

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00135064.1

[43] 公开日 2001 年 7 月 25 日

[11] 公开号 CN 1304657A

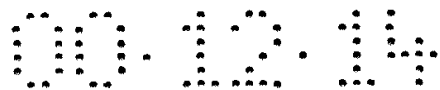
[22] 申请日 2000. 12. 14 [21] 申请号 00135064. 1 [30] 优先权 [32] 1999. 12. 16 [33] JP [31] 357337/1999 [71] 申请人 住友化学工业株式会社 地址 日本大阪府 [72] 发明人 水户信彰	[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 代理人 张元忠 谭明胜 权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图页数 0 页
---	--

[54] 发明名称 防除杂草的方法

[57] 摘要

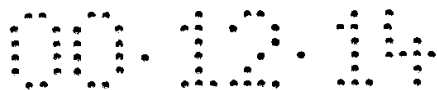
本发明涉及一种防除玉米田杂草的方法,它包括在种植玉米后,将含有 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2,6-二氧-4-(三氟甲基)-1,2,3,6-四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯作为有效成分的除草组合物施用于玉米田。根据本发明的方法,玉米田的各类杂草可被广泛地防除,并对玉米没有产生有问题的植物毒性。

ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1. 一种防除杂草的方法，它包括在种植玉米后，将有效量的含有 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯作为有效成分的除
5 草组合物施用于玉米田。
2. 根据权利要求 1 的方法，其中在玉米的 2 叶期或更晚些时候施用除草组合物。
3. 根据权利要求 1 或 2 的方法，其中 2-[2-氯-4-氟-5-{3-
10 -甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯的量是每公顷 1 至 200g。
4. 根据权利要求 1 至 3 的任一项的方法，其中 2-[2-氯-4-
氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四
氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯是 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基
-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧啶-1-基}
15 苯氧基]丙酸甲酯。
5. 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲
基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯作为除草剂在
防除玉米田杂草中的应用。



说明书

防除杂草的方法

本发明涉及一种在玉米田防除杂草的方法。

- 5 许多除草组合物可在市面上买到，并已用于玉米田防除杂草。可是，许多要被防除的杂草品系的生长要延续很长时间。为此，需要具有更高除草活性，宽的除草谱和对玉米安全的除草剂。

在这样的情况下本发明者进行了深入的研究。结果发现，通过在播种玉米后将含有的 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-
10 (三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯作为有效成分的组合物质用于玉米田，可以防除在玉米田生长的各种杂草，并且没有引起有问题的植物毒性，这项发明已经完成。

因此，本发明提供了一种通过在播种玉米后将含有的 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-
15 -四氢嘧啶-1-基}苯氧基]丙酸酯（以下称为本发明化合物）作为有效成分的组合物质（以下称作本发明除草组合物）施用于玉米田来防除玉米田的杂草的方法（以下称为本发明的方法）。

在本发明化合物中，“酯”代表 $C_1 - C_7$ 烷基酯， $C_5 - C_6$ 环烷基酯或 $C_3 - C_6$ 烯基酯。

- 20 本发明化合物的制备实例如下所示。

制备实施例 1

- 将 6.7 g 3-(4-氯-2-氟-5-羟基苯基)-1-甲基-6-三
氟甲基-2, 4-(1H, 3H)-嘧啶酮（按照在 USP 4859229 中所述的方法生产）溶解在 70 ml N,N-二甲基甲酰胺中，再在其中加入 4.2g 碳酸
25 钾和 3.3ml 2-氯丙酸甲酯。该混合物在室温搅拌 1 小时，在 100℃ 搅拌 45 分钟。此后，将反应混合物加到水中，并用乙酸乙酯萃取。有机层用饱和盐水洗涤，无水硫酸镁干燥，然后浓缩。残留物经过硅胶柱色谱处理（洗脱剂 己烷/乙酸乙酯 = 3/1），得到 5.82 g 2-[2-氯-4-氟-5-{3-甲基-2, 6-二氧-4-(三氟甲基)-1, 2, 3, 6-四氢嘧
30 啶-1-基}苯氧基]丙酸甲酯（以下称为化合物 A）。

除了采用在下表 1 所述的反应试剂代替 2-氯丙酸甲酯外，通过如在上面的制备实施例所述的相同方法可以获得每个本发明的目标

化合物。

表 1

反应试剂	所制备的酯	化合物符号
2-溴丙酸丙酯	丙酯	B
2-溴丙酸丁酯	丁酯	C
2-溴丙酸戊酯	戊酯	D
2-溴丙酸己酯	己酯	E
2-溴丙酸庚酯	庚酯	F
2-溴丙酸异丙酯	异丙酯	G
2-溴丙酸异丁酯	异丁酯	H
2-溴丙酸特丁酯	特丁酯	I
2-溴丙酸环戊酯	环戊酯	J
2-溴丙酸环己酯	环己酯	K
2-溴丙酸烯丙酯	烯丙酯	L
2-溴丙酸乙酯	乙酯	M

