



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 92109247.4

[51] Int.Cl⁵

C07D261/08

[43] 公开日 1993 年 2 月 24 日

[22] 申请日 92.8.5

[30] 优先权

[32] 91.8.5 [33] GB [31] 9116834

[71] 申请人 罗纳-普朗克农业有限公司

地址 英国埃塞克斯

[72] 发明人 保罗·艾尔弗雷德·卡安

苏珊·玛丽·克兰普

吉列埃·玛丽·利特尔

布赖恩·马肯·勒斯科姆

[74] 专利代理机构 上海专利事务所

代理人 张恒康

A01N 43/80

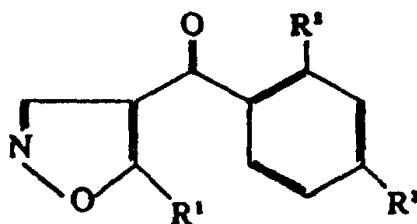
说明书页数: 20 附图页数:

[54] 发明名称 新型除草剂

[57] 摘要

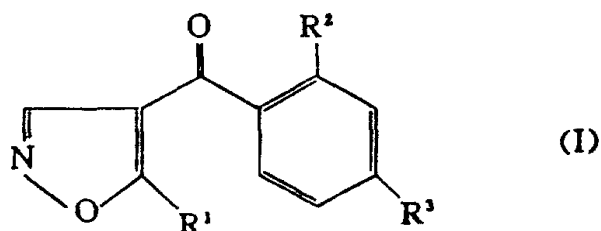
通式(I)的 4-苯甲酰基异噁唑衍生物。

其中, R^1 代表环丙基, R^2 代表 $-S(O)_nR^3$, R^3 代表氯、溴或三氟甲基, R 代表甲基, 和 n 代表 2, 并描写了它们作为除草剂的用途。



(I)

1. 通式(I) 的 4-苯甲酰基异噁唑衍生物:



其特征在于:

R^1 代表环丙基;

R^2 代表 $-S(O)_nR$;

R^3 代表氯、溴或三氟甲基;

R 代表甲基; 和

n 代表 2。

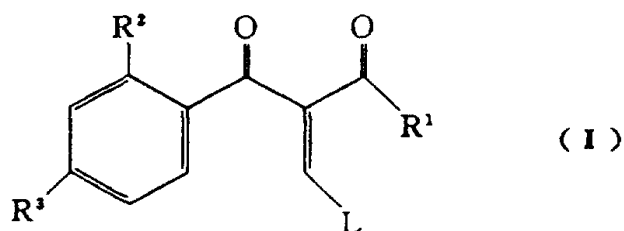
2. 如权利要求 1 所述的一种化合物, 其特征在于它是 4-(4-氯-2-甲磺酰基苯甲酰基)-5-环丙基异噁唑。

3. 一种如权利要求 1 所述的化合物, 其特征在于是 5-环丙基-4-(2-甲磺酰基-4-三氟甲基苯甲酰基) 异噁唑。

4. 一种如权利要求 1 所述的化合物, 其特征是 4-(4-溴-2-甲基磺酰基苯甲酰基)-5-环丙基异噁唑。

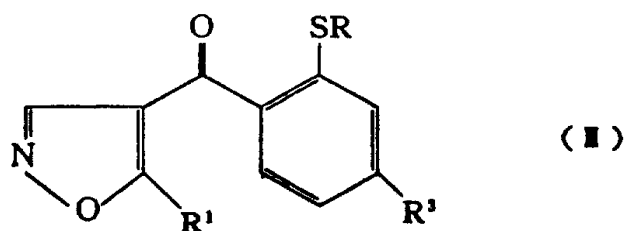
5. 一种如权利要求 1 所述的化合物的制备方法, 其特征在于包括:

a) 通式 (II) 的化合物和羟胺的盐的反应:



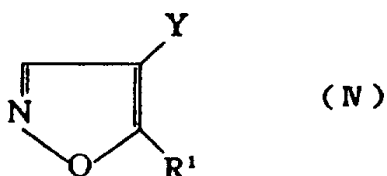
其中 L 是离去集团;

b) 通式 (Ⅲ) 的化合物的氧化:



把硫苯基转换成磺酰基;

c) 通式 (Ⅳ) 的化合物的反应:



其中 Y 代表一羧基或羧基的活性衍生物, 或一氰基, 和一适当的有机金属试剂反应。

6. 一种除草组合物, 其特征在于包括一定除草有效量的作为有效成分的如权利要求 1 中所述的通式(I) 的异噁唑衍生物, 与农业上可接受的稀释剂和/或表面活性剂配合使用。

7. 一种如权利要求 6 所述的除草组合物, 其特征在于含 0.05—90% 重量的有效成份。

8. 一种如权利要求 7 或 8 所述的除草组合物, 其特征在于, 所述组合物是液态并含 0.05—25% 的表面活性剂。

9. 一种如权利要求 6、7 或 8 所述的除草组合物, 其特征在于, 它是以水悬浮浓缩液, 可湿化粉末、水溶性或水可分散性粉末、液态水溶性浓缩物、液态可乳化悬浮浓缩液、颗粒或可乳化浓缩液的形式存在。

