

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權
 德 1993.09.02 P432 9537.1

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

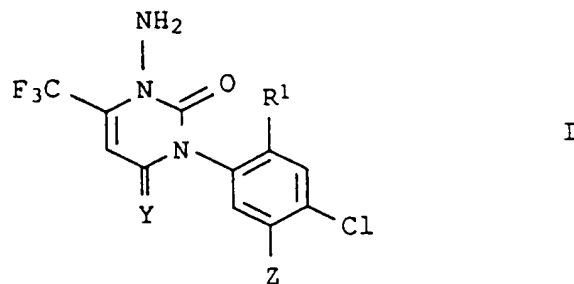
訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係關於1-胺基-3-苯基尿嘧啶式 I



其中可變基含下列意義：

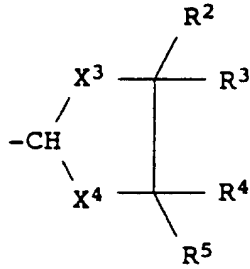
R¹ 為氫、氟或氯；

Y 為氧或硫；

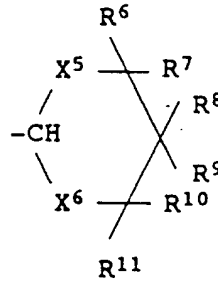
Z 為 -CH=N-OH、-CH=N-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-CH₂-COOH、-CH=N-O-CH(C₁-C₆-烷基)-COOH、-CH=N-O-CH₂-CO-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-CH(C₁-C₆-烷基)-CO-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-CH₂-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-CH(C₁-C₆-烷基)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=CH-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=CH-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=C(Cl)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=C(Br)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=C(Cl)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=C(Br)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=C(CH₃)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH=C(CH₃)-CO-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-伸烷基)、-CH[X¹-(C₁-C₆-伸烷基)][X²-

五、發明說明(2)

(C₁-C₆-烷基)]或為一基團



或



其中

X¹-X⁶ 在每個例子中為氧或硫且

R²-R¹¹ 在每個例子中為氫、C₁-C₄-烷基、乙烯基或C₁-C₄-烷氧羰基。

此外本發明係關於除草劑和乾燥劑及 / 或除葉劑組合物其含有這些化合物為有效物質。本發明並為關於製備化合物 I 及其除草劑或乾燥劑及 / 或除葉劑組合物的方法、不要的植物成長控制的方法和植物的乾燥及 / 或除葉的方法使用化合物 I 者，特別為棉花。

1-胺基-3-苯基尿嘧啶化合物 I 型式揭示如實例在歐洲專利 A 420 194 號、歐洲專利 A 476 697 號和歐洲專利 A 517 181 號。

多樣的除草劑 3-苯基尿嘧啶揭示於世界公開專利 93/06090 號中。然而 1-胺基-3-苯基尿嘧啶特別優異的性質不能由此公告推論出。

即然所知的化合物總是不能完全滿足其除草或乾燥 / 除葉的作用之期望，因此本發明的目的為新穎的特別地除草之化合物有使不想要的植物可以特定地控制到比至今為止

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

號

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (3)

更佳。

式 I 經取代的 1-苯基-3-苯基尿嘧啶因而被發現。除草組合物更發現含有化合物 I 者有非常好的除草作用。

根據本發明的化合物 I 適於加入植物的除葉和乾燥部份如實例棉花、馬鈴薯、油菜、向日葵、大豆或田裡的豆類。

在 Z 和 R^2-R^{11} 基團中取代基 C_1-C_4 -烷基、 C_1-C_6 -烷基和 C_1-C_4 -烷氧羰基為每個基團成員分別列出共同的說法。特別地它們都有下列意義：

- C_1-C_4 -烷基：甲基、乙基、正丙基、1-甲基乙基、正丁基、1-甲基丙基、2-甲基丙基和 1,1-二甲基乙基，較佳地為甲基和乙基；
- C_1-C_6 -烷基：脂肪族間 C_1-C_4 -烷基如上所提，並有正戊基、1-甲基丁基、2-甲基丁基、3-甲基丁基、2,2-二甲基丙基、1-乙基丙基、正己基、1,1-二甲基丙基、1,2-二甲基丙基、1-甲基戊基、2-甲基戊基、3-甲基戊基、4-甲基戊基、1,1-二甲基丁基、1,2-二甲基丁基、1,3-二甲基丁基、2,2-二甲基丁基、2,3-二甲基丁基、3,3-二甲基丁基、1-乙基丁基、2-乙基丁基、1,1,2-三甲基丙基、1,2,2-三甲基丙基、1-乙基-1-甲基丙基和 1-乙基-2-甲基丙基，較佳地為甲基和乙基；
- C_1-C_4 -烷氧羰基：甲氧羰基、乙氧羰基、正丙氧羰基、1-甲基乙氧羰基、正丁氧羰基、1-甲基丙氧羰基、

五、發明說明(4)

2-甲基丙氧羰基和1,1-二甲基乙氧羰基，較佳地為甲氧羰基和乙氧羰基。

C₁-C₆-伸烷基為如所知之意脂肪族間之伸甲基、1,1-伸乙基、1,2-伸乙基、1,1-伸丙基、1,2-伸丙基、1,3-伸丙基、2,2-伸丙基、1,1-伸丁基、1,2-伸丁基、1,3-伸丁基、1,4-伸丁基、2,2-伸丁基、2,3-伸丁基、2-甲基-1,1-伸丙基、2-甲基-1,2-伸丙基、2-甲基-1,3-伸丙基、1,1-伸戊基、1,2-伸戊基、1,3-伸戊基、1,4-伸戊基、1,5-伸戊基、2,2-伸戊基、2,3-伸戊基、2,4-伸戊基、3,3-伸戊基、2-甲基-1,1-伸丁基、2-甲基-1,2-伸丁基、2-甲基-1,3-伸丁基、2-甲基-1,4-伸丁基、2-甲基-3,3-伸丁基、2-甲基-3,4-伸丁基、2-甲基-4,4-伸丁基、2-乙基-1,3-伸丙基、2,2-二甲基-1,1-伸丙基、2,2-二甲基-1,3-伸丙基、1,1-伸己基、1,2-伸己基、1,3-伸己基、1,4-伸己基、1,5-伸己基、1,6-伸己基、2,2-伸己基、2,3-伸己基、2,4-伸己基、2,5-伸己基、3,3-伸己基、3,4-伸己基、2-甲基-1,1-伸戊基、2-甲基-1,2-伸戊基、2-甲基-1,3-伸戊基、2-甲基-1,4-伸戊基、2-甲基-1,5-伸戊基、2-甲基-3,3-伸戊基、2-甲基-3,4-伸戊基、2-甲基-3,5-伸戊基、2-甲基-4,4-伸戊基、2-甲基-4,5-伸戊基、2-甲基-5,5-伸戊基、2-丙基-1,3-伸丙基、3-甲基-1,1-伸戊基、3-甲基-1,2-伸戊基、3-甲基-1,3-伸戊基、3-甲基-1,4-伸戊基、3-甲基-1,5-伸戊基、3-甲基-2,2-伸戊基、3-甲基-2,3-伸戊基、3-甲基-2,4-伸戊基、2-乙

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

修正
補充
85年 2月 7日

五、發明說明 () **公 告 本**

基 -1,1-伸丁基、2-乙基 -1,2-伸丁基、2-乙基 -1,3-伸丁基、2-乙基 -1,4-伸丁基、2,3-二甲基 -1,1-伸丁基、2,3-二甲基 -1,2-伸丁基、2,3-二甲基 -1,3-伸丁基、2,3-二甲基 -1,4-伸丁基、2,3-二甲基 -2,3-伸丁基、2-(2-丙基) -1,3-伸丙基、2,2-二甲基 -1,1-伸丁基、2,2-二甲基 -1,3-伸丁基、2,2-二甲基 -1,4-伸丁基、2,2-二甲基 -3,3-伸丁基、2,2-二甲基 -3,4-伸丁基、2,2-二甲基 -4,4-伸丁基和 2-甲基 -2-乙基 -1,3-伸丙基，較佳地為伸甲基、1,1-伸乙基、1,2-伸乙基、1,1-伸丙基，和 1,2-伸丙基。