一些本发明化合物的物理特性如下所示。

化合物 A:

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ (ppm) 7.31 (1H, d, $J=9.0$ Hz), 6.82 (1/2H, d, $J=6.42$ Hz), 6.81 (1/2H, d, $J=6.45$ Hz), 6.35 (1H, s), 4.68 (1H, q, $J=6.9$ Hz), 3.74 (3H, s), 3.55 (3H, s, br), 1.66 (3H, d, $J=6.9$ Hz)

化合物 H:

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 250 MHz): δ (ppm) 7.31 (1H, d, $J=8.9$ Hz), 6.82 (1/2H, d, $J=6.5$ Hz), 6.81 (1/2H, d, $J=6.4$ Hz), 6.34 (1H, s), 4.70 (1H, br, q, $J=6.8$ Hz), 3.98-3.85 (2H, m), 3.54 (3H, q, $J=1.2$ Hz), 1.90 (1H, m), 1.68 (3H, d, $J=6.8$ Hz), 0.862 (3H, d, $J=6.7$ Hz), 0.858 (3H, d, $J=6.7$ Hz)

化合物 K:

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ (ppm) 7.30 (1H, d, $J=8.9$ Hz), 6.82 (1/2H, d, $J=6.5$ Hz), 6.81 (1/2H, d, $J=6.4$ Hz), 6.33 (1H, d, $J=1.5$ Hz), 4.82 (1H, m), 4.66 (1H, q, $J=6.7$ Hz), 3.55-3.53 (3H, m), 1.90-1.30 (10H, m), 1.66 (3H, d, $J=6.81$ Hz)

化合物 L:

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ (ppm) 7.31 (1H, d, $J=8.9$ Hz), 6.84 (1/2H, d, $J=6.50$ Hz), 6.82 (1/2H, d, $J=6.41$ Hz), 6.34 (1H, s), 5.91-5.80 (1H, m), 5.29 (1H, ddd, $J=1.1$ Hz, 1.1 Hz, 17.1 Hz), 5.22 (1H, dd, $J=1.1$ Hz, 10.7 Hz), 4.71 (1H, q, $J=7.1$ Hz), 4.64 (2H, dd, $J=1.1$ Hz, 5.6 Hz), 3.55 (3H, t, $J=1.45$ Hz), 1.68 (3H, d, $J=7.1$ Hz)

按照本发明的方法, 可防除在玉米田产生危害的以下各类杂草.

蓼科:

5 荞麦蓼, 大马蓼, 宾州蓼, 春蓼, 皱叶酸模, 虎杖.

马齿苋科:

马齿苋

石竹科:

繁缕

10 藜科:

藜, 地肤

苋科:

西风古, 小苋

十字花科:

15 野生萝卜, 田芥菜, 荠菜

豆科:

大果田菁, 决明, 扭曲山马蝗, 白三叶草

锦葵科:

苘麻, 刺黄花稔

堇菜科:

田堇菜, 三色堇

茜草科:

猪殃殃

5

旋花科:

裂叶牵牛, 圆叶牵牛, 裂叶牵牛的一种, 洼地属, 田旋花

唇形科:

紫叶野芝麻, 宝盖草

茄科:

10

曼陀罗, 龙葵

玄参科:

波斯婆婆纳 (persian speedwell), 常春藤叶婆婆纳.

菊科:

15 宾州苍耳 (*Xanthium strumarium*), 向日葵, 淡甘菊, 珍珠菊, 香甘菊, 美洲豚草, 三裂豚草, 加拿大蓬, japanese mugwort (蒿属的一种), 高一支黄花.