10. 一种在某一地点控制杂草生长的方法, 其特征在于, 对此地点用一定除草有效量的权利要求 1 中所述的通式(I) 的异噁唑衍生物。

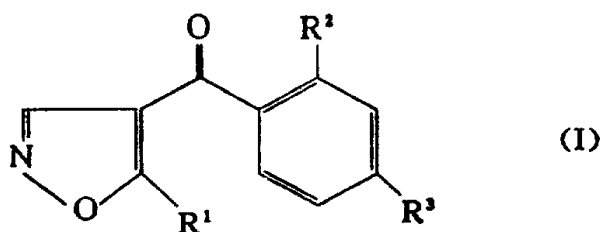
11. 如权利要求 10 所述的一种方法, 其特征在于, 用药的地点

是在被利用或将被利用的地方以使庄稼生长，用量为每公顷 0.01 kg 到 4.0 kg 的化合物。

12. 一种如权利要求 10 所述的方法，其特征在于，用药地点不是庄稼生长地点，化合物用量为每公顷 1.0 kg 到 20.0 kg。

新型除草剂

本发明涉及新型的 4-苯甲酰基异噁唑衍生物。含有它们和用作除草剂的组合物。本发明提供了具有通式(I) 的 4-苯甲酰基异噁唑：



其中：

R¹代表环丙基；

R²代表—S(O)_nR；

R³代表氯、溴或三氟甲基；

R 代表甲基；且

n 代表 2；

具有可利用的除草性能。

因此本发明提供了下列化合物：

A) 4-(4-氯-2-甲磺酰基苯甲酰基)-5-环丙基异噁唑；

B) 5-环丙基-4-(2-甲基磺酰基-4-三氟甲基苯甲酰基) 异噁唑；

和

C) 4-(4-溴代-2-甲磺酰基苯甲酰基)-5-环丙基异噁唑。将上述化合物标以字母 A 和 C 用于指示该化合物并在以后可用同样字母。

本发明的化合物与已知的抗重要草类的化合物相比，表现出出人意料的突出高除草性能，它包括狗尾草 (Setaria viridis 和 Setaria faberii)、稗子 (Echinochloa crus-galli)、马唐 (Digitaria

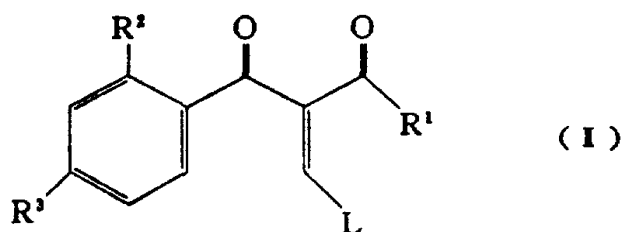
sanguinalis)和落叶藤(Sorghum bicolor)。

通式(I)的化合物可通过应用或改进已知方法(比如本文中
所描写或在此以前所用的方法)来制备,比如象下面所描写的。

下面的描写中,公式中出现的符号并不特别地定义,它可以理
解为是一根据本说明书中各符号第一次定义以后所用的“如前所
述”。

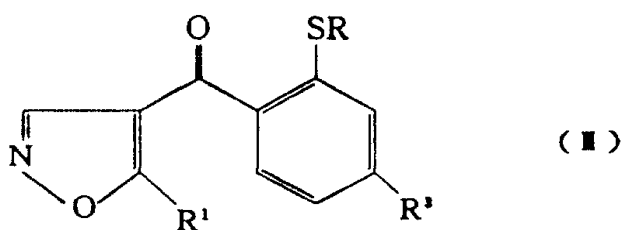
在下面的工艺过程的描写中其次序可有变化,也可能要用适当的
的保护基以达到做成本化合物的目的。

根据本发明的特征,通式(I)的化合物可由通式(II)的化合物
和一羟胺的盐的反应来制备:



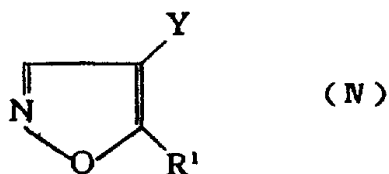
其中L是一离去集团,较好是羟胺氢氯化物。通常L是O-烷基
或N,N-二烷基氨基,例如乙氧基或二甲基氨基。反应通常在一溶剂如
乙醇或乙腈中进行,并有选择地在一酸或碱接受体,如三乙基胺或
乙酸钠存在下进行。

根据本发明的进一步特征,通式(I)的化合物可由通式(III)的
化合物经氧化制备:



从而把硫苯基转换成苯甲酰基,硫苯基的氧化通常是用比如 3-
氯代过氧苯甲酸,在一惰性溶剂如二氯甲烷中,在-40 °C到 0 °C 的
温度下进行。

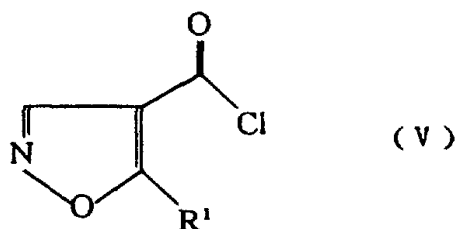
化合物反应得到：



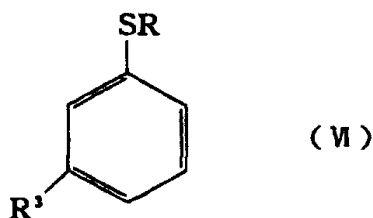
其中，Y 代表羧基或羧基活性衍生物（如羧酰氯或羧酸酯），或氰基，和一种适当的有机金属试剂比如格利雅试剂或有机锂试剂。反应通常在惰性溶剂如醚或四氢呋喃中，在 0 °C 到混合物的回流温度下进行。

