[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int.Cl[7]
C07D249/08
A01N 43/653

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94190202.1

[45]授权公告日 2000 年 11 月 29 日

[11]授权公告号 CN 1058963C

[22]申请日 1994.4.15 [24]颁证日 2000.9.16
[21]申请号 94190202.1
[30]优先权
[32]1993.4.16 [33]JP [31]113802/1993
[86]国际申请 PCT/JP94/00629 1994.4.15
[87]国际公布 WO94/24110 日 1994.10.27
[85]进入国家阶段日期 1994.12.15
[73]专利权人 组合化学工业株式会社
地址 日本东京
共同专利权人 庵原化学工业株式会社
[72]发明人 池田唑彦 尾崎正美 穗波礼次郎 弓田隆司 矢野裕幸 中野勇树 栗原浩 平野忠美
[56]参考文献
US-A-4151169 1979.4.24 C07D249/08
US-A-4414221 1983.11.8 A01N43/653
US-A-4788210 1988.11.29 A01N43/653
审查员 周胡斌

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所
代理人 唐伟杰

权利要求书 5 页 说明书 118 页 附图页数 0 页

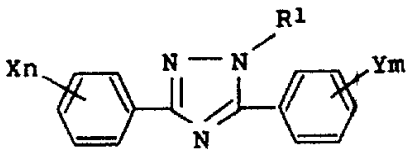
[54]发明名称 三唑衍生物、杀虫剂、杀螨剂及其制备方法

[57]摘要

本发明提供了下面通式的三唑衍生物,其中

R^1为烷基、x 为氢原子、卤原子或烷基,n 为 1 至 5 的整数,y 为卤原子 、硝基或烷基,n 为 2 至 5 的整数,以及含有这类化合物并以之作为活性成分 的杀虫剂或杀螨剂。

本发明的三唑衍生物显示优秀的杀灭有害的鳞翅目虫害,特别是杀蚜虫和螨虫 的活性。

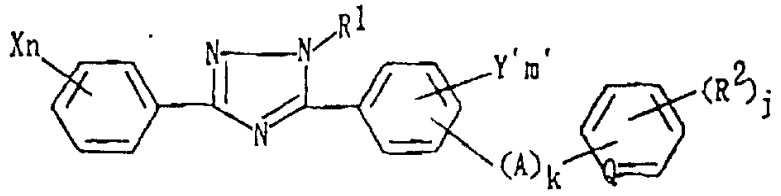


[I]

ISSN1008-4274

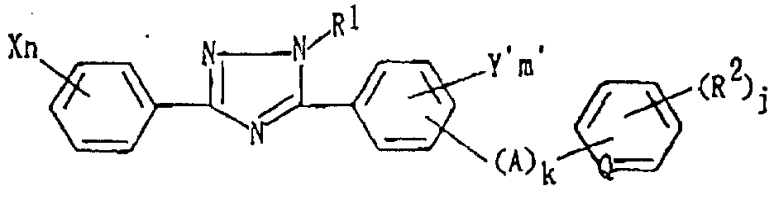
权　利　要　求　书

1．下面通式表示的三唑衍生物：



其中 R^1 为 C_{1-6} 烷基、X 为氢原子、卤原子、C_{1-6} 烷基、C_{1-6} 烷氧基、C_{1-6} 烷硫基、硝基或氰基，n 为 1 至 5 整数，条件是当 n 为 2 或更大时，X 可以为相同或不同的组合，Y' 为卤原子、C_{1-6} 烷基、C_{1-6} 烷氧基、C_{1-6} 卤代烷基、C_{1-6} 卤代烷氧基，m' 为 1－4 的整数，条件是 m' 为 2 或更大时，Y' 为相同或不同的组合，A 为氧原子、硫原子、C_{1-4} 亚烷基、C_{1-4} 亚烷基氧基、C_{1-4} 氧亚烷基、C_{1-4} 亚烷氧基 C_{1-4} 亚烷基、C_{1-4} 亚烷硫基、C_{1-4} 硫亚烷基、亚乙烯基或亚乙炔基、K 为 0 或 1，Q 为 CH－或氮原子，R^2 为氢原子、卤原子、C_{1-6} 烷基、C_{1-6} 烷氧基、三氟甲基或三氟甲氧基，j 为 1 至 5 的整数，条件是当 j 为 2 或更大时，R^2 为相同或不同的组合。

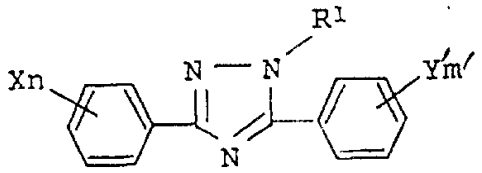
2．根据权利要求 1 的下面通式表示的三唑衍生物



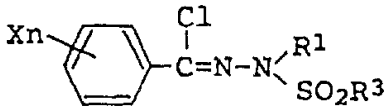
其中 R^1 为 C_{1-6} 烷基、X 为氢原子或卤原子，n 为 1 至 5 的整数，条件是当 n 为 2 或更大时，X 可以为相同或不同的组合，Y' 为卤原

子，C_{1-6}烷基，C_{1-6}烷氧基，C_{1-6}卤代烷基或C_{1-6}卤代烷氧基，m'为1－4的整数，条件是m'为2或更大时，Y'为相同或不同的组合，A为氧原子，C_{1-2}亚烷基，C_{1-2}亚烷氧基或C_{1-2}氧亚烷基，K为0或1，Q为－CH或氮原子，R^2为氢原子，卤原子，三氟甲基或三氟甲氧基，j为1至5的整数，条件是当j为2或更大时，R^2可以为相同或不同的组合。

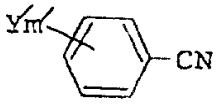
3. 制备通式I的三唑衍生物的方法:



其中R^1、X、Y'、m'和n如权利要求1中定义，该制备方法的特征在于；通式VI表示的苯腙酰氯，其中R^3为由C_{1-4}烷基或C_{1-4}烷氧基取代的苯基，