紫草科:

田野勿忘草

萝藦科:

20

叙利亚马利筋

大戟科:

泽漆, 美洲地锦草

禾本科:

25 稗, 狗尾草, 法氏狗尾草, 马唐, 蟋蟀草, 早熟禾, 鼠尾看麦娘, 野燕麦, 阿拉伯高粱, 匍匐冰草, 旱雀麦, 狗牙根, 秋稷, 得克萨斯黍, 二色高粱

鸭跖草科:

鸭跖草

木贼科:

30

问荆

莎草科:

碎米莎草, 莎草, 铁荸荠

本发明的除草组合物通常可通过混合每个本发明化合物与固体的或液体的载体或稀释剂，如果需要的话，表面活性剂，和/或其它配方助剂，加工成可乳化的浓缩物，可湿性粉剂，流动剂和颗粒剂配制并被使用。

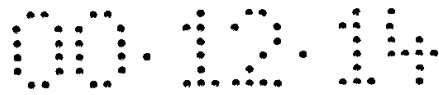
- 5 这些剂型可以含有任一种本发明化合物作为有效成分，其含量为基于剂型总重量的 0.5% 至 90%（重量计），优选 1% 至 80%（重量计）。

在剂型中采用的固体载体可以包括，例如，细粉或颗粒形式的以下材料：粘土（例如，高岭土，硅藻土，合成的水合氧化硅，Fubasami
10 粘土，膨润土，酸性粘土），滑石和其它无机矿物（例如，绢云母，粉状的石英，粉状的硫黄，活性炭，碳酸钙）；和化学肥料（例如，硫酸铵，磷酸铵，硝酸铵，氯化铵，尿素）。液体载体可以包括，例如，水；醇（例如，甲醇，乙醇）；酮（例如丙酮，甲乙酮，环己酮）；芳烃（例如，甲苯，二甲苯，乙苯，甲基萘）；非芳烃（例如，己烷，
15 环己烷，煤油）；酯（例如，乙酸乙酯，乙酸丁酯）；腈（例如，乙腈，异丁腈）；醚（例如，二噁烷，二异丙基醚）；酸的酰胺（例如，二甲基甲酰胺，二甲基乙酰胺）；和卤代烃（例如，二氯乙烷，三氯乙烯）。

表面活性剂可以包括，例如，烷基硫酸酯；烷基磺酸盐；烷基芳基磺酸盐；烷基芳基醚和它们的聚氧乙烯衍生物；聚乙二醇醚；多元醇酯；和糖醇衍生物。
20

其它助剂可以包括，例如，粘合剂和分散剂，例如酪蛋白，明胶，多糖类（例如，淀粉，阿拉伯胶，纤维素衍生物，藻酸），木质素衍生物，膨润土，和合成的水溶性聚合物（例如，聚乙烯醇，聚乙烯基吡咯烷酮，聚丙烯酸）；和稳定剂例如 PAP（酸性磷酸异丙酯），BHT（2, 6-二特丁基-4-甲基苯酚），BHA（2-/3-特丁基-4-甲氧基苯酚），菜油，矿油，脂肪酸，和脂肪酸酯。
25

本发明的除草组合物可以其本身，或用水或类似物稀释后被施用于杂草。本发明的除草组合物也可与其它除草剂混合使用，在这种情况下，预计除草活性会提高。本发明的除草组合物也可以与杀虫剂，
30 杀细菌剂，杀菌剂，植物生长调节剂，肥料，安全剂，土壤调节剂或其它制剂一起使用。



本发明化合物的施用量，虽然可随剂型类型，施用时间，施用地点和被防除的杂草而变动，但一般是在每公顷 1 至 200g，更优选 2 至 100 g，进一步优选 5 至 80 g 的范围内。

5 本发明的组合物可在玉米种植后，优选在玉米 2 叶期或晚些时候施用于玉米田。

以下，说明剂型实施例。在实施例中，“份”代表“重量的份数”。

剂型实施例 1

10 将 80 份化合物 A，化合物 B，化合物 C，化合物 D，化合物 E，化合物 F，化合物 G，化合物 H，化合物 I，化合物 J，化合物 K，化合物 L 或化合物 M，3 份木质素磺酸钙，2 份月桂基硫酸钠，和 15 份合成水合二氧化硅很好地粉碎和混合，即得到可湿性粉剂。

剂型实施例 2

15 将 50 份化合物 A，化合物 B，化合物 C，化合物 D，化合物 E，化合物 F，化合物 G，化合物 H，化合物 I，化合物 J，化合物 K，化合物 L 或化合物 M，3 份聚氧乙烯脱水山梨糖醇单油酸酯，3 份 CMC（羧甲基纤维素），和 44 份水混合，并湿研磨至颗粒大小达到 5 微米或更小，即得到流动剂。

剂型实施例 3

20 将 10 份化合物 A，化合物 B，化合物 C，化合物 D，化合物 E，化合物 F，化合物 G，化合物 H，化合物 I，化合物 J，化合物 K，化合物 L 或化合物 M，3 份聚氧乙烯脱水山梨糖醇单油酸酯，3 份 CMC（羧甲基纤维素），和 84 份水混合，并湿研磨至颗粒大小达到 5 微米或更小，即得到流动剂。