制备通式(I) 的化合物的中间产品通过应用或改进已知方法进行。

通式 (II) 的化合物由通式 (V) 的化合物：



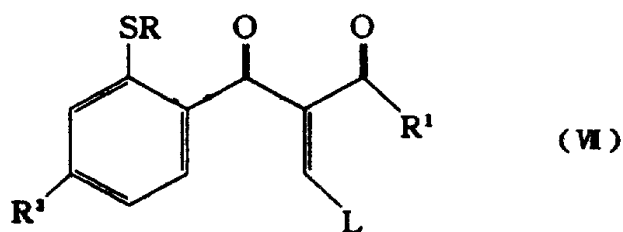
与通式 (VI) 的化合物：



反应制备得到。

反应通常在路易斯酸催化剂如氯化铝存在下，在室温与 100 °C 之间进行。

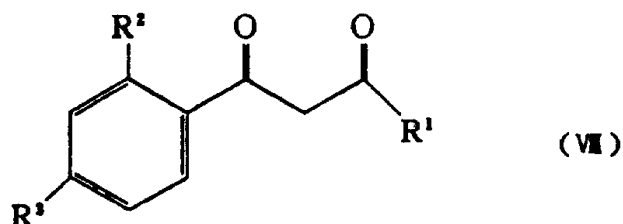
通式 (II) 的化合物也可由通式 (VII) 的化合物和一羟胺的盐反应得到：



其中，L 是一离去集团，最好是羟胺氢氯化物反应。L 通常是 O-烷基或 N,N-二烷基胺基，如乙氧基或二甲基胺基。反应通常在一溶剂比如乙醇或乙腈中，并有选择地在一种碱或酸接受体如三乙基胺或乙酸钠存在下进行。

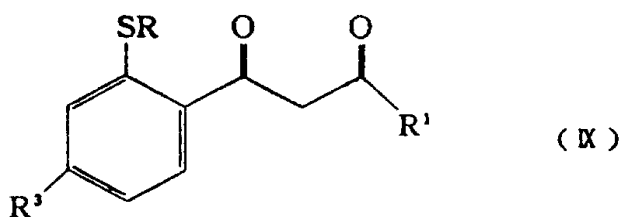
通式 (II) 的化合物也可由通式 (IV) 的化合物反应来制备，其中，Y 代表羧基或羰基的活性衍生物（如羧酰氯或羧酸酯），或氰基，并用一适当的有机金属试剂如格利雅试剂或有机锂试剂反应。反应通常在一惰性溶剂如醚或四氢呋喃中，在 0 °C 到混合物的回流温度下进行。

通式 (I) 的化合物通常由通式 (VIII) 的化合物：



与原甲酸三烷基酯或二甲基甲酰胺二烷基乙缩醛反应得到。通常使用原甲酸三乙基酯或二甲基甲酰胺二甲基乙缩醛。与原甲酸三烷基酯的反应通常在乙酸酐的存在下，在混合物回流温度下进行。与二甲基甲酰胺二烷基乙缩醛的反应可有选择地在惰性溶剂的存在下，在从室温到混合物的回流温度下进行。

通式 (VI) 的化合物可由通式 (IX) 的化合物：



与原甲酸三烷酯或二甲基甲酰胺二烷基乙缩醛反应得到。反应可在如上所述的从通式(VIII)的化合物制备通式(I)化合物的条件下进行。

通式(IV)、(V)、(VI)、(VII)和(IX)的中间体的制备在本文中
被广泛揭示。

下面的实施例说明了通式(I)的化合物的制备,参考实施例说明了本发明中间体的制备。在本说明书中,b.p.表示沸点;m.p.表示熔点。在字母NMR出现的地方,跟着为质子核磁共振图谱的特性。

实施例 1

化合物 A,B 和 C

在搅拌下将乙酸钠(1.93 g)加入到在乙醇中的1-(4-氯-2-甲基磺酰基-苯基)-3-环丙基-2-乙氧基亚甲基丙烷-1,3-二酮(8.4 g)和盐酸羟胺(1.64 g)的混合物中。将此混合物在室温下搅拌过夜。并将混合物蒸发,残渣溶入乙酸乙酯,用水洗涤并干燥(无水硫酸镁)、过滤。滤液被蒸发至干,滤渣从醚中重结晶产生4-(4-氯-2-甲基磺酰基苯甲酰基)-5-环丙基异噁唑(4.4 g),为一灰白色固体,m.p. 184—185 °C。

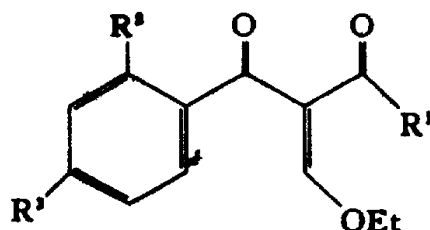
通过类似的方法,从适当的替代初始原料来制备通式(I)的下列化合物:

化合物号	R ¹	R ²	R ³	m. p.
B	环丙基	SO ₂ Me	CF ₃	138 —138.5 °C
C	环丙基	SO ₂ Me	Br	201—202 °C

参考实施例 1

在乙酸酐中的 1-(4-氯-2-甲基磺酰基苯基)-3-环丙基丙烷-1,3-二酮(7.1 g) 和原甲酸三乙酯(6.7 g) 的混合物在搅拌下回流加热约 2 小时。混合物被蒸发干燥, 加入甲苯, 溶液被再蒸发产生红色胶状物 1-(4-氯-2-甲基磺酰基苯基)-3-环丙基-2-乙氧基亚甲基丙烷-1,3-二酮(8.4 g), 未作进一步纯化。