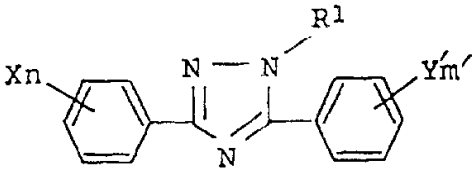


R^1、X和n如权利要求1中定义，与通式VII表示的苯甲氰衍生物反应，

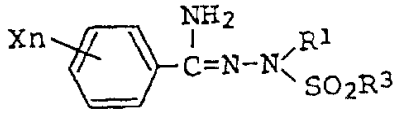


其中Y'和m'如权利要求1中定义。

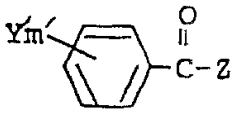
4. 制备通式I表示的三唑衍生物的方法



其中 R^1、X、Y'、m'和 n 如权利要求 1 中定义，该制备方法的特征在于：通式 VIII 表示的苯脲酸衍生物

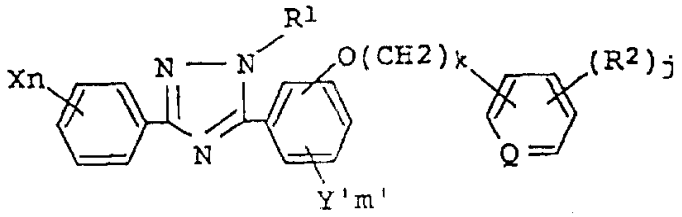


其中 R^3 为 C_{1-4}烷基或 C_{1-4}烷氧基取代的苯基，R^1，X 和 n 如权利要求 1 中定义，与通式 V 表示的苯甲酰卤反应，

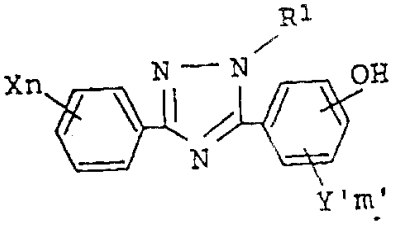


其中 Z 为卤原子、Y'和 m'如权利要求 1 中定义。

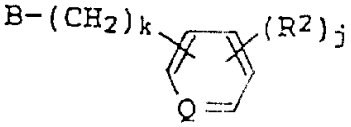
5. 制备通式 XII 代表的三唑衍生物的方法，



其中 R^1、R^2、X、Y'、Q、j、K、m'和 n 如权利要求 1 定义，该制备方法的特征在于：通式[X]代表的化合物

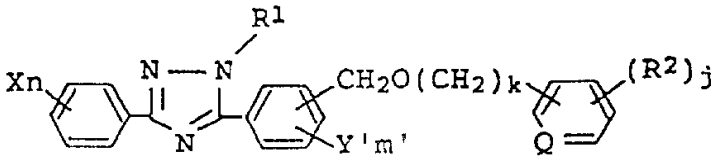


其中 R^1、X、Y'、m'和 n 如权利要求 1 中定义，与通式 XI 代表的化合物反应，

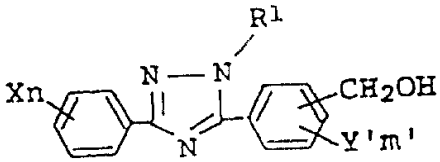


其中 B 为卤原子、R^4-SO_2-基或 R^4-SO_3-基，其中 R^4 为 C_{1-4} 烷基或取代苯基，R^2、Q、j 和 K 如权利要求 1 中定义。

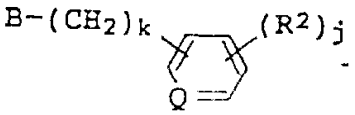
6. 制备通式 XVII 代表的三唑衍生物的方法，



其中，R^1、R^2、X、Y'、Q、j、K、m'和 n 如权利要求 1 中定义，该制备方法的特征在于：通式 XVI 的化合物

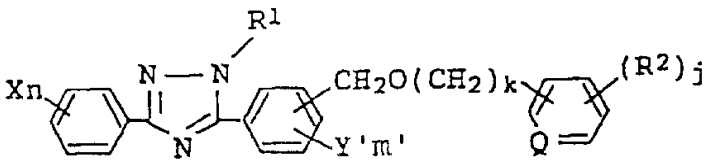


其中 R^1、X、Y'、m'和 n 如权利要求 1 中定义，与通式 XI 的化合物反应，



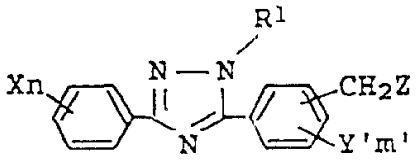
其中 B 为卤原子，R^4-SO_2或 R^4-SO_3-，其中 R^4 为 C_{1-4} 烷基或取代的苯基，R^2、Q、j 和 K 如权利要求 1 中定义。

7. 制备通式 XVIII 代表的三唑衍生物的方法，

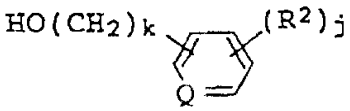


其中，R^1，R^2、X、Y'、Q、j、K、m'和 n 如权利要求 1 中定义，该

制备方法的特征在于：通式 XIV 代表的化合物



其中 Z 为卤原子，R^1、X、Y'、m'和 n 如权利要求 1 中定义，与通式 XVIII 的



化合物反应，其中 R^2、Q、j、和 K 如权利要求 1 中定义。

8. 含有权利要求 1 的三唑衍生物作为活性成分的杀虫剂。

9. 含有权利要求 1 的三唑衍生物作为活性成分的杀螨剂。

说　　明　　书

三唑衍生物、杀虫剂、杀螨剂及其制备方法

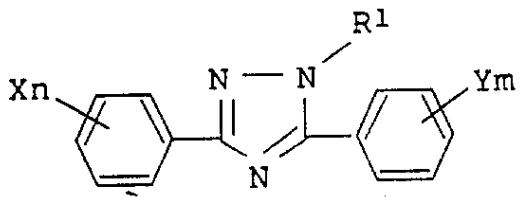
本发明涉及三唑衍生物，以这类化合物为活性组分的杀虫剂和杀螨剂，以及它们的制备方法。

作为先有技术包括与本发明的化学结构相似的化合物，到目前为止已经知道的有 JP—A—56—154464 专利说明书和 RD 278004 技术报告。他们发现这类化合物具有杀虫和杀螨活性。不过不能说在上述公开的专利说明书和技术报告中描述的化合物具有充分的杀虫和杀螨活性。

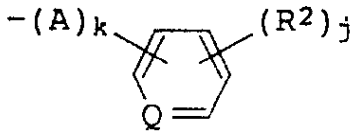
本发明已经合成一系列三唑衍生物，可用于发展新的杀虫剂和杀螨剂，本发明对这些化合物的有关生理活性进行了研究。结果发现，与 JP—A—56—154464 专利说明书和 RD 278004 技术报告中描述的具体化合物相比较，本发明的化合物对于有害的昆虫和螨却有优秀的杀伤活性。还特别发现，这些化合物的特征是在三唑环 5 位取代的苯环上具有许多取代基，而且对于螨，例如棉红蜘蛛、神泽叶蜱、柑桔红蜘蛛以及类似的螨具有优秀的杀灭作用；对于蚜虫，例如棉花蚜虫和类似虫害有优秀的杀灭作用；对于鳞翅目虫害，例如

菜蛾及类似虫害有优秀的杀灭作用，结果，本发明已经完成。

本发明涉及用通式Ⅰ表示的三唑衍生物（其中 R^1 为烷基，x 为



氢原子、卤原子、烷基、烷氧基、烷硫基、硝基、氰基或三氟甲基，n 为 1 至 5 的整数，条件是当 n 为 2 或更大时，x 可以随意为相同或不同的组合，y 为卤原子、硝基、烷基、烷氧基、烷氧烷基、烷氧烷氧基、烷硫基、烷基亚磺酰基、烷基磺酰基、烷基硫代烷基、烷基亚磺酰烷基、烷基磺酰烷基、环烷基、环烷基烷基、环烷基链烯基、环烷基炔基、卤代烷基、卤代烷氧基、三烷基甲硅烷基、三烷基甲硅烷氧基、链烯基、烯氧基、炔基、炔氧基、或由下面通式表示的基，