這些 1-胺基 -3- 苯基尿嘧啶 I 較佳的是其中可變基有下列意義能明確的於每個例子或於組合中：

R¹ 為氫或氟，特別為氟；

Y 為氧；

Z 為 -CH=N-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=N-O-(C₁-C₆-伸烷基)-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=C(Cl)-CO-O-(C₁-C₆-烷基)、-CH=C(Br)-CO-O-(C₁-C₆-烷基)或 -CH[X¹-(C₁-C₆-烷基)][X²-(C₁-C₆-烷基)]，X¹和 X²特別為氧。

較佳的 R²至 R¹¹ 基為氫和甲基。

組合物 I 可以不同方式得到如實例由下列的一種方式：

A) 1H-3- 苯基尿嘧啶式 II 在鹼性下與一親電子胺化試劑反應：

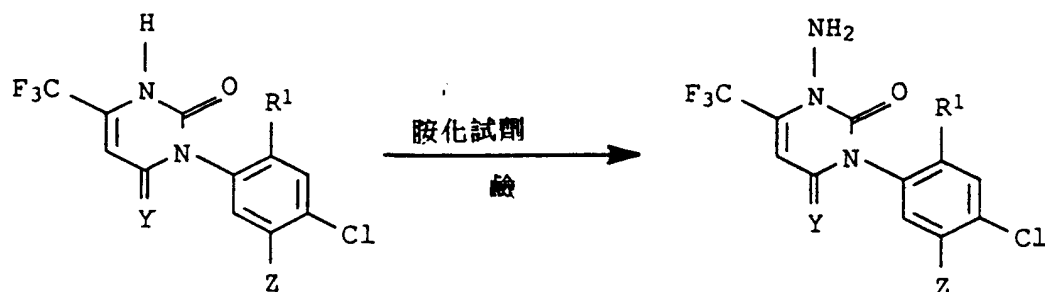
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(6)



至此 2,4-二硝基苯氧基胺已證明特別適於胺化試劑，但如實例羥胺-O-磺酸(HOSA)亦可使用，其於文獻上已知為胺化試劑(比較如實例 E. Hofer 等之合成反應(1983), 466; W. Friedrichsen等之雜環(Heterocycles) 20 (1983) 1271; H. Hart等之 Tetrahedron Lett. 25 (1984) 2073; B. Vercek 等之 Monatsh. Chem. 114 (1983) 789; G. Sosnousky 等之 Z. Naturforsch. 38 (1983) 884; R.S. Atkinson等之 J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1987, 2787)。

胺化反應可以本身已知的方法進行(見如實例 Sherradsky, Tetrahedron Lett. 1968, 1909; M.P. Wentland等之 J. Med. Chem. 27 (1984) 1103且特別為歐洲專利-A 240 194, 歐洲專利 A 517 181 號, 其中敘述了尿嘧啶的胺化反應)。

適合的鹼為如實例鹼金屬碳酸鹽如碳酸鉀、鹼金屬烷氧化物如甲氧化鈉和特丁氧化鉀或鹼金屬氫化物如氫化鈉。

此反應一般在極性溶劑中進行, 如實例在二甲基甲

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

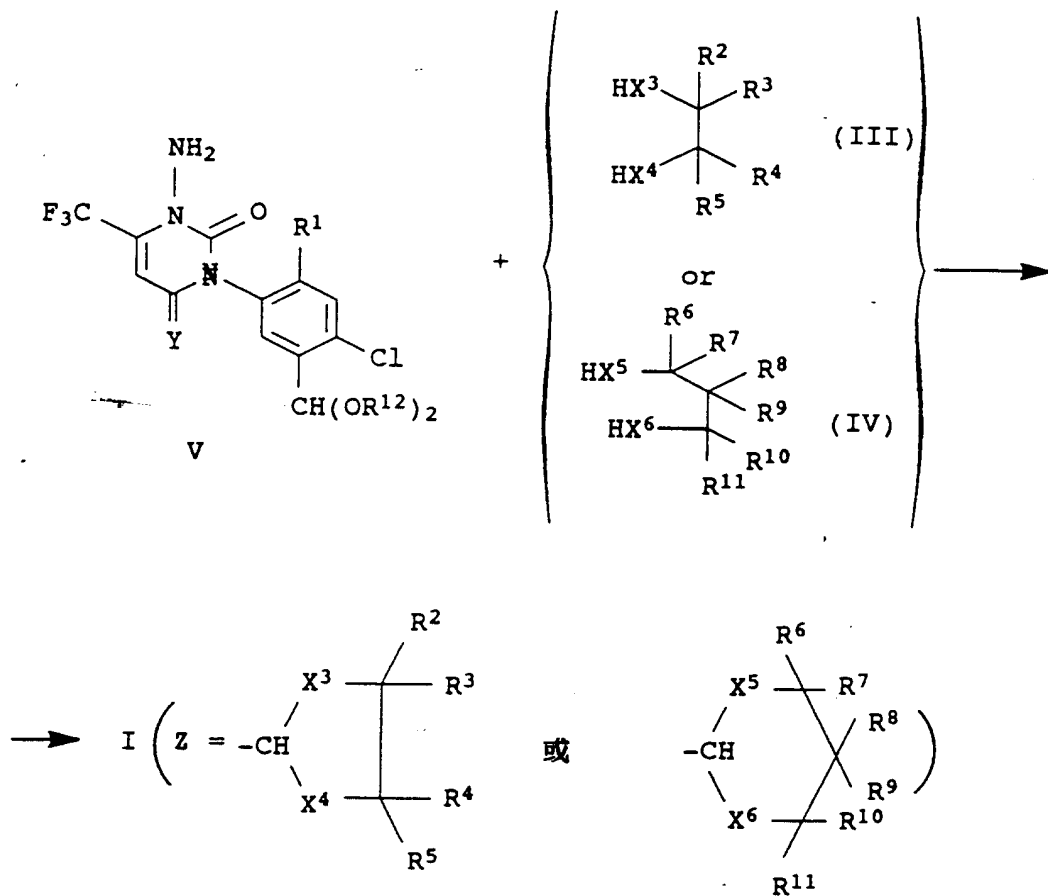
五、發明說明 (7)

醯胺，N-甲基吡咯烷酮、二甲基亞砷中或在醋酸乙酯中，其至目前為止已證明為特別適合的。

即然反應非可查覺地視壓力而定，則其較佳地是在一般壓力或各個溶劑的大氣壓下進行。

敘述於世界專利 93/06090 號中的 1H-3- 苯基尿嘧啶 II 或可由其中所述方法製備 (特別在 56 和 57 頁中且烯胺酯和烯胺羧酸鹽前驅物的製備在 74 到 81 頁中)。

B) 式 V 開環乙縮醛與式 III 或 IV 的二烴醇或硫醇在以酸為催化劑的惰性溶劑中的轉移乙縮醛化反應：



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

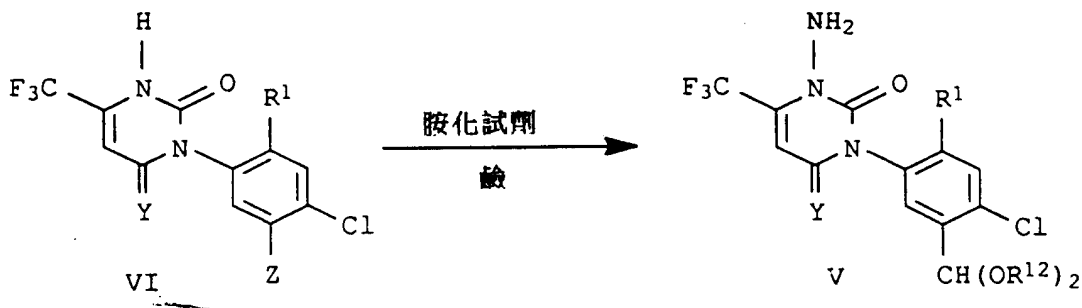
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(8)