用类似的方法, 从适当的替代初始原料来制备下面的化合物。

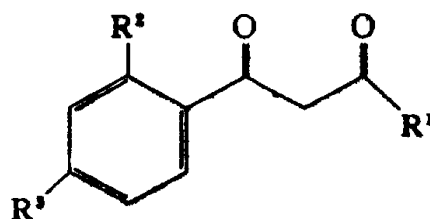


R ¹	R ²	R ³
环丙基	SO ₂ Me	CF ₃
环丙基	SO ₂ Me	Br

参考实施例 2

将在甲苯中的 2-(4-氯-2-甲基磺酰基苯甲酰基)-3-环丙基-3-氧代丙酸叔丁酯(9.5 g) 和 4-甲苯磺酸(1.5 g) 的混合物在搅拌下回流, 加热 3 小时, 冷却后, 混和物用水洗涤、干燥(无水硫酸镁) 并过滤。将滤液蒸发至干燥, 产生 1-(4-氯-2-甲基磺酰基苯基)-3-环丙基丙烷-1,3-二酮 7.1 g, 为桔黄色胶状物, NMR (CDCl₃): 0.8—1.2 (m, 4H), 1.5—1.9 (m, 1H), 3.3 (S, 3H), 5.8 (S, 1H), 7.3—7.6 (m, 2H), 7.9 (S, 1H)。

通过类似的方法, 用适当的替代初始原料来制备下列化合物:

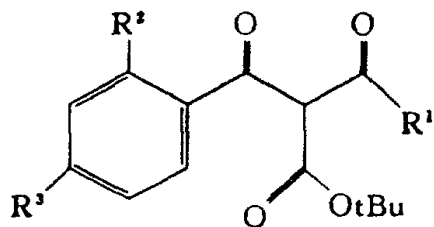


R ¹	R ²	R ³	NMR
环丙基	SO ₂ Me	CF ₃	NMR (CDCl ₃): 0.8—1.4 (m, 4H), 1.5—1.8 (m, 1H), 3.3 (s, 3H), 5.85 (s, 1H), 7.5 (d, 1H), 7.8 (d, 1H), 8.2 (s, 1H)
环丙基	SO ₂ Me	Br	NMR (CDCl ₃): 0.9—1.35 (m, 4H), 1.5—1.9 (m, 1H), 3.45 (s, 3H), 6.0 (s, 1H), 7.5 (d, 1H), 7.95 (d, 1H), 8.4 (s, 1H)

参考实施例 3

将四氯化碳(2 ml)加入到甲醇中的镁(0.57 g)和 3-环丙基-3-氧代丙酸叔丁酯(4.36 g)的混合物中。混合物搅拌 0.5 小时,被蒸发至干燥,残渣被溶入甲苯。此溶液被蒸发至干,再将残渣悬浮于乙腈中。并加入 4-氯-2-甲基磺酰基苯甲酰氯(6.0 g),搅拌混合物 3 小时。混合物被蒸发至干并且将残渣溶入乙酸乙酯,混合物用盐酸(2M)、水液洗涤、干燥(无水硫酸镁)过滤。滤液被蒸发至干燥,产生 2-(4-氯-2-甲基磺酰基苯甲酰基)-3-环丙基-3-氧代丙酸叔丁酯(9.6 克),为褐色油状物,未进一步纯化。

用类似的方法,从适当的替代初始原料制备下列化合物:



R ¹	R ²	R ³
环丙基	SO ₂ Me	CF ₃
环丙基	SO ₂ Me	Br

苯甲酰氯系通过在与亚硫酸氯的回流下加热适当取代的苯甲酸 3 小时来制备。过量的亚硫酸氯从蒸发中排除，这样得到的苯甲酰氯不需进一步纯化就可直接使用。

参考实施例 4

在搅拌下将高锰酸钾(316 g) 加入到 4-溴-2-甲硫基甲苯(90.5 g)在水中的悬浮液中，同时保持混和物回流。此混合物在搅拌下回流加热 3 小时，被过滤。滤渣用热水洗涤，将滤液冷却至室温并用乙酸乙酯萃取。将此水溶液被酸化至 pH 1，用氯代钠饱和并用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗涤、干燥(无水硫酸镁)并过滤。滤液被蒸发至干燥以产生 4-溴-2-甲基磺酰基苯甲酸(44.6 g)，为浅褐色固体，m. p. 220—220.5 °C。

用类似的方法，从适当的取代的初始原料来制备下列化合物：

4-氯-2-甲基磺酰基苯甲酸；NMR ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$): 3.35 (s, 3H), 7.5—7.8 (m, 2H), 7.9(s, 1H), 8.2—8.6(bs, 1H)；

参考实施例 5

将过氧化氢(30%) 在 10°C 下加入到 2-甲硫基-4-三氟甲基苯甲酸(6.0 g) 和乙酸酐(3.6 ml)在乙酸中的冷却溶液中。溶液被缓慢加热至室温，并搅拌 0.5 小时，再于 65°C 搅拌加热 3 小时。冷却后混和物被倒入冰中并用醚萃取。有机层用水、硫酸亚铁水溶液洗涤、干燥(无水硫酸镁)并过滤。滤液被蒸发至干燥以产生 2-甲基磺酰基-4-三氟甲基苯甲酸(5.5 g)，为白色固体，m. p. 155.5—156.5 °C。