（其中 A 为氧原子，硫原子，低级亚烷基、低级亚烷氧基，氧低级亚烷基，低级亚烷氧低级亚烷基，低级亚烷硫基，硫代低级亚烷基、亚乙烯基或亚乙基，K 为 0 或 1，Q 为次甲基或氮原子，R^2 为氢原子、卤原子、烷基、烷氧基、三氟甲基或三氟甲氧基，j 为 1 至 5 的整数，条件是当 j 为 2 或更大时，R^2 可以是相同或不同的组合）m

为2至5的整数，y可以随意地为相同或不同的组合），以及含有这些衍生物作为活性组分的杀虫剂和杀螨剂，以及它们的制备方法。

在本说明书中，烷基是指含1至30个碳原子的直链或支链烷基，例如包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、正己基、异己基、3，3—二甲基丁基、正庚基、5—甲基己基、4—甲基己基、3—甲基己基、4，4—二甲基戊基、正辛基、6—甲基庚基、正—壬基、7—甲基辛基、正—癸基、8—甲基壬基、正—十一烷基、9—甲基癸基、正—十二烷基、10—甲基十一烷基、正十三烷基、11—甲基十二烷基、正十四烷基、12—甲基十三烷基、正十五烷基、13—甲基十四烷基、正十六烷基、正十七烷基、正十八烷基、正十九烷基、正二十烷基等。

烷氧基、烷硫基、烷基亚磺酰基和烷基磺酸基是指（烷基）—O—基、（烷基）—S—基、（烷基）SO—基和（烷基）—SO_2—基，其中的烷基部分都具有上面提到的相同意义。烷硫基烷基、烷基亚磺酰烷基和烷基磺酰烷基是指（烷基）—S—（烷基）、（烷基）—SO—（烷基）和（烷基）—SO_2—（烷基），其中各个烷基部分都具有上面提到的相同意义。卤原子包括氟、氯、溴、碘。

烯基为含2至20个碳原子的直链或支链烯基，例如乙烯基、丙烯基、异丙烯基、丁烯基、戊烯基、己烯基、庚烯基、壬烯基、3—甲基—1—丁烯基、4—甲基—1—戊烯基等。

炔基为含2至20个碳原子的直链或支链炔基，例如乙炔基、丙

炔基、丁炔基、戊炔基、己炔基、3，3—二甲基—1—丁炔基、4—甲基—1—戊炔基、3—甲基—1—戊炔基、5—甲基—1—己炔基、4—甲基—1—己炔基、3—甲基—1—己炔基、庚炔基、壬炔基、癸炔基、十一炔基、十二炔基、十三炔基、十四炔基、十五炔基、十六炔基等。

环烷基为含 3 至 12 个碳原子的环烷基，例如环丙基、环丁基、环戊基、环己基、环庚基、环壬基等。环烷基烷基为含 6 至 12 个碳原子的环烷基烷基，例如环戊基甲基、环己基甲基、环戊基乙基、环己基乙基、环戊基丙基、环己基丙基、环己基戊基等。

环烷基烷氧基为（环烷基烷基）—O—基，其中环烷基烷基部分具有上面提到的相同意义。环烷基烯基为含 5 至 12 个碳原子的环烷基烯基，例如环戊基乙烯基、环己基乙烯基、3—环戊基—1—丙烯基、3—环己基—1—丙烯基、5—环己基—1—丙烯基等。环烷基炔基为 5 至 12 个碳原子的环烷基炔基，例如环戊基乙炔基、环己基乙炔基、3—环戊基—1—丙炔基、3—环己基 1—丙炔基等。

卤代烷基为 1 个卤原子取代的烷基，例如三氟甲基、五氟乙基，等。卤代烷氧基为（卤代烷基）—O—基，其中卤代烷基部分具有上面描述的相同意义。

三烷基甲硅烷基为，例如三甲基甲烷甲基、二甲基乙基甲硅烷甲基、丁基二甲基甲硅烷甲基等。三烷基甲硅烷氧基为（三烷基甲硅烷基）—O—基，其中三烷基甲硅烷基部分具有上面描述的相同意

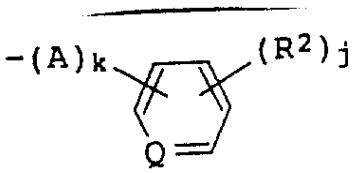
义。

低级亚烷基包括，例如亚甲基、亚乙基、甲基亚甲基、次丙基、1—甲基亚乙基、二甲基亚甲基、次丁基、1—甲基次丙基、2—甲基次丙基等。低级亚烷氧基为（低级亚烷基）—O—基，其中低级亚烷基部分具有上面描述的相同意义。氧低级亚烷基为—O—（低级亚烷基），其中的低级亚烷基具有上面描述的相同意义。

低级亚烷氧低级亚烷基为（低级亚烷基）—O—（低级亚烷基），其中的低级亚烷基具有上面描述的相同意义。低级亚烷硫基为—（低级亚烷基）—S—基，其中的低级亚烷基具有上面描述的相同意义。硫代低级亚烷基为—S—（低级亚烷基），其中的低级亚烷基具有上面描述的相同意义。

作为通式I的优选的化合物，可以提到一类这样的化合物，其中R^1为含1至6个碳原子的直链或支链烷基，最好是甲基，x为氢原子，卤原子、含1至4个碳原子的直链或支链烷基、氮原子、氰基或三氟甲基，n为1至3的整数，条件是当n为2或3时，x可以随意为相同或不同的组合，y为卤原子、硝基、含1至20个碳原子的直链或支链烷基、含1至20个碳原子的直链或支链烷氧基、含3至12个碳原子的环烷基、含6至12个碳原子的环烷基烷基、含3至12个碳原子的环烷基烷氧基、含1至20个碳原子的直链或支链烷硫基、烷基亚磺酰基、烷基磺酰基、含3至16个碳原子的直链或支链炔基、含5至12个碳原子的环烷基炔基、三（烷基）甲硅烷基、三

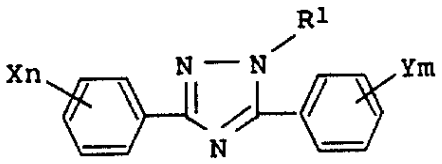
(烷基) 甲硅烷氧基，或由下面的通式表示的基团：



(其中 A 为氧原子、硫原子、低级亚烷基、低级亚烷氧基、氧低级亚烷基或低级亚烷氧低级亚烷氧基，K 为 0 或 1，Q 为次甲基或氮原子，R^2 为氢原子、卤原子、烷基、烷氧基、三氟甲基或三氟甲氧基，j 为 1 至 5 的整数，条件是当 j 为 2 或更大时，R^2 可随意为相同或不同的组合)，m 为 2 至 5 的整数，y 可以随意为相同或不同的组合。

