉酸8份、氰氟草酯5份、双草醚10份、氯吡嘧磺隆1份、吡嘧磺隆8份和噁唑酰草胺6份。

[0020] 根据上述技术方案,所述噁唑酰草胺在除草剂组合物内的有效成分用量20~40g/hm²,其的制备方法为1):以(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯为原料,在碱性条件下水解生成(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,合成(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸的较佳条件为:(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯与氢氧化钠的摩尔比为1:2.35,40℃反应5小时,产品纯度98.2%,收率96.5%。¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸。

[0021] 2):以6-氯-2-巯基苯并噁唑和双(三氯甲基)碳酸酯为原料,N,N-二甲基甲酰胺作为催化剂,合成了2,6-二氯苯并噁唑,双(三氯甲基)碳酸酯与6-氯-2-巯基苯并噁唑的摩尔比为1.2:3.0,110℃反应2小时,产品纯度98.3%,收率96.1%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为2,6-二氯苯并噁唑。

[0022] 3):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸和2,6-二氯苯并噁唑为原料,氢氧化钠和四丁基溴化铵作为催化剂,合成了(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸与2,6-二氯苯并噁唑的摩尔比为1:1.25,50℃反应3小时,产品纯度98.2%,收率97.5%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸。

[0023] 4):(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸和乙二酰氯反应制的(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酰氯,再在三乙胺的催化下,同N-甲基-2-氟苯胺反应合成了(R)-2-{(4-氯-1,3-苯并恶唑-2-基氧)苯氧基}-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺,即噁唑酰草胺,(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,乙二酰氯,N-甲基-2-氟苯胺及三乙胺的摩尔比为1:2.5:1:1.3;酰化反应温度为40℃,反应时间2小时,酰胺化反应温度为10~40℃,反应时间8小时,粗产品纯度92.2%,收率96.7%;经重结晶后,纯度99.1%,收率90.0%。¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为噁唑酰草胺。

[0024] 5):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,2,6-二氯苯并噁唑和N-甲基-2-氟苯胺为原料,经三步反应合成噁唑酰草胺,总收率为87.8%。

[0025] 根据上述技术方案,所述嘧啶肟草醚的制备方法为将2,6-二羟基苯甲酸(1)酰化得2,6-二乙酰基氧基苯甲酸(2),随后,经亚硫酰氯活化并与二苯甲酮肟(3)在低温下酯化,产物在碳酸钾存在下以DMF为溶剂,与4,6-二甲氧基-2-甲磺酰嘧啶反应即得最终产物嘧啶肟草醚。

[0026] 根据上述技术方案,所述包括如下步骤:搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库。

[0027] 根据上述技术方案,所述取样检测通过药液采集器采集配制釜内药液,并送到检验分析室进行检验分析。

[0028] 根据上述技术方案,所述包装是通过自动包装机来进行。

[0029] 实施例2:如图1所示,本发明提供技术方案,一种含噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,配方由噁唑酰草胺、二氯喹啉酸、氰氟草酯、双草醚、氯吡嘧磺隆、吡嘧磺隆和嘧啶肟草醚,所述配方由以下重量份原料制成:噁唑酰草胺7份、二氯喹啉酸9份、氰氟草酯8份、双草醚13份、氯吡嘧磺隆4份、吡嘧磺隆9份和嘧啶肟草醚8份。

[0030] 根据上述技术方案,所述噁唑酰草胺在除草剂组合物内的有效成分用量20~40g/hm²,其的制备方法为1):以(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯为原料,在碱性条件下水解生成(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,合成(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸的较佳条件为:(R)-

2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯与氢氧化钠的摩尔比为1:2.35, 40℃反应5小时, 产品纯度98.2%, 收率96.5%。1H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸。

[0031] 2): 以6-氯-2-巯基苯并噻唑和双(三氯甲基)碳酸酯为原料, N,N-二甲基甲酰胺作为催化剂, 合成了2,6-二氯苯并噻唑, 双(三氯甲基)碳酸酯与6-氯-2-巯基苯并噻唑的摩尔比为1.2:3.0, 110℃反应2小时, 产品纯度98.3%, 收率96.1%, 1H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为2,6-二氯苯并噻唑。

[0032] 3): 以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸和2,6-二氯苯并噻唑为原料, 氢氧化钠和四丁基溴化铵作为催化剂, 合成了(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]丙酸, (R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸与2,6-二氯苯并噻唑的摩尔比为1:1.25, 50℃反应3小时, 产品纯度98.2%, 收率97.5%, 1H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]丙酸。

[0033] 4): (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]丙酸和乙二酰氯反应制的(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]丙酰氯, 再在三乙胺的催化下, 同N-甲基-2-氟苯胺反应合成了(R)-2-{[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺, 即噻唑酰草胺, (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噻唑氧基)苯氧基]丙酸, 乙二酰氯, N-甲基-2-氟苯胺及三乙胺的摩尔比为1:2.5:1:1.3; 酰化反应温度为40℃, 反应时间2小时, 酰胺化反应温度为10~40℃, 反应时间8小时, 粗产品纯度92.2%, 收率96.7%; 经重结晶后, 纯度99.1%, 收率90.0%。1H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为噻唑酰草胺。

[0034] 5): 以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸, 2,6-二氯苯并噻唑和N-甲基-2-氟苯胺为原料, 经三步反应合成噻唑酰草胺, 总收率为87.8%。