参考实施例 6

将正丁基锂(2.5 M) 在正己烷中的溶液；2.5 ml) 在惰性气氛下滴加至在 -70 °C 的被搅拌的 4-溴-3-甲硫基三氟甲苯(16.4 g)在醚中的溶液中。此混和物被搅拌 10 分钟并加入盐酸。使之分层，水层用醚萃取。合并的有机层用水洗涤、干燥(无水硫酸镁)并过滤，滤液被蒸发，残渣用环己烷研磨并过滤产生 2-甲硫基-4-三氟甲基

苯甲酸(12.4 g), 为白色固体, NMR(CDCl_3) + DMSO- d_6); 2.45 (s, 3H), 7.2(d, 1H), 7.3(s, 1H), 8.0(d, 1H), 10.7—11.1(bs, 1H)。

参考实施例 7

将亚硝酸叔丁酯(4 ml)加入到 5-氯-2-甲基苯胺(4 g) 和二甲基二硫化物(26.3 g)在氯仿的混合物中。反应开始后同时加入亚硝酸叔丁酯(17.7 ml) 和 5-氯-2-甲基苯胺(16 g)。混合物在室温搅拌 2 小时并静置过夜, 再用水、2 M 盐酸、水洗涤、干燥(无水硫酸镁)并过滤。滤液被蒸发至干燥, 产生 4-氯-2-甲硫基甲苯(24.6 g), 为红色油状物, NMR(CDCl_3): 2.2 (s, 3H), 6.85 (s, 2H), 7.0 (s, 1H)。

用类似的方法, 用适当的替代初始原料来制备下列化合物:

4-溴-3-甲硫三氟甲苯, b. p. 2 mm 汞时 84—88°C。

参考实施例 8

将在浓硫酸中的冷却亚硝酸钠(5.8 g) 溶液 50 ml 滴加至搅拌着的 4-甲基-3-甲硫基苯胺(12.8 g)在冰醋酸中的 20°C 溶液中。将得到的悬浮液加入至溴化亚铜(12 g)、氢溴酸(48—50%)水溶液和冰的混和物。混和物在室温搅拌 3 小时, 然后稀释并用乙酸乙酯萃取。有机层用水、氢氧化钠水溶液(2 M), 洗涤、干燥(无水硫酸镁)并过滤。滤液被蒸发至干燥, 滤渣用热环己烷研磨并过滤。将滤液蒸发至干, 得到 4-溴-2-甲硫基甲苯(8.6 g), 为褐色油状, NMR(CDCl_3): 2.15 (s, 3H), 2.2(s, 3H), 6.5—7.1 (m, 3H)。

参考实施例 9

在搅拌下将浓盐酸(128 ml)缓慢加入到 2-甲硫基-4-硝基甲苯(36.6 g)在甲醇的悬浮液中。并将铁粉(36 g)在保持 50°C 搅拌温度以下的同时加入。混合物在室温下搅拌 4 小时; 即将混和物倒入水中中和(通过加入碳酸钠)、过滤, 滤渣用二氯甲烷萃取。水层用二氯甲烷萃取, 合并的有机层用氯化钠水溶液洗涤、干燥(无水硫酸

镁)和过滤。滤液被蒸发至干燥,滤渣通过在用乙酸乙酯和正己烷的混和物洗脱的硅胶上的柱色谱层析法纯化,从而产生 4-甲基-3-甲硫基苯胺(12.8 g),为桔黄色固体, NMR (CDCl₃) 2.2(s, 3H), 2.35(s, 3H), 3.45 (s, 2H), 6.1—6.9(m, 3H)。

按照本发明的一个特征,它提供了在某一地点控制杂草(即不合需要的植物)生长的方法,包括在此地方使用一定除杂草有效量的至少一种通式(I)的异噁唑衍生物。为此目的,异噁唑衍生物通常被用作除草的组合物(即与适于用作除草组合物的相容的稀释剂或载体和/或表面活性剂配合),比如如下所述的。

通式(I)的化合物,通过芽前和/或芽后利用表现出抗双子叶(即阔叶)和单子叶(即草)杂草的性能。

术语“芽前施用”是指在杂草长出地面前用药于有杂草种子或秧苗存在的泥土中。术语“芽后施用”是指杂草长出地面后对于此地区的杂草部分或气生部分施药。例如,通式(I)的化合物可用于控制下列杂草的生长:

阔叶杂草,例如 Abutilon theophrasti, Amaranthus retroflexus, Bidens pilosa, Chenopodium album, Galium aparine Ipomoea 等,例如 Ipomoea purpurea, Sesbania exaltata, Sinapis arvensis, Solanum nigrum 和 Xanthium strumarium, 和

草地杂草,例如 Alopecurus myosuroides Avena fatua, Digitaria Sanguinalis, Echinochloa crus-galli, Sorghum bicolor, Eleusine indica 和 Setaria spp, 比如 Setaria faberii 或 Setaria viridis, 例如藎属植物,例如,沙草。

通式(I)的化合物用量根据杂草的性质、所用的组合物、使用时间、气候和土壤条件和庄稼的特点(当用于控制庄稼生长区的杂草生长时)而变化。当用于庄稼地时,使用率应该是以控制杂草生长而不产生对庄稼实质性的永久危害。考虑这些因素,通常的每公顷使