本发明的通式 I 的化合物例见于表 1 和表 2。为了后面便于描进，化合物进行了编号。

表 1



化合物号	R^1	Xn	Ym	熔点(℃)或折光指数(n_D^{20})
1	CH_3	2-Cl	2-Cl, 3-NO_2	124.0-125.0
2	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 3-NO_2	112.0-114.0
3	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-NO_2	
4	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-NO_2	144.0-148.0
5	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-NO_2	129.0-130.0
6	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 5-NO_2	121.0-124.0
7	CH_3	2-Cl	3-NO_2, 4-Cl	
8	CH_3	2-Cl, 6-F	3-NO_2, 4-Cl	124.0-126.5
9	CH_3	2-Cl	2,6-Cl_2, 3-NO_2	155.0-156.0
10	CH_3	2-Cl, 6-F	2,6-Cl_2, 3-NO_2	108.0-109.0
11	CH_3	2-Cl	2,6-Cl_2, 4-NO_2	
12	CH_3	2-Cl, 6-F	2,6-Cl_2, 4-NO_2	158.0-162.0
13	CH_3	2-Cl	2,4-Cl_2, 3,5-$(NO_2)_2$	
14	CH_3	2-Cl, 6-F	2,4-Cl_2, 3,5-$(NO_2)_2$	
15	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_2H_5	75.5-77.5
16	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_2H_5	1.5930
17	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-C_2H_5	
18	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_3H_7	70.0-72.0
19	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_3H_7	1.5868
20	C_2H_5	2-Cl	2-Cl, 4-C_3H_7	
21	C_2H_5	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_3H_7	
22	C_3H_7-i	2-Cl	2-Cl, 4-C_3H_7	
23	C_3H_7-i	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_3H_7	
24	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_3H_7-i	90.0-92.0
25	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_3H_7-i	
26	CH_3	2-Cl	2,4,6-$(C_3H_7$-i$)_3$	
27	CH_3	2-Cl, 6-F	2,4,6-$(C_3H_7$-i$)_3$	

表 1（续）

化合物号	R^1	Xn	Ym	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
28	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_4H_9	1.5962
29	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_4H_9	1.5667
30	CH_3	H	2-Cl, 5-C_4H_9-t	
31	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-C_4H_9-t	1.5931
32	CH_3	2-Cl,6-F	2-Cl, 5-C_4H_9-t	1.5943
33	CH_3	2,6-F_2	2-OC_2H_5, 4-C_4H_9-t	146.0-148.0
34	CH_3	2-Cl	2-OC_2H_5, 4-C_4H_9-t	1.5818
35	CH_3	2-Cl, 6-F	2-OC_2H_5, 4-C_4H_9-t	108.0-111.0
36	CH_3	2,6-F_2	2-Cl, 4-C_5H_{11}	1.5629
37	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_5H_{11}	1.5849
38	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_5H_{11}	1.5710
39	CH_3	2,6-F_2	2-Cl, 4-C_6H_{13}	1.5591
40	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_6H_{13}	1.5830
41	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_6H_{13}	1.5638
42	CH_3	2-Cl	2-F, 5-C_6H_{13}	1.5779
43	CH_3	2-Cl, 6-F	2-F, 5-C_6H_{13}	1.5608
44	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-C_7H_{15}	1.5824
45	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-C_7H_{15}	
46	CH_3	2,6-F_2	2-F, 5-$C_{11}H_{23}$	70.0-73.0
47	CH_3	2-Cl	2-F, 5-$C_{11}H_{23}$	35.0-37.0
48	CH_3	2-Cl, 6-F	2-F, 5-$C_{11}H_{23}$	1.5419
49	CH_3	2,6-F_2	2-Cl, 4-$C_{12}H_{25}$	
50	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-$C_{12}H_{25}$	76.0-77.0
51	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-$C_{12}H_{25}$	1.5490
52	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$C_{15}H_{31}$	
53	CH_3	H	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
54	CH_3	2-CH_3	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
55	CH_3	2-OCH_3	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
56	CH_3	2-SCH_3	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
57	CH_3	2-NO_2	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
58	CH_3	2-CN	3,5-$(OC_2H_5)_2$	

表 1（续）

化合物号	R1	Xn	Ym	熔点（℃）或折光指数(n_D^{20})
59	CH_3	2-CF_3	3,5-$(OC_2H_5)_2$	
60	CH_3	2-Cl	2-OC_2H_5, 4,5-Cl_2	
61	CH_3	2-Cl, 6-F	2-OC_2H_5,4,5-Cl_2	115.0-117.0
62	CH_3	2-Cl	2-OC_2H_5, 4,5-F_2	
63	CH_3	2-Cl,6-F	2-OC_2H_5, 4,5-F_2	1.5590
64	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-OC_4H_9	60.0-62.0
65	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-OC_4H_9	1.5631
66	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-OC_5H_{11}	71.0-73.0
67	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-OC_5H_{11}	
68	CH_3	2-Cl, 6-F	3-OC_5H_{11}, 4-Cl	不可测定
69	CH_3	2-Cl, 6-F	3-OC_5H_{11}-i, 4-Cl	
70	CH_3	2-Cl	3,5-$(OC_5H_{11})_2$	
71	CH_3	2-Cl, 6-F	3,5-$(OC_5H_{11})_2$	
72	CH_3	2,6-Cl_2	2-Cl, 4-OC_8H_{17}	1.5728
73	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-OC_8H_{17}	51.0-54.0
74	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-OC_8H_{17}	1.5641
75	CH_3	2-Cl	3-Cl, 4-OC_8H_{17}	47.0-49.0
76	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-OC_8H_{17}	1.5658
77	CH_3	2-Cl	3-OC_8H_{17}, 4-Cl	不可测定
78	CH_3	2-Cl, 6-F	3-OC_8H_{17}, 4-Cl	1.5658
79	CH_3	2-Cl	3,5-$(OC_8H_{17})_2$	
80	CH_3	2-Cl, 6-F	3,5-$(OC_8H_{17})_2$	
81	CH_3	2-NO_2	3-Cl, 4-$OC_{12}H_{25}$	
82	CH_3	2-SCH_3	3-Cl, 4-$OC_{12}H_{25}$	
83	CH_3	2-Cl	3-Cl, 4-$OC_{15}H_{31}$	
84	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$OC_{15}H_{31}$	
85	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-CH_2OCH_3	
86	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$(CH_2)_3OC_3H_7$	
87	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-$OC_2H_4OCH_3$	1.5946
88	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-$OC_2H_4OCH_3$	
89	CH_3	2-Cl,6-F	3-SCH_3, 4-Cl	