剂型实施例 4

25 将 50 份化合物 A，化合物 B，化合物 C，化合物 D，化合物 E，化合物 F，化合物 G，化合物 H，化合物 I，化合物 J，化合物 K，化合物 L 或化合物 M，3 份木质素磺酸钙，2 份月桂基硫酸钠，和 45 份合成的水合二氧化硅很好地粉碎和混合，即得到可湿性粉剂。

剂型实施例 5

30 将 10 份化合物 A，化合物 B，化合物 C，化合物 D，化合物 E，化合物 F，化合物 G，化合物 H，化合物 I，化合物 J，化合物 K，化合

物 L 或化合物 M, 3 份木质素磺酸钙, 2 份月桂基硫酸钠, 和 85 份合成的水合二氧化硅很好地粉碎和混合, 即得到可湿性粉剂。

下面说明试验实施例。

用 0 至 10 标志的 11 个水平, 即用数字“0”, “1”, “2”, “3”, “4”, “5”, “6”, “7”, “8”, “9”, 或“10”来表示, 评价除草活性, 其中“0”意味着在测定时, 在处理的和未处理的试验植物之间在发芽或生长程度上没有差异或很小的差异, 和“10”意味着试验植物完全死亡或它们的发芽或生长完全被抑制。

植物毒性评价如下:

- 10 无伤害 (No harm): 植物毒性几乎未见到
- 轻微 (Slight): 见到轻微的不影响玉米生长的植物毒性
- 轻度 (Light): 见到玉米的轻度植物毒性和轻度生长抑制
- 中度 (Middle): 见到玉米的中度植物毒性和生长抑制
- 严重 (Serious): 见到严重的玉米植物毒性和严重的生长抑制。

15 试验实施例 1

在直径 11cm 和深 8cm 的塑料盆里填入高地的土, 并种上藜, 裂叶牵牛, 苘麻和玉米。试验植物在温室中生长 7 天。此后, 在上面每个盆中再种上玉米, 试验植物在温室中再生长 19 天, 含有化合物 A 的且是通过很好地混合 5 份化合物 A, 6 份 Sorpol 3005 X (由 Toho 化学工业有限公司生产) 和 89 份二甲苯制得的可乳化的浓缩物用前述的水量稀释, 并用小喷雾器将稀释液均匀地施用在试验植物上。生长 26 天和 19 天的玉米叶期分别是 2 叶期和 1 叶期。施药后, 试验植物在温室中生长 10 天, 然后测定除草活性和对玉米的植物毒性。结果列于表 2。

表 2

试验化合物	剂量 (g/ha)	除草活性			植物毒性	
		La	Mo	Ve	C1	C2
化合物 A	20	10	10	10	轻微	无伤害
	10	10	10	10	无伤害	无伤害
	5	9	10	10	无伤害	无伤害

La: 藜, Mo: 裂叶牵牛, Ve: 苘麻

C1: 1 叶期玉米, C2: 2 叶期玉米。

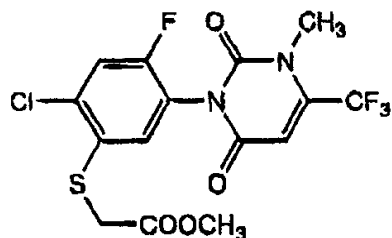
5 试验实施例 2

在直径 11cm 和深 8cm 的塑料盆中装入高地的土, 并种上宾州苍耳 (*Xanthium strumarium*)。试验植物在温室中生长 5 天。此后, 在上面的每个盆中再种入玉米, 试验植物在温室中再生长 16 天。含有化合物 A 或对照化合物的且是通过很好地混合 5 份化合物 A 或对照化合物, 6 份 Sorpol 3005 X (由 Toho 化学工业有限公司生产) 和 89 份二甲苯制得的可乳化的浓缩物用前述的水量稀释, 再用小喷雾器把稀释液均匀地施用于试验植物上。生长 16 天的玉米叶期是 2 叶期。施药后, 试验植物在温室中生长 10 天, 然后测定除草活性和对玉米的植物毒性。结果列于表 3。

15 表 3

试验化合物	剂量 (g/ha)	除草活性	植物毒性
		苍耳	玉米
化合物 A	10	10	无伤害
	5	10	无伤害
	2.5	10	无伤害
对照化合物	10	10	轻度
	5	10	轻微
	2.5	8	无伤害

对照化合物（在 USP 5084084 中所述的化合物号 B-1）



按照本发明的方法，玉米田的各类杂草可被广泛防除，并对玉米
5 不产生有问题的植物毒性。