此類反應為一般所知，如實例由下列參考資料：

- H. Meerwein in Houben Weyl, Methoden Der Organischen Chemie [有機化學方法] 卷VI/3, Stuttgart, 1965年, 250 頁;
- J.H. Park等 Chem. Lett. 1989, 629;
- H.R. Pfaendler等, Liebigs Ann. Chem. 1989, 691;
- R.D. Walkap等, Tetrahedron Lett. 1990, 6961;

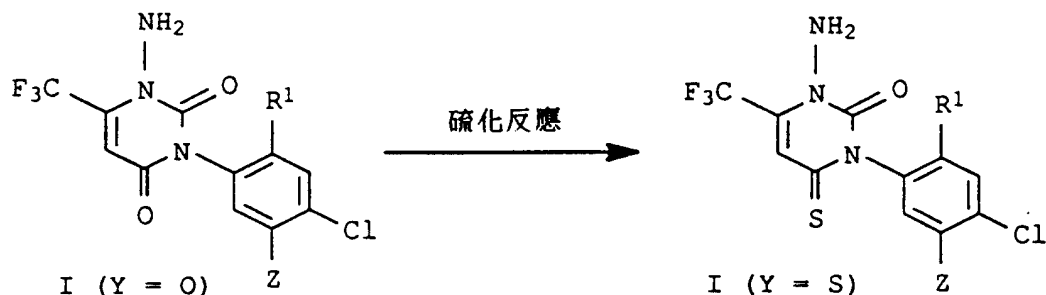
開環乙縮醛V可由如實例方法A製備，藉著胺化相對的1H-衍生物VI：



此1H-衍生物VI接著由1H-3-(間-甲醯苯基)脲嘧啶的乙縮醛化而得(比較如實例世界專利93/06090, 61-63頁)。

- C) 式I之1-胺基-3-苯基尿嘧啶與下列適合的硫化反應試劑進行硫化反應：

五、發明說明(9)



此反應如一規則在惰性溶劑或稀釋劑中進行，如實例在芳香烴中如甲苯和鄰位、間位或對位二甲苯，在醚中如乙醚、1,2-二甲氧基乙烷和四氫呋喃，或在有機胺中如吡啶。

特別較適合的硫化試劑為硫化磷(V)和2,4-雙(4-甲氧苯基)-1,3,2,4-二硫代phosphetane-2,4-二硫酮(Lawesson的試劑)。

硫化試劑的數量並非決定性的，習慣上以3-苯基尿嘧啶要硫化的1至5倍莫耳數的量即足以實質上完全反應。

一般反應溫度從20到200℃，較佳地從40℃至溶劑沸點。

如果沒有說明製備經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶I的起始物和試劑為已知的，或可由已知方法本身製備。

個別反應混合物的工作如規則般由已知方法本身進行，如實例由去除溶劑，隔開水和適合有機溶劑混合物中殘留者而從有機相中單離出產物。

經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶可以在製備如異構物之混

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

合物期間得到，視 Z 基而定。如有需要這些可以分離為純的異構物，藉著習慣上達此目的的方法，如實例由結晶或在光學活性吸收物上層析。純光學活性異構物可被合成，如實例，由對應的光學活性起始物來。

經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 為適合的除草劑，兩者如異構物混合物和以純異構物形式者均是。它們可以控制闊葉雜草和草皮雜草非常有效在農作物方面如小麥、稻米、玉蜀黍、大豆和棉花而沒有對農作物有可見的傷害。此效果特別是在低的使用速率上發生。

經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 或含有它們的除草劑組合物可額外地用在更多的農作物上來除去不要的植物，視特別的使用方法而定。適當的農作物如實例，如下：

洋蔥、鳳梨、花生、石刁柏(蘆筍)、甜菜 *altissima* 屬、砂糖萊菔甘藍型油菜 *napus* 變種、甘藍型油菜 *napobrassica* 變種、蕪菁 *silvestris* 變種、茶、紅花、美洲山核桃、檸檬、甜橙、阿拉伯咖啡 (*canephora* 咖啡、大粒咖啡)、黃瓜、絆根草、胡蘿蔔、油棕、白花蛇莓、大豆、陸地棉 (亞洲棉、非洲野生棉、*vitifolium* 棉)、向日葵、三葉膠、大麥、忽布、甘薯、胡桃、濱豆、亞麻、*Lycopersicon lycopersicum*、蘋果屬、木薯、紫花苜蓿、蕉屬、煙草(黃花煙草)、油橄欖、早稻、香豆、菜豆、*abies* 雲杉、松屬、豌豆、歐洲甜櫻桃、西洋梨、紅醋栗、蓖麻、甘蔗、黑麥、馬鈴薯、蘆粟(高粱)、可可、紅車軸草、小麥、硬粒小麥、蠶豆、葡萄、玉蜀黍。

五、發明說明(11)

而且化合物 I 亦可用於農作物中其已基本上做為對抗 I 或其他除草劑的作用以繁殖和 / 或藉遺傳工程方法行之。

此外經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 亦適於植物的乾燥和 / 或除葉作用。如乾燥劑它們特別適於農作植物地上部份的乾燥作用如馬鈴薯、油菜、向日葵和大豆。這些重要的農作植物的完全機械化收成如此做是可能的。

在經濟利益上亦為方便收穫，其由暫時性集中滴瀟或減少粉末黏於樹上而使其變為可能如柑橘果類、橄欖類或其他種類和變種梨果、核果和硬殼乾果類。同樣的機構即促進在植物果實或葉子及莖幹部份之間分離組織的形成對能生產植物的高度控制之除葉作用亦為重要的，特別為棉花。

此外縮短個別棉花植物到成熟的時間間隔使得在收成後能增強纖維品質。

活性的化合物 I 和含它們的除草組合物可以使用如實例以噴灑、噴霧、灑粉、撒播或灑水方式以直接可以噴灑的水溶液、粉末、懸浮物形式，還有高百分率水狀、油狀或其他懸浮狀或分散狀、乳化狀、油分散、漿狀、塵狀組合物、撒播組合物或顆粒。使用的形狀完全視所要使用而定，在每個例子中如果可能的話根據本發明它們應保證活性化合物的分散最佳。

製造可直接噴灑的溶液、乳化物、漿狀物或油分散物適當的惰性助劑基本上為：中等到高沸點的礦物油餾分物如煤油和柴油，以及煤渣油和植物或動物來源的油、脂肪族

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(12)

、環狀和芳香烴類，如鏈烷烴、四氫萘、烷化萘和其衍生物、烷化苯及其衍生物、醇類如甲醇、乙醇、正丙醇、丁醇和環己醇、酮類如環己酮、強極性溶劑如實例胺類如N-甲基吡咯烷酮和水。

水性的應用形式可以由乳化濃縮物、分散物、漿狀物、水溶性粉末或水分散性顆粒藉著加水而製得。對製造乳化物、漿狀物或油分散物，其基質或溶於油中或可以在水中以溼潤劑、接著劑、分散劑或乳化劑的方式所均化的溶劑中。然而由活性物質、溼潤劑、接著劑、分散劑或乳化劑和可能的溶劑或油所組成的濃縮物亦可以製備但要適合以水稀釋。

適合的表面活性物質為芳香族磺酸的鹼金屬、鹼土金屬或銨的鹽類，如實例木質磺酸、酚磺酸、萘磺酸、和二丁基萘磺酸，以及脂肪酸、烷基和烷芳基磺酸鹽、烷基、月桂基醚和脂肪醇磺酸鹽，還有磺化的十六、十七和十八醇的鹽類和脂肪醇乙二醇醚類、磺化的萘及其衍生物與甲醛的縮合產物、萘或萘磺酸與酚和甲醛的縮合產物、聚氧伸乙基辛基酚醚、乙氧化的異辛基、辛基或壬基酚、烷基苯基和三丁基苯基聚乙二醇醚、烷芳基聚醚醇類、異十三烷基醇、脂肪醇環氧乙烷縮合物、乙氧化蓖麻油、聚氧伸乙基或聚氧伸丙基烷基醚、月桂醇聚乙二醇醚醋酸酯、山梨糖醇酯類、木質亞硫酸鹽廢液或甲基纖維素。