表 1（续）

化合物号	R^1	Xn	Ym	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
90	CH_3	2-Cl, 6-F	3-SC_3H_7, 4-Cl	
91	CH_3	2-Cl, 6-F	3-SC_6H_{13}, 4-Cl	
92	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$SOCH_3$, 4-Cl	
93	CH_3	2-Cl, 6-F	3-SOC_3H_7, 4-Cl	
94	CH_3	2-Cl, 6-F	3-SOC_6H_{13}, 4-Cl	
95	CH_3	2-Cl, 6-F	3-SO_2CH_3, 4-Cl	
96	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$SO_2C_3H_7$, 4-Cl	
97	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$SO_2C_6H_{13}$, 4-Cl	
98	CH_3	2-Cl, 6-F	3-CH_2SCH_3, 4-C_2H_5	
99	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SC_3H_7$, 4-C_2H_5	
100	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$CH_2SC_5H_{11}$	
101	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$CH_2SC_5H_{11}$	
102	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SC_6H_{13}$, 4-C_2H_5	
103	CH_3	2-Cl, 6-F	3-CH_2SOCH_3, 4-C_2H_5	
104	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SOC_3H_7$, 4-C_2H_5	
105	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$CH_2SOC_5H_{11}$	
106	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$CH_2SOC_5H_{11}$	
107	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SOC_6H_{13}$, 4-C_2H_5	
108	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$CH_2SO_2C_5H_{11}$	
109	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$CH_2SO_2C_5H_{11}$	
110	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SO_2CH_3$, 4-C_2H_5	
111	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SO_2C_3H_7$, 4-C_2H_5	
112	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2SO_2C_6H_{13}$, 4-C_2H_5	
113	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-C_2F_5	
114	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 5-C_2F_5	
115	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-C_4F_9	
116	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 5-C_4F_9	1.5110
117	CH_3	2-Cl	3-C_4F_9, 4-Cl	
118	CH_3	2-Cl, 6-F	3-C_4F_9, 4-Cl	1.5392
119	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-C_6F_{13}	70.0-76.0
120	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 5-C_6F_{13}	78.0-82.0

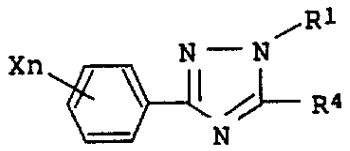
表 1（续）

化合物号	R1	Xn	Ym	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
121	CH_3	2-Cl, 6-F	2-F, 5-C_4F_9	1.5090
122	CH_3	2-Cl	3,5-Cl_2, 5-C_8F_{17}	
123	CH_3	2-Cl, 6-F	3,5-Cl_2, 5-$O(CF_2)_2H$	96.0-101.0
124	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$(CH_2)_2C_4F_9$	
125	CH_3	2-Cl	2-Cl, 5-OC_2F_5	
126	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 5-OC_2F_5	
127	CH_3	2-Cl	3-Cl, 4-$O(CH_2)_2C_4F_9$	
128	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$O(CH_2)_2C_4F_9$	
129	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$CH_2Si(CH_3)_3$	
130	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$CH_2Si(CH_3)_3$	
131	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$OCH_2Si(CH_3)_3$	
132	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$OCH_2Si(CH3)_3$	
133	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH=CH_2$, 4-Cl	
134	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-$CH=CHCH_3$	
135	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-$CH=CHCH_3$	
136	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$CH_2CH=CHC_3H_7$, 4-Cl	
137	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$OCH=CH_2$, 4-Cl	
138	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-$OCH_2CH=CH_2$	1.6083
139	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-$OCH_2CH=CH_2$	
140	CH_3	2-Cl, 6-F	3-$OCH_2CH=CHC_3H_7$, 4-Cl	
141	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$C\equiv CH$	
142	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$C\equiv CC_4H_9$	
143	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$OC\equiv CH$	
144	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Cl, 4-$OC\equiv CC_4H_9$	
145	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-$OCH_2C\equiv CH$	103.5-105.0
146	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-$OCH_2C\equiv CH$	

表 1（续）

化合物号	R^1	Xn	Ym	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
147	CH_3	2-Cl	2-Cl, 4-	
148	CH_3	2-Cl, 6-F	2-Cl, 4-	
149	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-C_2H_4-	
150	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-C_2H_4-	
151	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-CH=CH-	
152	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-CH=CH-	
153	CH_3	2-Cl	3-Br, 4-CH≡CH-	
154	CH_3	2-Cl, 6-F	3-Br, 4-CH≡CH-	

表 2



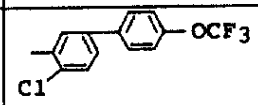
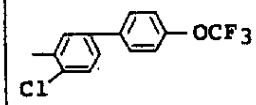
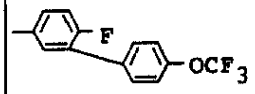
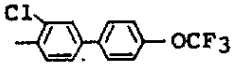
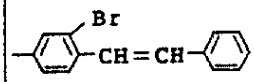
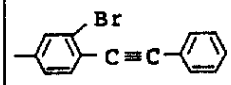
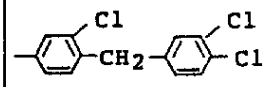
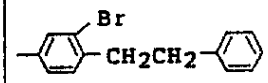
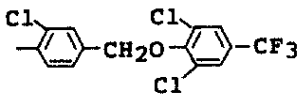
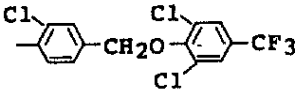
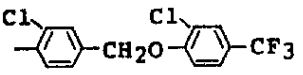
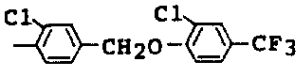
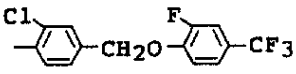
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点(℃)或折光指数(n_D^{20})
155	CH_3	2-Cl		
156	CH_3	2-Cl, 6-F		
157	CH_3	2-Cl, 6-F		117.0-119.0
158	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5925
159	CH_3	2-Cl, 6-F		
160	CH_3	2-Cl, 6-F		
161	CH_3	2-Cl, 6-F		179.0-185.0
162	CH_3	2-Cl, 6-F		
163	CH_3	2,6-F_2		
164	CH_3	2-Cl, 6-F		
165	CH_3	2,6-F_2		
166	CH_3	2-Cl, 6-F		
167	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