用量在 0.01 kg—5 kg 的有效原料时会产生良好效果。但是如果遇到杂草控制的特殊问题，用量可有增、减。

通式(I) 的化合物可以以有选择性的控制杂草的生长，例如如前所述的种类的生长，通过定向或非定向形式，例如定向或非定向喷洒在芽前或芽后施用于被利用或将被利用的有大量杂草的地方或对于正在生产的庄稼，比如谷物，如小麦、大麦、燕麦、玉米或稻子、大豆、蚕豆和矮生菜豆、豌豆、紫花苜蓿、棉花、花生、亚麻洋葱、胡萝卜、卷心菜、油菜、向日葵、糖用甜菜和永久性的或播种草地，在庄稼播种前或后在庄稼萌芽前或萌芽使用。为了有选择地在被利用的或将被利用的杂草丛生的地方控制杂草生长，以利于庄稼生长，例如象上面提到的庄稼，最适合的用量为每公顷有效用量 0.01 kg—4.0 kg，最好 0.01 kg—2.0 kg。

通式(I) 的化合物在下面情况下也可用于控制杂草的生长，特别是上面提到的。通过在芽前或芽后用于设立的果园和其它树木生长区域，例如森林、树林和公园、种植园比如甘蔗、油棕榈和橡胶种植园。为此目的，它们可以以定向或非定向的形式(如定向或非定向喷洒)，在种植园种植树林的前或后用于所希望地方的杂草或泥土中，以每公顷有效药料用量为 0.25 kg—5.0 kg，最好 0.5 kg—4.0 kg。

通式(I) 的化合物也可用于控制杂草的生长，特别是如上所述的，虽不在庄稼生长的地方，但对杂草的控制还是需要的。

这些非庄稼生长区域的例子包括飞机场、工厂、铁路、路边、河边、灌溉渠和其它水道，灌木地和休耕地或未耕地，特别是在希望控制杂草生长以防火灾的地方。当为了这样的目的希望达到完全的将草效果时，经常运用的、有效化合物的剂量要大于如前所述的庄稼生长区域的所用剂量，具体剂量取决于被处理的植物特性和效果指标。在芽前或芽后，最好在芽前，以定向或非定向形式(比如以定

向或非定向喷洒)使用,为此目的,每公顷有效原料的适当的用量为 1.0 kg—20.0 kg,较好为 5.0—10.0 kg。

当通式(I)的化合物在芽前被用于控制杂草的生长时,可被混入杂草出现地方的泥土中。值得一提的是,当通式(I)的化合物通过芽后使用用于控制杂草生长时,即用于一区域或长出杂草的暴露于空气部分时,该化合物通常也可渗入泥土,也对泥土中后发芽的杂草起到芽前控制作用。

在特别需要延长控制杂草的地方,如果需要的话,通式(I)的化合物可重复使用。

根据本发明的一个进一步特征,本发明提供了包括一个或多个通式(I)的异噁唑衍生物的适于除草用途的组合物,相关联的,最好均匀分散于一个或多个相容的适当农业稀释剂或载体和/或表面活性剂中[即稀释剂或载体和/或表面活性剂的种类通常须适用于除草组合物并且与通式(I)的化合物是相容的]。术语“均匀分散”是指通式(I)的化合物能溶入其它的成份中的组合物。术语“除草组合物”广义上不仅包括准备好即可用作除草剂的组合物,而且包括使用前须稀释的浓缩物。最好的是此组合物含 0.05—90% 重量的一种或多种通式(I)的化合物。

除草组合物可包含稀释剂或载体和表面活性剂(例如润湿、分散或乳化剂)。在本发明的除草组合物中存在的表面活性剂可以是离子型或非离子型,比如磺化蓖麻油酸脂,季铵衍生物,以乙烯氧化物与烷基和聚芳基苯酚的缩合物为基础的产品,比如壬基-或辛基-苯酚,或脱水山梨醇的羧酸酯,通过游离羟基与乙烯氧化物缩合醚化提供可溶性物质,硫酸酯的碱金属和碱土金属盐和如二壬基-和二辛基磺化丁二酸钠的磺酸盐和高分子量磺酸衍生物的碱土金属盐,比如木质素磺酸钠、钙和烷基苯磺酸钠和烷基苯磺酸钙。

相适应地,本发明的除草组合物可以含达 10% 重量,例如从

0.05% 到 10% 重量的表面活性剂，但如果希望的话，本发明的除草组合剂可含有更高比例的表面活性剂，例如，在液态可乳化悬浮浓缩物中达 15% 重量，在液态水溶性浓缩物达 25% 重量。

合适的固体稀释剂或载体的例子是硅酸铝、滑石、煅烧的氧化镁、硅藻土、磷酸三钙、软木粉、吸附用碳黑和粘土比如高岭土和膨润土。固体组合物（可以为粉尘状、颗粒状或可湿性粉状）最好由通式 (I) 的化合物与固体稀释剂研磨或通过把固态稀释剂或载体用通式 (I) 的化合物在挥发溶剂中的溶液中浸渍，再蒸发溶剂，然后如必要的话，研磨产品以得到粉末而制得。颗粒组成可通过把通式 (I) 的化合物（溶于合适的溶剂，可能的话如需要可以是挥发的）吸收到颗粒状的固态稀释剂或载体上，并且如果希望的话，蒸发溶剂，或通过粉末制成颗粒状组合物来得到如上所述的。固态除草组合物，尤其是可湿性粉和颗粒，可以含有润湿剂或分散剂（比如如上所述的类型），也可能，当是固体时作稀释剂或载体。

本发明的液态组合物可以是水质的、有机的或水有机溶液、悬浮液和乳浊液，可结合一表面活性剂。在液体组合物中结合的适当的液体稀释剂包括水、乙二醇、四氢糠醇、乙酰苯、环己酮、异佛尔酮、甲苯、二甲苯、矿物、动物或植物油和石油的低级芳香和环烷部分（和这些稀释剂的混和物）。在液体组合物中存在的表面活性剂，可以是离子或非离子的（比如如上所述的类型），且可能的话，当是液体时，也作为稀释剂或载体。