粉末、撒播和灑粉組合物可以藉著混合或配合活性物質與固體載體的碾碎而製得。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

五、發明說明(13)

顆粒如實例包覆的、浸漬的和均相的顆粒可以藉著接合活性化合物於固體載體上製造。固體載體為礦土如矽酸矽膠、矽酸鹽、滑石粉、高嶺土、石灰石、石灰、白堊、黏土、黃土、黏土、白雲石、矽藻土、硫酸鈣和硫酸鎂、氧化鎂、可塑泥土、肥料如硫酸銨、磷酸銨、硝酸銨、尿素和植物製品如穀類粉、樹皮、木頭和堅果殼粉、纖維素粉末或其他固態載體。

活性化合物 I 在要立即可以製備的濃度可在廣泛的範圍中變化，如實例從 0.01 到 95% 重量比、較佳地從 0.5 到 90% 重量比。活性化合物在此例子中一般是用 90% 到 100% 的純度，較佳地從 95% 到 100% (根據 NMR 光譜)。

此類製品的實例為：

- I. 20 份重量比的化合物 1.04 號於一混合物中的水溶液，混合物含有 80 份重量比的烷基苯、8 至 10 莫耳環氧乙烷與 1 莫耳油酸 N-單乙醇醯胺之加成產物 10 份重量比、5 份重量比的十二烷苯磺酸之鈣鹽和 5 份重量比之 40 莫耳環氧乙烷與 1 莫耳蓖麻油的加成產物。以分散良好之混合物於 100,000 份重量比之水中得到水性的分散物含 0.02% 重量比的活性化合物；
- II. 20 份重量比之化合物 1.07 號於一混合物中之溶液，混合物含 40 份重量比之環己酮、30 份重量比之異丁醇、20 份重量比之 7 莫耳環氧乙烷與 1 莫耳異辛基酚的加成產物以及 10 份重量比之 40 莫耳環氧乙烷與 1 莫耳蓖麻油的加成產物。此混合物之良好分散體於 100,000

五、發明說明 (14)

份重量比水中產生水性分散物含 0.02% 重量比之活性化合物；

Ⅲ . 20 份重量比之化合物 1.25 號於一混合物中之水溶液，混合物為 25 份重量比環己酮、65 份重量比之礦物油餾分物沸點 210 至 280℃ 以及 10 份重量比之 40 莫耳環氧乙烷與 1 莫耳蓖麻油的加成產物。此混合物之良好分散物於 100,000 份重量比之水中產生含 0.02 重量比活性化合物之水性分散物；

Ⅳ . 鏈磨機中之混合泥土有 20 份重量比之化合物 1.95 號，3 份重量比之二異丁基苯 - α - 磺酸之鈉鹽、17 份重量比之木質磺酸鈉鹽來自亞硫酸鹽廢液以及 60 份重量比之粉末化矽膠。以分散良好之混合物於 20,000 份重量比之水中得到噴霧液體含有 0.1 % 重量的活性化合物；

Ⅴ . 一混合物為 3 份重量比之化合物 1.98 號和 97 份重量比之分散良好的高嶺土。此灑粉組合物含 3 % 重量比的活性化合物；

Ⅵ . 穩定油狀分散物為 20 份重量比之化合物 2.05 號，2 份重量比之十二烷苯磺酸的鈣鹽、8 份重量比之脂肪醇聚二醇醚、2 份重量比的酚 - 尿素 - 甲醛縮合之鈉鹽以及 68 份重量比的鏈烷烴礦物油。

活性化合物 I 或其除草劑的應用可為幼苗出土前或幼苗出土後進行。如果活性化合物對某些農作物較不能容忍時可使用技術在以噴灑設備的幫助來噴灑除草組合物使得敏

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(15)

感農作物的葉子可能不受影響，在活性化合物到達所不要成長植物的葉子之下或是未覆蓋土壤表面（指示後，旁邊空地）行之。

使用活性化合物速率視所要控制標的而定，為年的次數和成長的階段從0.0001至2.0公斤/公頃的活性物質(a.s.)，較佳地從0.001至1公斤/公頃。

為擴大作用範圍和達到增效目的，經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 可以與其他著名的除草劑或調節生長的活性化合物混合並一起使用。如實例適合混合的成份為二嗪、4H-3,1-苯並噁嗪衍生物、苯並噁二嗪酮、2,6-二腈苯胺、N-苯基-胺基甲酸鹽、硫代胺基甲酸鹽、鹵基羧酸、三嗪、醯胺、尿素、苯醚、三嗪酮、尿嘧啶、苯並咪喃衍生物、環己烷-1,3-二酮衍生物其帶有如實例羧基或胺基甲羧基於2-位置、噁啉羧酸衍生物、咪唑烷酮、氨磺醯、磺醯脲、芳氧基和雜芳氧基苯氧基丙酸及其鹽類、酯類和醯胺類、內脂肪族。

亦可~~以~~另外使用混合經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I，以其本身或以組合物方式與其他除草劑混合，更可以再與植物的保護組合物混合並與它們一起施用，如實例與殺蟲劑、抗植物致病黴菌和抗細菌的組合物。這些組合物可與根據本發明之組合物混合，以重量比1:100至100:1之方式，若有需要時只有在施用前（槽混合）馬上混合。另外的益處是與礦物鹽水溶液的易溶性，此溶液是用來消除營養和少量元素不足。非植物毒性油類和油濃縮物亦可添加。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(16)

製備實例

實例 1

1-胺基-3-(4-氯-3-甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶(表1, 1.04號)

0.38克(16毫莫耳)氫化鈉於50毫升無水二甲基甲醯胺在0-5℃下以溶液含5.0克(14毫莫耳)3-(4-氯-3-甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶於50毫升無水二甲基甲醯胺者一滴滴加入。溶液2.8克(14毫莫耳)2,4-二硝基苯氧基胺於50毫升無水二甲基甲醯胺者一滴滴加入前混合物中10分鐘後, 20-25℃下攪拌60小時後, 再於50℃下攪拌6小時。為加快工作, 冷卻的反應混合物倒入800毫升冰水中。水相以200毫升醋酸乙酯萃取三次。此醋酸乙酯萃取物再以硫酸鈉乾燥並濃縮。在以矽膠層析純化粗產物後(沖提液: 環己烷/醋酸乙酯/三乙胺79:20:1)得到1.5克(29%)的無色油。

$^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 3.97(s, 3H), 4.58 (s, 2H), 6.28(s, 1H), 7.14(dd, 1H), 7.50(d, 1H), 7.80(d, 1H), 8.45(s, 1H)。

實例 2

1-胺基-3-(4-氯-3-乙氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶(表1, 1.07號)

0.38克(16毫莫耳)氫化鈉於50毫升無水二甲基甲醯胺在0-5℃下以溶液含5.0克(14毫莫耳)3-(4-氯-3-乙氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(17)

於 25 毫升無水二甲基甲醯胺之溶液一滴滴加入。2.8 克 (14 毫莫耳) 2,4-二硝基苯氧基胺於 50 毫升無水二甲基甲醯胺之溶液一滴滴加入前混合物中 10 分鐘後，在 20 - 25℃ 下將其攪拌 20 小時。

為加速工作將反應混合物倒入 500 毫升水中。其水相每次再以 150 毫升醋酸乙酯萃取三次。醋酸乙酯之萃取物再以硫酸鈉乾燥且濃縮。在以矽膠層析純化粗產物後 (沖提液：環己烷 / 醋酸乙酯 4:1) 得到 2.4 克 (46%) 之無色油。
 $^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 1.32 (t, 3H), 4.20 (q, 3H), 4.60 (s, 2H), 6.27 (s, 1H), 7.12 (dd, 1H), 7.50 (d, 1H), 7.80 (d, 1H), 8.46 (s, 1H)。