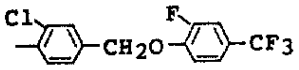
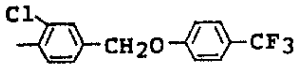
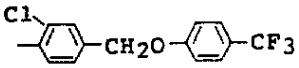
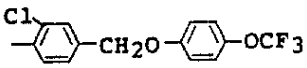
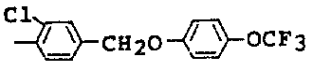
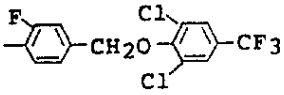
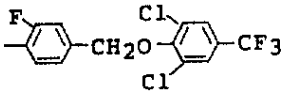
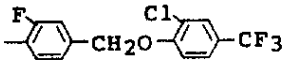
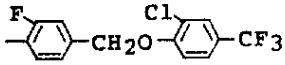
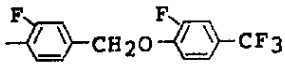
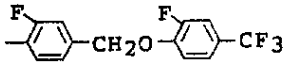
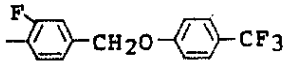
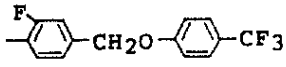
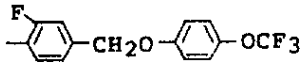
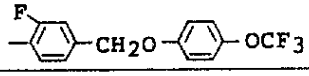
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
168	CH_3	2-Cl, 6-F		
169	CH_3	$2,6-F_2$		
170	CH_3	2-Cl, 6-F		
171	CH_3	$2,6-F_2$		
172	CH_3	2-Cl, 6-F		
173	CH_3	$2,6-F_2$		
174	CH_3	2-Cl, 6-F		
175	CH_3	$2,6-F_2$		
176	CH_3	2-Cl, 6-F		
177	CH_3	$2,6-F_2$		
178	CH_3	2-Cl, 6-F		
179	CH_3	$2,6-F_2$		
180	CH_3	2-Cl, 6-F		
181	CH_3	$2,6-F_2$		
182	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

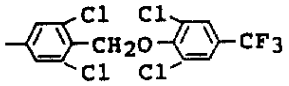
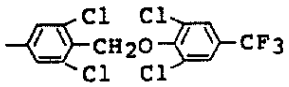
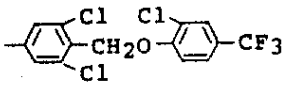
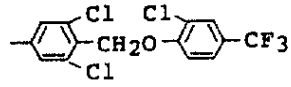
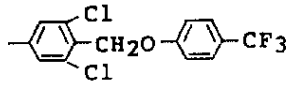
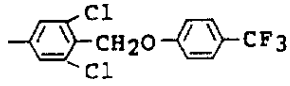
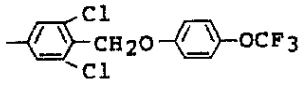
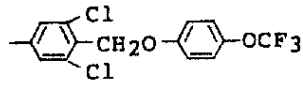
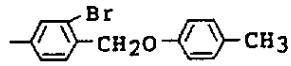
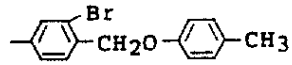
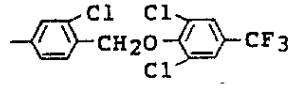
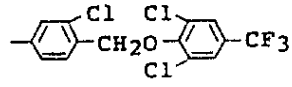
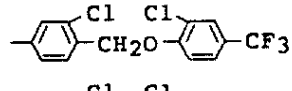
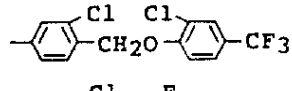
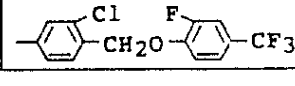
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
183	CH_3	2,6-F_2		
184	CH_3	2-Cl, 6-F		
185	CH_3	2,6-F_2		
186	CH_3	2-Cl, 6-F		
187	CH_3	2,6-F_2		
188	CH_3	2-Cl, 6-F		
189	CH_3	2,6-F_2		
190	CH_3	2-Cl, 6-F		
191	CH_3	2-Cl		
192	CH_3	2-Cl, 6-F		
193	CH_3	2,6-F_2		
194	CH_3	2-Cl, 6-F		
195	CH_3	2,6-F_2		
196	CH_3	2-Cl, 6-F		113.0-114.0
197	CH_3	2-Cl, 6-F		1.6010

表 2（续）

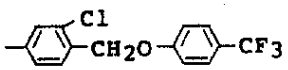
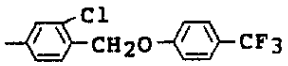
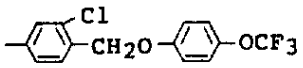
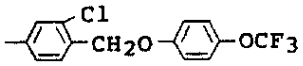
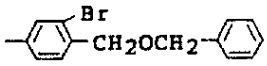
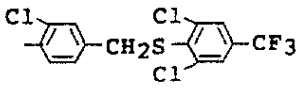
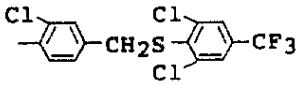
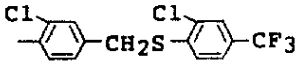
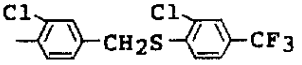
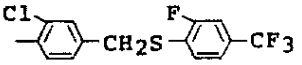
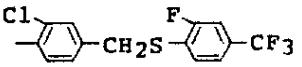
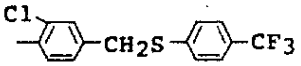
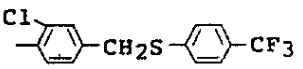
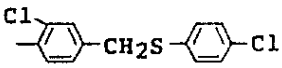
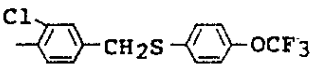
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
198	CH_3	2,6-F_2		
199	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5961
200	CH_3	2,6-F_2		
201	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5701
202	CH_3	2-Cl, 6-F		
203	CH_3	2,6-F_2		
204	CH_3	2-Cl, 6-F		
205	CH_3	2,6-F_2		
206	CH_3	2-Cl, 6-F		
207	CH_3	2,6-F_2		
208	CH_3	2-Cl, 6-F		
209	CH_3	2,6-F_2		
210	CH_3	2-Cl, 6-F		
211	CH_3	2-Cl, 6-F		
212	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

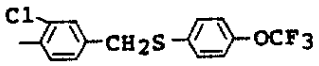
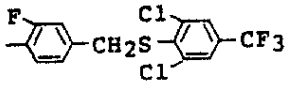
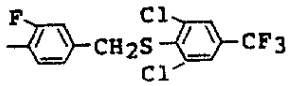
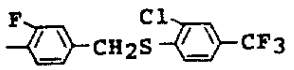
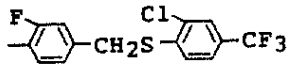
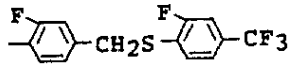
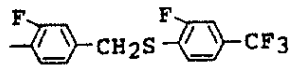
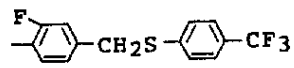
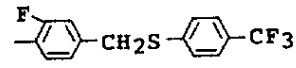
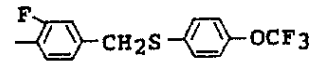
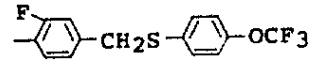
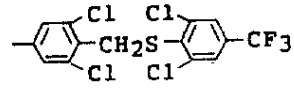
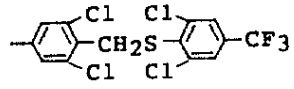
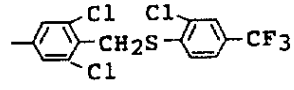
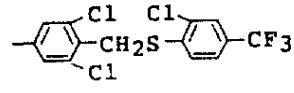
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
213	CH_3	2-Cl, 6-F		
214	CH_3	2,6-F_2		
215	CH_3	2-Cl, 6-F		
216	CH_3	2,6-F_2		
217	CH_3	2-Cl, 6-F		
218	CH_3	2,6-F_2		
219	CH_3	2-Cl, 6-F		
220	CH_3	2,6-F_2		
221	CH_3	2-Cl, 6-F		
222	CH_3	2,6-F_2		
223	CH_3	2-Cl, 6-F		
224	CH_3	2,6-F_2		
225	CH_3	2-Cl, 6-F		
226	CH_3	2,6-F_2		
227	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