作为浓缩物形态的粉末、可分散颗粒和液态组合物可用水或其它适当的稀释剂稀释，例如矿物或植物油，特别是稀释剂或载体是油的液体浓缩物情况下，使组合物稀释后即可使用。

如果希望，通式 (I) 的化合物的液体组合物可以以自行乳化的浓缩物的形式被利用，此浓缩物包括溶于乳化剂或与有效物质相容的乳化剂的溶剂中，在这样的浓缩物中简单地加入水即产生可运用

的组合物。

稀释剂或载体是油的液体组合物可不用进一步的稀释就可用静电喷洒技术使用。

本发明的除草组合物也包括，如希望的话，常规的辅助剂，比如粘结剂、保护胶体、增稠剂、渗透剂、稳定剂、螯合剂、防结块剂、染色剂和抗腐蚀剂。这些辅助剂可作为载体或稀释剂之用。

除另外指出的，下面的百分率是重量的。本发明的较好除草组合物是含下列成份的水质悬浮浓缩物：10—70% 的一种或多种通式(I) 的化合物，2—10% 的表面活性剂，0.1—5% 的增稠剂和 15%—87.9% 的水；

可湿性粉末含有 10—90% 的一种或多种通式(I) 的化合物，2—10% 的表面活性剂和 8—88% 的固体稀释剂或载体；

水溶性或水可分散性粉末：

含从 10—90% 的一种或多种通式(I) 的化合物，2—40% 的碳酸钠和 0—88% 的固体稀释剂；

液态水溶性浓缩物，包括 5—50%，如 10—30% 的一种或多种通式(I) 的化合物，5—25% 的表面活性剂和 25—90%，如 45—80% 的水可相容溶剂，如二甲基甲酰胺，或水可相容溶剂和水的混合物；

液体乳浊悬浮浓缩液含 10—70% 的一种或多种通式(I) 的化合物，5—15% 的表面活性剂，0.1—5% 的增稠剂和 10—84.9% 的有机溶剂。

颗粒剂含 1—90%，如 2—10% 的一种或多种通式(I) 的化合物，0.5—7%，如 0.5—2% 的表面活性剂和 3—98.5%，如 88—97.5 的颗粒载体和乳化浓缩物，含 0.05—90%，较好是 1—60% 的一种或多种通式(I) 的化合物，0.01—10%，最好 1—10% 的表面活性剂和 9.99—99.94%，最好 39—99% 的有机溶剂。

本发明的除草组合物也可含通式(I)的化合物以及最好均匀分布于一种或多种其它除草有效化合物中,并有如希望的话,在一种或多种适当的相容除草稀释剂或载体、表面活性剂和如上所述的普通辅助剂中。其它除草有效化合物的例子,或与本发明的除草组合物包括除草剂配合使用的可包括如:为增加所控制的杂草种类范围,例如草不绿[2-氯-2,6'-二乙基-N-甲氧基-甲基]-N-乙酰苯胺],阿特拉津[2-氯-4-乙基氨基-6-异丙基氨基-1,3,5-三嗪],溴苯腈[3,5-二溴-4-羟苯腈],绿麦隆[N'-(3-氯-4-甲基苯基)-N,N-二甲脲],草净津[2-氯-4-(1-氟基-1-甲基乙基氨基)-6-乙基氨基-1,3,5-三嗪],2,4-D [2,4-二氯苯氧基-乙酸],麦草畏[3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸],(苯敌快) [1,2-二甲基-3,5-二苯基-吡唑鎓盐],甲氟燕灵[N-2-(N-苯基-3-氯-4-氟苯胺基)-丙酸甲酯],伏草隆[N'-(3-三氟-甲基苯基)-N,N-二甲基脲],异丙隆(N'-(4-异丙苯基)-N,N-二甲基脲],杀虫剂,如合成拟除虫菊脂,如苄氯菊脂和氯氰菊酯,和杀真菌剂如氨基甲酸酯,如 N-(1-丁基-氨基甲酰-苯并咪唑-2-基)氨基甲酸甲酯和三唑如 1-(4-氯-苯氧基-3,3-二甲基-1-(1,2,4-三唑-1-基)-丁烷-2-酮。

杀虫活性的化合物和其它生物活性原料可包括或可与本发明的除草组合物配合使用,比如那些上面提到的,并且如果希望的是酸,以普通的衍生物形式就可使用,比如碱金属和胺盐和酯。

本发明的进一步特征是提供一种生产的制品,其至少含通式(I)的一种异噁唑衍生物,最好如前述的除草组合物,更好的是必须在使用前经稀释的除草浓缩物,它包括至少一种在通式(I)的前述衍生物或其它衍生物容器中的通式(I)的异噁唑衍生物,或一所述的除草组合物,伴随上述容器附有说明书,它写明了用于控制杂草生长的装于容器内的除草组合物和通式(I)的衍生物或前述衍生物的使用方法。容器通常是用于常温范围中储存是固体的化学物质