實例 3

1-胺基-3-(4-氯-5-乙氧基亞胺甲基-2-氟苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶 (表 1, 1.08 號)

以類似實例 2 的方式，以 5.3 克 (14 毫莫耳) 的 3-(4-氯-5-乙氧基亞胺甲基-2-氟苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶開始，則得到 1.4 克 (25%) 所要產物為無色油。

$^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 1.32 (t, 3H), 4.22 (q, 2H), 4.60 (s, br., 2H), 6.28 (s, 1H), 7.32 (d, 1H), 7.87 (d, 1H), 8.42 (s, 1H)。

實例 4

1-胺基-3-(4-氯-3-乙氧基巰基伸甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶 (表 1,

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

五、發明說明(18)

1.25號)

以相似實例2之方式進行製備，開始用11.2克(27.0毫莫耳)之3-(4-氯-3-乙氧基羰基仲甲氧基亞胺苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶。產生：5.1克(44%)無色晶體熔點163-164℃。

實例5

1-胺基-3-(4-氯-3-二甲氧基甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶(表1, 1.95號)

以類似實例2之方式，開始用4.4克(12毫莫耳)3-(4-氯-3-二甲氧基甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶，得到3.1克(68%)無色油之所要產物。

$^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 3.35(s, 6H), 4.58(s, 2H), 5.64(s, 1H), 6.25(s, 1H), 7.14(dd, 1H), 7.48-7.54(m, 2H)。

實例6

1-胺基-3-(4-氯-5-二甲氧基甲基-2-氟苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶(表1, 1.96號)

以類似實例2方法進行製備，開始用6.7克(17.5毫莫耳)3-(4-氯-5-二甲氧基甲基-2-氟苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶。產生：1.8克(26%)無色晶體熔點118-119℃。

實例7

1-胺基-3-(4-氯-3-二乙氧基甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶(表1, 1.98號)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

五、發明說明(19)

以類似實例2方法，開始用6.1克(15.5毫莫耳)的3-(4-氯-3-二乙氧基甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫吡啶，得到5.5克(87%)無色晶體熔點80-81°C而純度約85%。

$^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 1.21(t, 6H), 3.55-3.67(m, 4H), 4.59(s, 2H), 5.74(s, 1H), 6.27(s, 1H), 7.12(dd, 1H), 7.50(d, 1H), 7.55(d, 1H)。

實例 8

1-胺基-3-[4-氯-3-(4-甲基-1,3-二硫六圓-2-基)苯基]-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫吡啶(表1, 1.137號)

2.5克(6.1毫莫耳)之1-胺基-3-(4-氯-3-二乙氧基甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫吡啶，2.0克(18毫莫耳)1,2-丙烷二硫醇和50毫克對甲苯磺酸於100毫升無水甲苯中回流六小時。在冷卻後混合物以10%濃度之碳酸氫鈉溶液和水沖洗，於硫酸鈉上乾燥、濃縮並於減壓下乾燥48小時。2.1克(80%)之無色油因而得之，其為兩個立體異構物1:1的混合物。

$^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, 於 CDCl_3 中): δ [ppm] = 1.47(d, 3H), 1.52(d, 3H), 2.98-3.05(m, 2H), 3.28-3.48(m, 2H), 3.92-4.00(m, 2H), 4.25-4.75(br, 4H), 6.04(s, 1H), 6.05(s, 1H), 6.28(s, 2H), 7.04-7.09(m, 2H), 7.46-7.52(m, 2H), 7.76(d, 1H), 7.86(d, 1H)。

實例 9

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

1-胺基-3-(4-氯-2-氟-3-甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二
氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶 (表 1, 1.05 號)

碳酸鉀 (132 克) 和 2,4-二硝基苯氧基胺 (104 克) 加入一溶
液中, 其為 3-(4-氯-2-氟-3-甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-
二氧代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶 (175 克) 於 1 升醋
酸乙酯中, 在反應混合物於 50℃ 下攪拌 10 小時後再冷卻。
所得固體部份分離後並以二異丙醚清洗。在結合澄清反應
溶液與二異丙醚相後, 此混合物再以水洗一次, 於硫酸鈉
上乾燥並濃縮。粗產物由 200 毫升二異丙醚再結晶。產量
: 150 克。

實例 10

1-胺基-3-(4-氯-2-氟-5-甲氧基亞胺甲基苯基)-2-氧代
-4-硫代-6-三氟甲基-1,2,3,4-四氫嘧啶 (化合物 2.05)

3.4 克 Lawesson 試劑加入一含有 1-胺基-3-(4-氯-2-氟-
5-甲氧基亞胺甲基苯基)-2,4-二氧代-6-三氟甲基-1,2,
3,4-四氫嘧啶 (3.8 克) 於 100 毫升甲苯中。在回流 12 小時
後除去溶劑而所得粗產物再以層析法純化。產量: 2.2 克
, 熔點 172-174℃。

下列的表 1 和表 2 顯示更多的化合物 I, 其已製備或可
以用相同方法製備:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

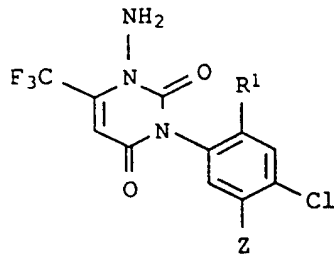
裝

訂

線

五、發明說明 (21)

表 1



I (Y = O)

實例編號	R ¹	Z	沸點 or ¹ H-NMR (CDCl ₃ ; δ[ppm])
1.01	H	-CH=N-OH	
1.02	F	-CH=N-OH	
1.03	Cl	-CH=N-OH	
1.04	H	-CH=N-OCH ₃	3.97 (s, 3H), 4.58 (s, 2H), 6.28 (s, 1H), 7.14 (dd, 1H), 7.50 (d, 1H), 7.80 (d, 1H), 8.45 (s, 1H)
1.05	F	-CH=N-OCH ₃	3.97 (s, 3H), 4.60 (s, br., 2H), 7.87 (d, 1H), 8.39 (s, 1H)
1.06	Cl	-CH=N-OCH ₃	
1.07	H	-CH=N-OC ₂ H ₅	1.32 (t, 3H), 4.20 (q, 3H), 4.60 (s, 2H), 6.27 (s, 1H), 7.12 (dd, 1H), 7.50 (d, 1H), 7.80 (d, 1H), 8.46 (s, 1H)
1.08	F	-CH=N-OC ₂ H ₅	1.32 (t, 3H), 4.22 (q, 2H), 4.60 (s, br., 2H), 6.28 (s, 1H), 7.32 (d, 1H), 7.87 (d, 1H), 8.42 (s, 1H)
1.09	Cl	-CH=N-OC ₂ H ₅	
1.10	H	-CH=N-OCH ₂ -C ₂ H ₅	
1.11	F	-CH=N-OCH ₂ -C ₂ H ₅	
1.12	Cl	-CH=N-OCH ₂ -C ₂ H ₅	
1.13	H	-CH=N-OCH(CH ₃) ₂	
1.14	F	-CH=N-OCH(CH ₃) ₂	
1.15	Cl	-CH=N-OCH(CH ₃) ₂	
1.16	H	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.17	F	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	121-123°C
1.18	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.19	H	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.20	F	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.21	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(22)

實例編號	R ¹	Z	沸點 or ¹ H-NMR (CDCl ₃ ; δ[ppm])
1.22	H	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₃	142°C
1.23	F	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₃	
1.24	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₃	
1.25	H	-CH=N-OCH ₂ -CO-OC ₂ H ₅	163-164°C
1.26	F	-CH=N-OCH ₂ -CO-OC ₂ H ₅	
1.27	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CO-OC ₂ H ₅	
1.28	H	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.29	F	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.30	Cl	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.31	H	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.32	F	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.33	Cl	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.34	H	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.35	F	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.36	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.37	H	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.38	F	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.39	Cl	-CH=N-OCH ₂ -CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.40	H	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.41	F	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.42	Cl	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	
1.43	H	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.44	F	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.45	Cl	-CH=N-OCH(CH ₃)-CO-OCH ₂ -CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.46	H	-CH=CH-COOCH ₃	
1.47	F	-CH=CH-COOCH ₃	
1.48	Cl	-CH=CH-COOCH ₃	
1.49	H	-CH=CH-COOC ₂ H ₅	
1.50	F	-CH=CH-COOC ₂ H ₅	
1.51	Cl	-CH=CH-COOC ₂ H ₅	
1.52	H	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.53	F	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.54	Cl	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.55	H	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.56	F	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.57	Cl	-CH=CH-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.58	H	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₃	
1.59	F	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₃	
1.60	Cl	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₃	
1.61	H	-CH=C(Cl)-CO-OC ₂ H ₅	183-185°C
1.62	F	-CH=C(Cl)-CO-OC ₂ H ₅	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(23)