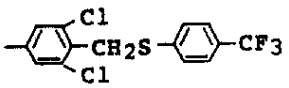
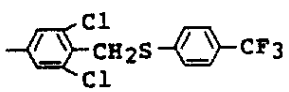
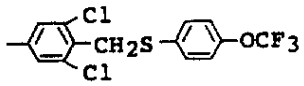
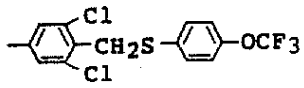
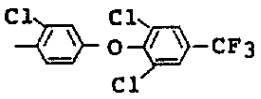
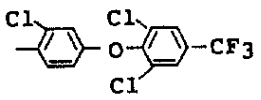
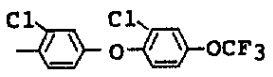
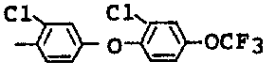
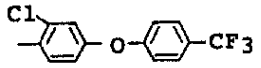
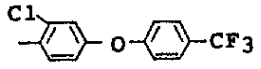
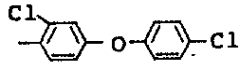
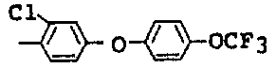
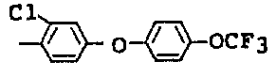
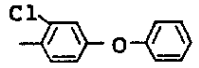
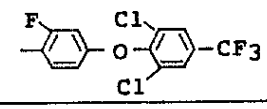
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃ 或折光指数（n_D^{20}）
228	CH_3	2,6-F_2		
229	CH_3	2-Cl, 6-F		
230	CH_3	2,6-F_2		
231	CH_3	2-Cl, 6-F		
232	CH_3	2,6-F_2		
233	CH_3	2-Cl, 6-F		
234	CH_3	2,6-F_2		
235	CH_3	2-Cl, 6-F		
236	CH_3	2,6-F_2		
237	CH_3	2-Cl, 6-F		
238	CH_3	2-Cl, 6-F		
239	CH_3	2,6-F_2		
240	CH_3	2-Cl, 6-F		
241	CH_3	2-Cl, 6-F		135.0-140.0
242	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

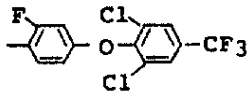
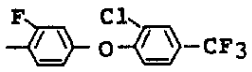
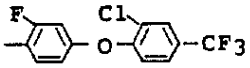
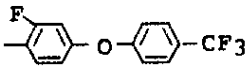
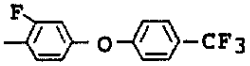
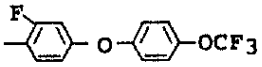
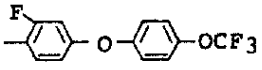
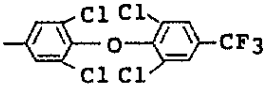
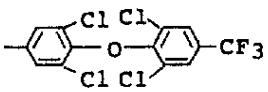
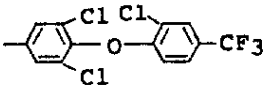
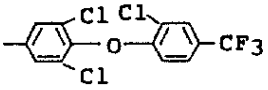
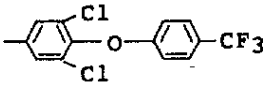
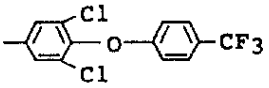
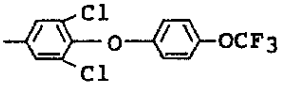
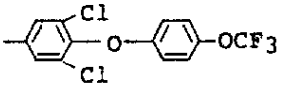
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃ 或折光指数 (n_D^{20})
243	CH_3	2-Cl, 6-F		
244	CH_3	2,6-F_2		
245	CH_3	2-Cl, 6-F		
246	CH_3	2,6-F_2		
247	CH_3	2-Cl, 6-F		
248	CH_3	2,6-F_2		
249	CH_3	2-Cl, 6-F		
250	CH_3	2,6-F_2		
251	CH_3	2-Cl, 6-F		
252	CH_3	2,6-F_2		
253	CH_3	2-Cl, 6-F		
254	CH_3	2,6-F_2		
255	CH_3	2-Cl, 6-F		
256	CH_3	2,6-F_2		
257	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

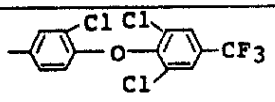
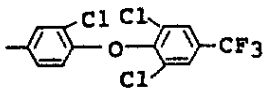
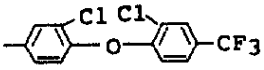
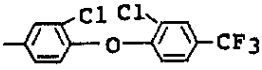
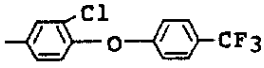
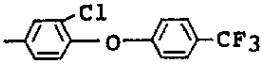
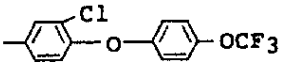
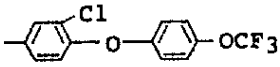
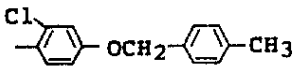
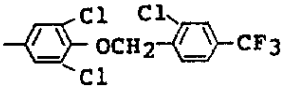
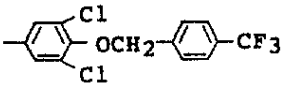
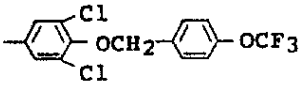
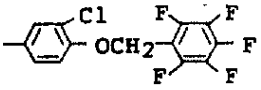
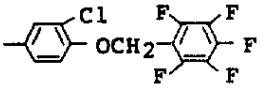
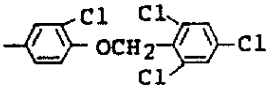
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
258	CH_3	2,6-F_2		
259	CH_3	2-Cl, 6-F		67.0-72.0
260	CH_3	2,6-F_2		
261	CH_3	2-Cl, 6-F		
262	CH_3	2,6-F_2		
263	CH_3	2-Cl, 6-F		
264	CH_3	2,6-F_2		
265	CH_3	2-Cl, 6-F		
266	CH_3	2-Cl, 6-F		
267	CH_3	2-Cl, 6-F		101.0-107.0
268	CH_3	2-Cl, 6-F		115.0-120.0
269	CH_3	2-Cl, 6-F		74.0-77.0
270	CH_3	2-Cl		
271	CH_3	2-Cl, 6-F		
272	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