[0035] 根据上述技术方案, 所述噻唑酰草胺的制备方法为将2,6-二羟基苯甲酸(1)酰化得2,6-二乙酰基氧基苯甲酸(2), 随后, 经亚硫酸氯活化并与二苯甲酮肟(3)在低温下酯化, 产物在碳酸钾存在下以DMF为溶剂, 与4,6-二甲氧基-2-甲磺酰噻唑反应即得最终产物噻唑酰草胺。

[0036] 根据上述技术方案, 所述包括如下步骤: 搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库。

[0037] 根据上述技术方案, 所述取样检测通过药液采集器采集配制釜内药液, 并送到检验分析室进行检验分析。

[0038] 根据上述技术方案, 所述包装是通过自动包装机来进行。

[0039] 实施例3: 如图1所示, 本发明提供技术方案, 一种含噻唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物, 配方由噻唑酰草胺、二氯喹啉酸、氰氟草酯、双草醚、氯吡嘧磺隆、吡嘧磺隆和噻唑酰草胺, 所述配方由以下重量份原料制成: 噻唑酰草胺7份、二氯喹啉酸10份、氰氟草酯8份、双草醚12份、氯吡嘧磺隆4份、吡嘧磺隆8份和噻唑酰草胺9份。

[0040] 根据上述技术方案, 所述噻唑酰草胺在除草剂组合物内的有效成分用量20~40g/hm², 其的制备方法为1): 以(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯为原料, 在碱性条件下水解生成(r)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸, 合成(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸的较佳条件为: (R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯与氢氧化钠的摩尔比为1:2.35, 40℃反应5小时, 产品纯度98.2%, 收率96.5%。1H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸。

[0041] 2): 以6-氯-2-巯基苯并噻唑和双(三氯甲基)碳酸酯为原料, N,N-二甲基甲酰胺

作为催化剂,合成了2,6-二氯苯并噁唑,双(三氯甲基)碳酸酯与6-氯-2-巯基苯并噁唑的摩尔比为1.2:3.0,110℃反应2小时,产品纯度98.3%,收率96.1%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为2,6-二氯苯并噁唑。

[0042] 3):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸和2,6-二氯苯并噁唑为原料,氢氧化钠和四丁基溴化铵作为催化剂,合成了(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸与2,6-二氯苯并噁唑的摩尔比为1:1.25,50℃反应3小时,产品纯度98.2%,收率97.5%,¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸。

[0043] 4): (R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸和乙二酰氯反应制的(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酰氯,再在三乙胺的催化下,同N-甲基-2-氟苯胺反应合成了(R)-2-[(4-氯-1,3-苯并恶唑-2-基氧)苯氧基]-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺,即噁唑酰草胺,(R)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸,乙二酰氯,N-甲基-2-氟苯胺及三乙胺的摩尔比为1:2.5:1:1.3;酰化反应温度为40℃,反应时间2小时,酰胺化反应温度为10~40℃,反应时间8小时,粗产品纯度92.2%,收率96.7%;经重结晶后,纯度99.1%,收率90.0%。¹H NMR、LC/MS、IR谱确证产品为噁唑酰草胺。

[0044] 5):以(R)-2-(4-羟基苯氧基)丙酸,2,6-二氯苯并噁唑和N-甲基-2-氟苯胺为原料,经三步反应合成噁唑酰草胺,总收率为87.8%。

[0045] 根据上述技术方案,所述噁唑酰草胺的制备方法为将2,6-二羟基苯甲酸(1)酰化得2,6-二乙酰基氧基苯甲酸(2),随后,经亚硫酸氯活化并与二苯甲酮肟(3)在低温下酯化,产物在碳酸钾存在下以DMF为溶剂,与4,6-二甲氧基-2-甲磺酰噁唑反应即得最终产物噁唑酰草胺。

[0046] 根据上述技术方案,所述包括如下步骤:搅拌捣碎、粉碎研磨、采样检测、合格后过滤、称重计量、包装入库。

[0047] 根据上述技术方案,所述取样检测通过药液采集器采集配制釜内药液,并送到检验分析室进行检验分析。

[0048] 根据上述技术方案,所述包装是通过自动包装机来进行。

[0049] 基于上述,本发明的优点在于,制备方法科学合理,易操作,便于提高生产效率,生产成本低,同时环保无污染,噁唑酰草胺具有高效、低毒、环保,并且噁唑酰草胺几乎是靠茎叶吸收,所以对水没什么要求,有水无水均可,二氯喹啉酸可较好的除去稗草,千金子等禾本科杂草,十分环保。

[0050] 最后应说明的是:以上所述仅为本发明的优选实例而已,并不用于限制本发明,尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

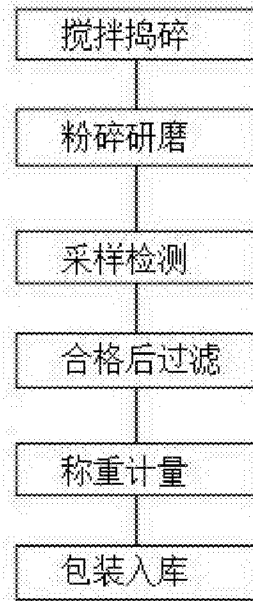


图1