實例編號	R ¹	Z	沸點 or ¹ H-NMR (CDCl ₃ ; δ(ppm))
1.63	Cl	-CH=C(Cl)-CO-OC ₂ H ₅	
1.64	H	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.65	F	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.66	Cl	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.67	H	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.68	F	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.69	Cl	-CH=C(Cl)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.70	H	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.71	F	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.72	Cl	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₃	
1.73	H	-CH=C(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.74	F	-CH=C(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.75	Cl	-CH=C(CH ₃)-CO-OC ₂ H ₅	
1.76	H	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.77	F	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.78	Cl	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.79	H	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.80	F	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.81	Cl	-CH=C(CH ₃)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.82	H	-CH=C(Br)-CO-OCH ₃	
1.83	F	-CH=C(Br)-CO-OCH ₃	183-184°C
1.84	Cl	-CH=C(Br)-CO-OCH ₃	
1.85	H	-CH=C(Br)-CO-OC ₂ H ₅	
1.86	F	-CH=C(Br)-CO-OC ₂ H ₅	
1.87	Cl	-CH=C(Br)-CO-OC ₂ H ₅	
1.88	H	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.89	F	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.90	Cl	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OCH ₃	
1.91	H	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.93	F	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.94	Cl	-CH=C(Br)-CO-OCH ₂ CH ₂ -OC ₂ H ₅	
1.95	H	-CH(OCH ₃) ₂	3.35(s, 6H), 4.58 (s, 2H), 5.64(s, 1H), 6.25(s, 1H), 7.14(dd, 1H), 7.48-7.54(m, 2H)
1.96	F	-CH(OCH ₃) ₂	118-119°C
1.97	Cl	-CH(OCH ₃) ₂	
1.98	H	-CH(OC ₂ H ₅) ₂	80-81°C 1.21(t, 6H), 3.55-3.67 (m, 4H), 4.59 (s, 2H), 5.74(s, 1H), 6.27(s, 1H), 7.12(dd, 1H), 7.50 (d, 1H), 7.55(d, 1H)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(24)

實例編號	R ¹	Z	沸點 or ¹ H-NMR (CDCl ₃ ; δ[ppm])
1.99	F	-CH(OC ₂ H ₅) ₂	
1.100	Cl	-CH(OC ₂ H ₅) ₂	
1.101	H	-CH(OCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.102	F	-CH(OCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.103	Cl	-CH(OCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.104	H	-CH(SCH ₃) ₂	
1.105	F	-CH(SCH ₃) ₂	
1.106	Cl	-CH(SCH ₃) ₂	
1.107	H	-CH(SC ₂ H ₅) ₂	
1.108	F	-CH(SC ₂ H ₅) ₂	
1.109	Cl	-CH(SC ₂ H ₅) ₂	
1.110	H	-CH(SCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.111	F	-CH(SCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.112	Cl	-CH(SCH ₂ -C ₂ H ₅) ₂	
1.113	H	-(1,3-二氧五園-2-基)	
1.114	F	-(1,3-二氧五園-2-基)	163-165°C
1.115	Cl	-(1,3-二氧五園-2-基)	
1.116	H	-(4-甲基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.117	F	-(4-甲基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.118	Cl	-(4-甲基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.119	H	-(4-乙炔基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.120	F	-(4-乙炔基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.121	Cl	-(4-乙炔基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.122	H	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.123	F	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.124	Cl	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.125	H	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.126	F	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.127	Cl	-(4-甲氧基羰基-1,3-二氧五園-2-基)	
1.128	H	-(3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.129	F	-(3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.130	Cl	-(3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.131	H	-(4-甲基-3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.132	F	-(4-甲基-3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.133	Cl	-(4-甲基-3-噁-1-硫五園-2-基)	
1.134	H	-(1,3-二硫五園-2-基)	
1.135	F	-(1,3-二硫五園-2-基)	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (25)

實例編號	R ¹	Z	沸點 or ¹ H-NMR (CDCl ₃ ; δ[ppm])
1.136	Cl	-(1,3-二硫五圓-2-基)	
1.137	H	-(4-甲基-1,3-二硫五圓-2-基)	1.47(d, 3H), 1.52(d, 3H), 2.98-3.05(m, 2H), 3.28-3.48(m, 2H), 3.92-4.00(m, 2H), 4.25-4.75(br., 4H), 6.04(s, 1H), 6.05(s, 1H), 6, 28(s, 2H), 7.04-7.09(m, 2H), 7.46-7.52(m, 2H), 7.76(d, 1H), 7.86(d, 1H) 非立體異構物混合物 (約1:1)
1.138	F	-(4-甲基-1,3-二硫五圓-2-基)	
1.139	Cl	-(4-甲基-1,3-二硫五圓-2-基)	
1.140	H	-(1,3-二氧六圓-2-基)	
1.141	F	-(1,3-二氧六圓-2-基)	167-168°C
1.142	Cl	-(1,3-二氧六圓-2-基)	
1.143	H	-(3-噁-1-硫六圓-2-基)	
1.144	F	-(3-噁-1-硫六圓-2-基)	
1.145	Cl	-(3-噁-1-硫六圓-2-基)	
1.146	H	-(1,3-二硫六圓-2-基)	
1.147	F	-(1,3-二硫六圓-2-基)	
1.148	Cl	-(1,3-二硫六圓-2-基)	
1.149	H	-(4-甲基-1,3-二硫六圓-2-基)	
1.150	F	-(4-甲基-1,3-二硫六圓-2-基)	
1.151	Cl	-(4-甲基-1,3-二硫六圓-2-基)	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 當 Y = 硫時之實例為化合物

2.01至 2.151，其中 R¹和 Z 之基團有相當於表 1 化合物

1.01至 1.151 之意義 (其 Y = 氧)。

化合物 I 當 Y = 硫之物理數據為：

化合物 2.04：>130°C (分解)

五、發明說明(26)

化合物 2.05：見製備之實例 10

使用實例(除草活性)

以溫室試驗來顯示經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 之除草作用是可能的：

所使用培養容器為塑膠花盆含肥沃沙子與約 3.0 % 沃土為基質。要測試植物的種子根據各物種分別播種。

在幼苗出土前之處理，懸浮或乳化於水中之活性化合物在播種後以分散良好的噴嘴直接噴灑。容器稍微噴灑以促進發芽生長，然後再以透明塑膠蓋子覆蓋直到植物冒出根來。如果這一蓋不被活性化合物影響則會引起試驗植物不均勻的發芽。幼苗出土前的施用速率為 62.5 和 31.3 克 / 公頃的活性物質。

對幼苗出土後處理為試驗植物培植後視生長情形，生長高至 3 到 15 公分才能再以懸浮或乳化於水中之活性化合物處理。為此目的試驗植物不是直接播種並於同樣容器中培植就是在播種時分別培植再於試驗前幾天移植於試驗容器中。幼苗出土後施用速率為 31.3 克和 15.6 克活性物質每公頃。

此植物維持在特殊物種方式為在 10-25℃ 或 20-35℃。試驗時間延伸超過 2 至 4 週。在此期間。植物會伸展而其對個別處理的反應則計算下來。

以 0 至 100 等級來進行分析。在此例中 100 為植物沒有出土或在至少土地面上部份完全破壞，而 0 意為沒有傷害或正常的成長過程。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(27)