普通类型，特殊地，以浓缩物形式存在的除草组合物可用比如金属的罐和圆筒，从里面涂漆，和塑料材料、瓶子、玻璃器皿和塑料材料和，当容器中装的是固体时，比如颗粒的除草组合物，用盒子，例如纸板箱，塑料材料和金属或麻袋。容器通常要有足够的容量来装足以处理至少一英亩的土地，以控制杂草生长的异噁唑衍生物或除草组合物的量，但不超过用普通方法方便加工的尺寸。与容器具体连在一起的说明书，例如直接印在容器上或在标签上或所附的标记上。此说明书通常表明了容器内的内含物，如需要的话可稀释后加以应用，以每公顷有效原料 0.01kg — 20 kg 的用量，以上面所述的方式和目的来控制杂草的生长。

下面的实施例说明了本发明的除草组合物：

实施例 C₁

一种水溶性浓缩物由下列组成：

有效成分（化合物 A）	20% w/v
氢氧化钾溶液 33% w/v	10% v/v
四氢糠基醇（THFA）	10% v/v
水	加到 100 体积

搅拌 THFA、有效成分（化合物 A）和 90% 体积的水并缓慢加入氢氧化钾溶液，直到 pH 稳定在 7—8，然后用水加至体积。

类似的可溶性浓缩物可用通式(I) 的其它化合物代替异噁唑（化合物 A）如上所述来制备。

实施例 C₂

一可湿化的粉末由下列组成：

活性成分（化合物 A）	50 % w/w
十二烷基苯磺酸钠	3 % w/w
木质素硫酸钠	5 % w/w
烷基萘磺酸甲醛钠	2 % w/w

超细二氧化硅 3% w/w 和

中国粘土 37% w/w

将上述成分混和在一起，在空气喷射磨中研磨此混和物。

类似的可湿性粉末可用通式(I)的其它化合物替代异噁唑(化合物 A)如上所述来制备。

实施例 C₃

一种水溶性粉末由下列组成：

有效成分(化合物 A) 50% w/w

十二烷基苯磺酸钠 1 % w/w

超细二氧化硅 2% w/w

碳酸氢钠 47% w/w

混和上述成份并在一锤磨中研磨上述混和物。

类似水溶性粉末可如上所述的，用通式(I)的其它化合物，替代异噁唑(化合物 A)来制备。

本发明的化合物按照下面的过程用于除草。

除草化合物的使用方法

a)概述

适量用于处理植物的化合物被溶入丙酮，得出一相当于每公顷试验化合物用量为 4000g/公顷的溶液。这些溶液用标准试验室除草剂喷洒器喷洒相当于每公顷 290 升的喷洒液。

b)杂草控制：芽前施用

种子被播入 70 mm 边长，75 mm 深的未消毒的泥土中的塑料罐中，每罐种子的数量如下

杂草种类	种子大约数字/ 每罐
1)阔叶杂草	
苘麻	10
反枝苋	20

猪殃殃	10
药喇叭	10
野欧白芥	15
苍耳	2
2) 草地杂草	
看麦娘属 <i>myosuroides</i>	15
野燕麦	10
稗属 <i>Crus-galli</i>	15
狗尾草	20
3) 薑属	
莎草属 <i>esculentus</i>	3
庄稼	
1) 阔叶	
棉花	3
大豆	3
2) 草	
玉米	2
稻谷	6
小麦	6

本发明的化合物被用于泥工的表面，包括种子，如(a)中所述的。每次处理给每一罐分配一种庄稼和一种杂草，用不喷洒和用丙酮单独喷洒作为对照。

处理后将罐子放在暖房中的具有毛细管作用草席上，并向上浇水。庄稼破坏的目测估价在喷洒后 20—24 天进行。结果以庄稼或杂草的生长或危害的百分率减少来表示，与对照罐中的植物相比较。

c) 杂草控制：芽后：

杂草和庄稼被直接插入 75 mm 深，70 mm 边的 John Innes 方

罐中，在播种时挑出苋属，在喷洒前一星期被移入。植物在暖房中生长，直到准备好用于处理植物的化合物喷洒。每罐的植物数量如下：

杂草种类	每罐中植物数目	生长阶段
苘麻	3	1—2 片叶子
反枝苋	4	1—2 片叶子
猪殃殃	3	第一轮
药喇叭	3	1—2 片叶子
野欧白芥	4	2 片叶子
苍耳	1	2—3 片叶子

2) 草地杂草

杂草种类	每罐植物的数目	生长阶段
看麦娘属 <i>myosuroides</i>	8—12	1—2 片叶子
野燕麦	12—18	1—2 片叶子
稗属 <i>crus—galli</i>	4	2—3 片叶子
狗尾草	15—25	1—2 片叶子

3) 藎属

杂草种类	每罐植物的数目	生长阶段
莎草属 <i>esculentus</i>	3	3 片叶子

1) 阔叶

庄稼	每罐植物的数目	生长阶段
棉花	2	1 片叶子
大豆	2	2 片叶子

2) 草

庄稼	每罐植物的数目	生长阶段
玉米	2	2—3 片叶子
稻谷	4	2—3 片叶子

用于处理植物的化合物如(a)所述用于植物。每个处理给每个罐分配一种庄稼和几种杂草，用不喷洒和用丙酮单独喷洒作为对照。

处理后，罐被放入暖房中的毛状席上，24 小时后从上浇一次水，然后进行通过底部灌溉。在喷洒后 24 小时进行庄稼破坏和杂草控制的目测估评。结果以庄稼或杂草的生长或破坏的百分率降低来表示，与对照罐中的植物比较。

本发明的化合物在前面的实验中表明具有高水平的除草性能以及对所用庄稼的耐受性。

当在芽前或芽后使用 100 g/ha 的 A、B 和 C 化合物时，可看出一种或多种杂草的生长至少减少 90%。