用在溫室中試驗的植物包括下列物種：

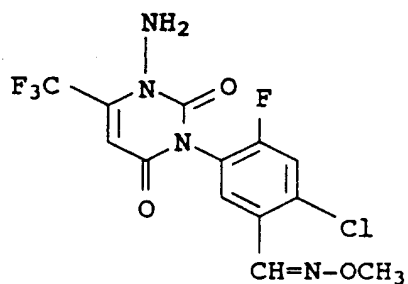
拉丁名	普通名
<i>Abutilon theophrasti</i>	絨毛葉
<i>Amaranthus retroflexus</i>	紅根藜
<i>Ipomoea spp.</i>	牽牛花
<i>Polygonum persicaria</i>	春蓼
<i>Solanum nigrum</i>	龍葵

幼苗出土後闊葉植物使用實例 1.96 和 1.08 化合物以 0.0313 和 0.0156 公斤 / 公頃活性物質非常好控制。

幼苗出土前，綠草或闊葉植物使用實例 1.96 和 1.08 化合物分別以 0.0625 和 0.0313 或 0.0313 和 0.0156 公斤 / 公頃活性物質則非常好控制。

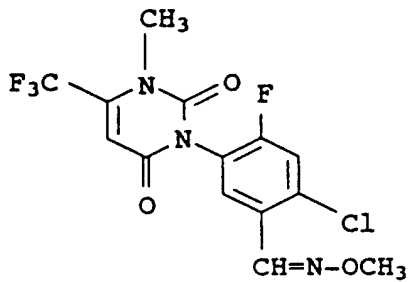
根據本發明之 1-胺基-3-苯基尿嘧啶 I 的優越除草作用與由世界公開專利 93/06090 所知結構上類似之尿嘧啶比較在下面表 3 到 5 之數據。

試驗用的物質為

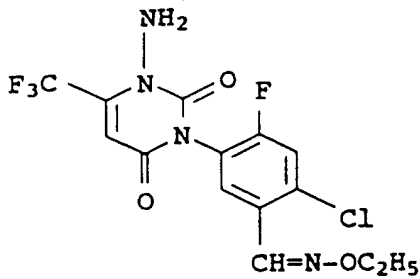


1.05 號
(根據本發明)

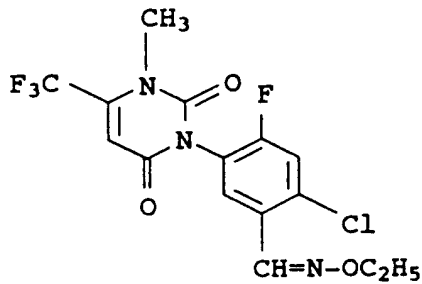
五、發明說明 (28)



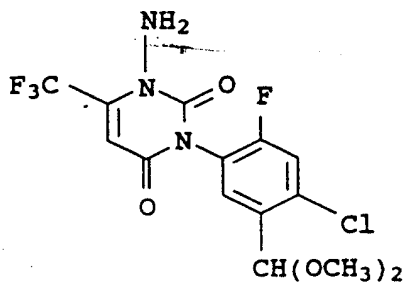
比較的化合物A
(來自世界公開專利)
93/06090



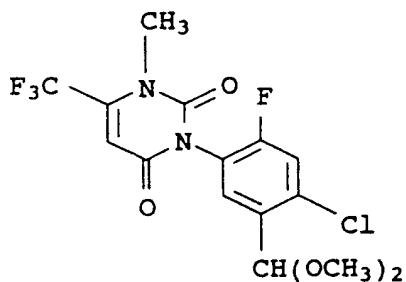
1.08號
(根據本發明)



比較化合物B
(來自世界公開專利)
93/06090



1.96號
(根據本發明)



比較化合物C
(比較世界公開專利
93/06090: 結構 I-2,
其中 W = 4, 基團在第 45 頁)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (29)

表 3

化合物 1.05 號和 A 的除草作用在幼苗出土前施用
0.0039 公斤 / 公頃之活性物質 ; 溫室試驗

編號	測試植物和傷害 [%]		
	大狗尾草	小米	狗尾草
1.05	98	75	90
A	20	60	75

表 4

化合物 1.08 號和 B 的除草作用在幼苗出土前施用
0.0078 公斤 / 公頃之活性物質 ; 溫室試驗

編號	測試植物和傷害 [%]		
	稗	大狗尾草	小米
1.08	50	90	90
B	30	35	20

表 5

化合物 1.96 號和 C 的除草作用在幼苗出土前施用
0.0078 公斤 / 公頃之活性物質 ; 溫室試驗

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(30)

編號	測試植物和傷害[%]	
	稗	大狗尾草
1.96	90	100
C	40	10

使用實例(乾燥劑/除葉劑活性)

試驗植物為新長成之各式Stoneville 825的4葉棉花植物(無子葉)，其於溫室環境下培植的(相對大氣溼度50至70%；白天/晚上溫度27/20℃)。

新長成的棉花進行葉部處理，以所示活性化合物之水狀製備物噴灑直至滴溼為止(並加0.15%重量比之脂肪醇烷氧化物Plurafac LF 700，以噴灑液體計)。所用水之數量相當於1000升/公頃。13天後落下葉子的數目及除葉程度以%測定。在未施用控制之植物的例子中沒有掉落葉發生。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

公告本

296334

85.10.29

年 月 日

補正

申請日期 83.08.30

案 號 83107946

A4

C4

Int. Cl. 6

Int. Cl. 6 別 A01N 43/54, C07D 29/54

修正頁(85年10月)

296334

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明名稱	中文	經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶及其於控制所不欲植物之生長和植物之乾燥及/或除葉的用途及其製法 "SUBSTITUTED 1-AMINO-3-PHENYLURACILS AND THEIR USE IN CONTROLLING UNDESIREED PLANT GROTH AND IN THE DESICCATION AND/OR DEFOLIATION OF PLANTS AND PROCESS FOR PREPARATION"
	英文	
二、發明人	姓名	1.彼得·卻佛 2.拉夫·克林茲 3.吉哈德·漢布萊奇 4.伊利莎白·海絲崔琪 5.卡爾-奧圖·魏斯法林 6.瑪希爾·傑伯 7.海墨·瓦特
	國籍	均德國
	住、居所	1.德國歐特桑市洛瑪街1號 2.德國葛蘭塔市羅森威路1號 3.德國維茵罕市羅特-特門一街28號 4.德國路易沙芬市藍伯奇街10號 5.德國史佩耶市墨士伯威街58號 6.德國林伯格荷市布藍登伯格街24號 7.德國歐布里漢市格蘭塔特街82號
三、申請人	姓名 (名稱)	德商巴地斯顏料化工廠
	國籍	德國
	住、居所 (事務所)	德國來恩河勞域沙芬市卡爾-波斯街38號
	代表姓名	1.卡爾-菲得里契·班格 2.克勞斯·狄特·藍芬

裝訂線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

296334

第 83107946 號 專利 申請 案

公 告

中文說明書修正頁(85年10月)

85.10.29

A5 頁 日
B5

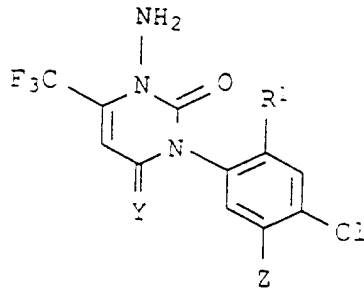
修正
補充

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶及其於
控制所不欲植物之生長和植物之乾燥
及/或除葉的用途及其製法

本發明揭示:

一種經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶式 I



其中可變基含下列意義:

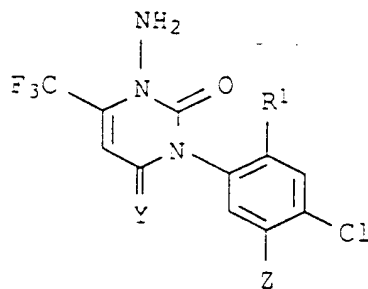
R¹ 為氫、氟或氯;

英文發明摘要(發明之名稱:)

"SUBSTITUTED 1-AMINO-3-PHENYLURACILS
AND THEIR USE IN CONTROLLING UNDESIRE
D PLANT GROTH AND IN THE DESICCATION
AND/OR DEFOLIATION OF PLANTS AND
PROCESS FOR PREPARATION"

The present invention discloses:

a substituted 1-amino-3-phenyluracil of the formula I



where the variables have the following meanings:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

A5 85. 10. 20 修正
B5 年 月 日 補充

四、中文發明摘要 (發明之名稱:)

Y 為 氧 或 硫 ;

Z 為 $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})$ 、 $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-伸烷})$
 $基)-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})$ 、 $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-$
 $\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})$ 、 $-\text{CH}=\text{C}(\text{Cl})-$
 $\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})$ 、 $-\text{CH}=\text{C}(\text{Br})-\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷})$
 $基)$ 、 $-\text{CH}[\text{X}^1-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})][\text{X}^2-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-烷基})]$ 或
 為 一 基 團

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

英文發明摘要 (發明之名稱:)

R is hydrogen, fluorine or chlorine;

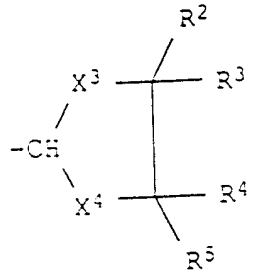
Y is oxygen or sulfur;

Z is $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})$,
 $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkylene})-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})$,
 $-\text{CH}=\text{N}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})$,
 $-\text{CH}=\text{C}(\text{Cl})-\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})$,
 $-\text{CH}=\text{C}(\text{Br})-\text{CO}-\text{O}-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})$,
 $-\text{CH}[\text{X}^1-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})][\text{X}^2-(\text{C}_1-\text{C}_6\text{-alkyl})]$ or a radical

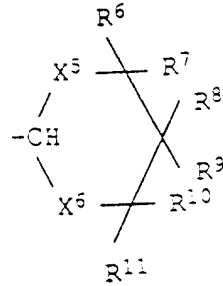
訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：)



or



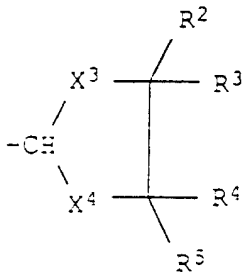
其中

X¹-X⁶ 在每個例子中為氧或硫且

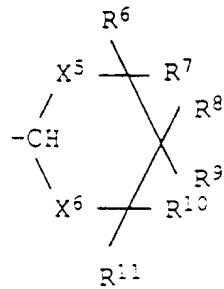
R²-R¹¹ 在每個例子中為氫或 C₁-C₄-烷基；

及其作為除草劑或用於植物的乾燥 / 除葉中之用途。

英文發明摘要 (發明之名稱：)



or



where

X¹-X⁶ in each case are oxygen or sulfur and

R²-R¹¹ in each case are hydrogen or C₁-C₄-alkyl;

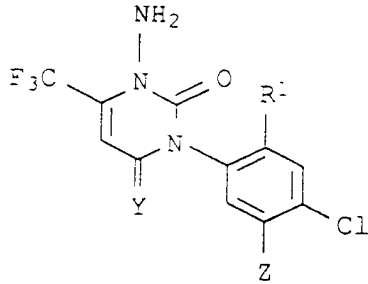
and their uses as herbicides and in the desiccation/defoliation of plants.

85.11.15 修正
第 月 日 補充

六、申請專利範圍

公告本

1. 一種經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶式 I



I

其中可變基具下列意義：

R¹ 為氫、氟或氧；

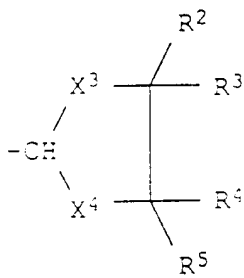
Y 為氧或硫；

Z 為 -CH=N-O-(C₁-C₈-烷基)、-CH=N-O-(C₁-C₈-伸烷基)-O-(C₁-C₈-烷基)、-CH=N-O-

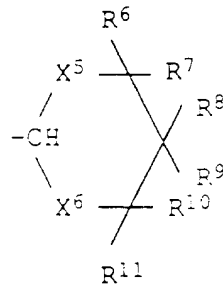
CH₂-CO-O-(C₁-C₈-烷基)、-CH=C(Cl)-

CO-O-(C₁-C₈-烷基)、-CH=C(Br)-CO-O-(C₁-C₈-烷基)、-CH[X¹-(C₁-C₈-烷基)][X²-(C₁-C₈-烷基)]或

為下列基團



或



其中

X¹-X⁶ 在每個例子中為氧或硫，而

R²-R¹¹ 在每個例子中為氫或 C₁-C₄-烷基。

2. 一種除草組合物，其係包含至少一種液態和 / 或固態之

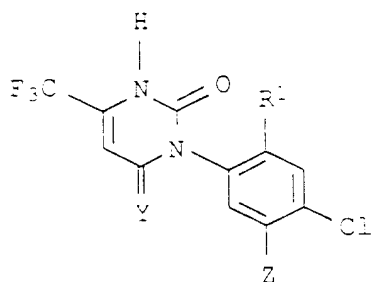
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

載體及若需要之至少一種輔助藥劑，以及至少一種除草量的根據申請專利範圍第1項之經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶式I。

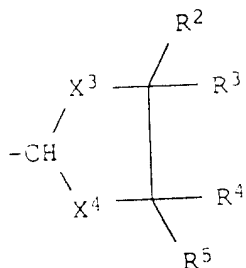
3. 一種用於植物的乾燥或除葉作用的組合物，其係包含乾燥或除葉量之至少一種根據申請專利範圍第1項之經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶式I，及至少一種惰性液態及/或固態之載體，及若需要之至少一種輔助劑。
4. 一種控制不欲植物成長的方法，其包括使除草量的至少一種根據申請專利範圍第1項式I之經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶，對植物、其環境或種子作用。
5. 一種乾燥或除葉植物之方法，其包括使除葉或乾燥量的至少一種根據申請專利範圍第1項式I之經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶對植物作用。
6. 根據申請專利範圍第5項之方法，其係以處理棉花。
7. 一種製備根據申請專利範圍第1項之式I經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶之方法，其包含在鹼之存在下，使親電子之胺化試劑與式II 1H-3-苯基尿嘧啶反應



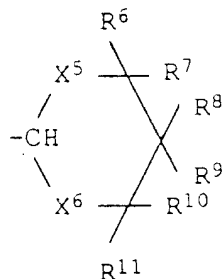
II

8. 一種製備根據申請專利範圍第1項之式I經取代1-胺基-3-苯基尿嘧啶之方法，其中Z為

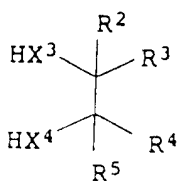
六、申請專利範圍



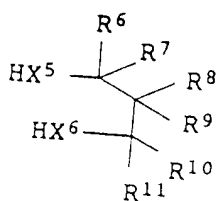
或



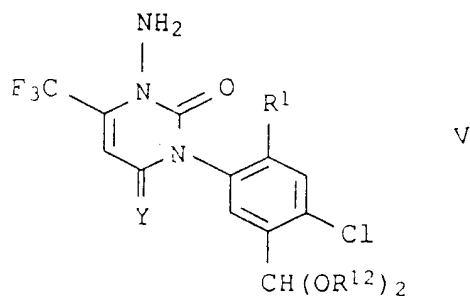
其係包含使式 III 或 IV 之二經醇或硫醇，在酸性催化劑存在下，與式 V 之開環乙縮醛反應，



III



IV



V

其中 R^{1,2} 為 C₁-C₄-烷基。

9. 一種製備根據申請專利範圍第 1 項之式 I 經取代 1-胺基-3-苯基尿嘧啶之方法，其係包含使硫化試劑與適宜的經取代化合物 I 反應，然而其中之 Y 為氧。