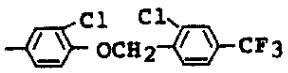
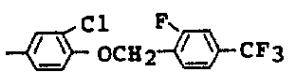
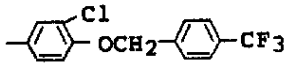
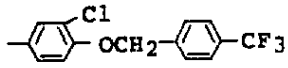
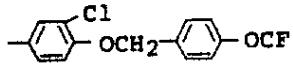
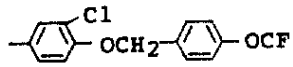
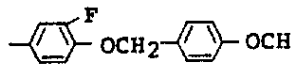
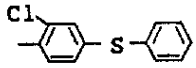
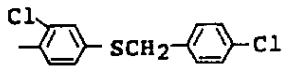
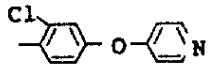
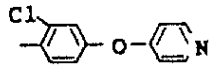
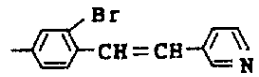
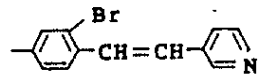
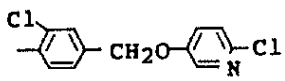
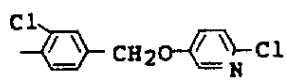
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
273	CH_3	2-Cl, 6-F		156.0-159.0
274	CH_3	2-Cl, 6-F		109.0-111.0
275	CH_3	2-Cl, 6-F		43.0-47.0
276	CH_3	2,6-F_2		171.0-177.0
277	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5680
278	CH_3	2,6-F_2		132.0-136.0
279	CH_3	2-Cl, 6-F		
280	CH_3	2-Cl		
281	CH_3	2-Cl, 6-F		
282	CH_3	2-Cl		
283	CH_3	2-Cl, 6-F		
284	CH_3	2-Cl		
285	CH_3	2-Cl, 6-F		
286	CH_3	2,6-F_2		
287	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

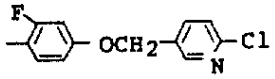
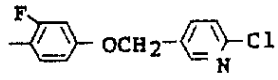
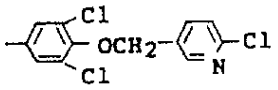
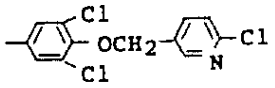
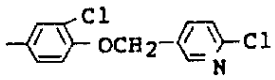
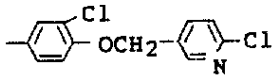
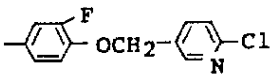
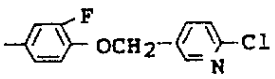
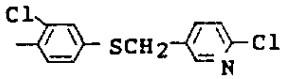
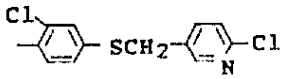
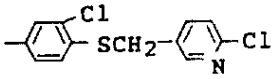
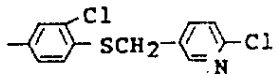
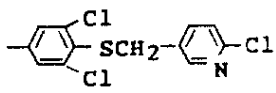
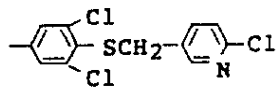
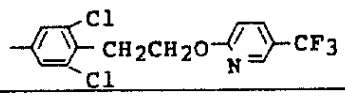
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
288	CH_3	2,6-F_2		
289	CH_3	2-Cl, 6-F		
290	CH_3	2,6-F_2		
291	CH_3	2-Cl, 6-F		
292	CH_3	2,6-F_2		
293	CH_3	2-Cl, 6-F		
294	CH_3	2,6-F_2		
295	CH_3	2-Cl, 6-F		
296	CH_3	2-Cl		
297	CH_3	2-Cl, 6-F		
298	CH_3	2,6-F_2		
299	CH_3	2-Cl, 6-F		
300	CH_3	2,6-F_2		
301	CH_3	2-Cl, 6-F		
302	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

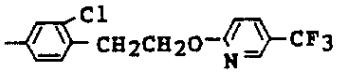
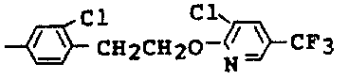
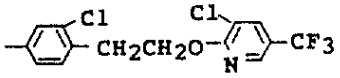
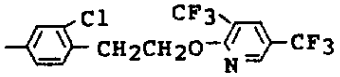
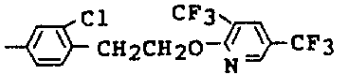
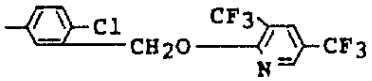
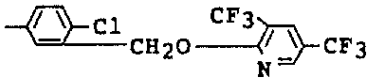
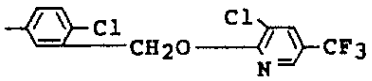
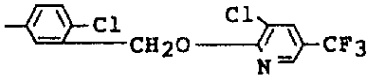
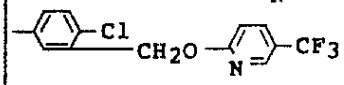
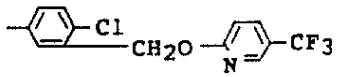
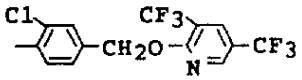
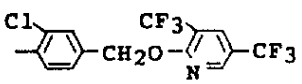
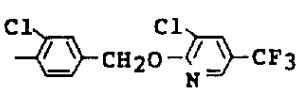
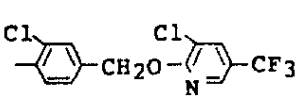
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
303	CH_3	2-Cl, 6-F		
304	CH_3	2,6-F_2		
305	CH_3	2-Cl, 6-F		
306	CH_3	2,6-F_2		
307	CH_3	2-Cl, 6-F		
308	CH_3	2,6-F_2		
309	CH_3	2-Cl, 6-F		
310	CH_3	2,6-F_2		
311	CH_3	2-Cl, 6-F		135.0-139.0
312	CH_3	2,6-F_2		
313	CH_3	2-Cl, 6-F		109.0-112.0
314	CH_3	2,6-F_2		
315	CH_3	2-Cl, 6-F		
316	CH_3	2,6-F_2		
317	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定

表 2（续）

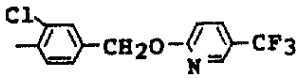
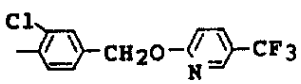
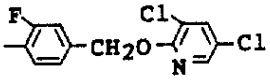
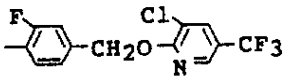
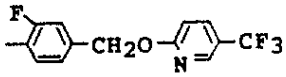
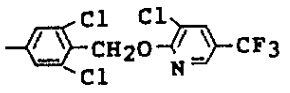
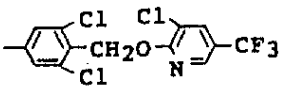
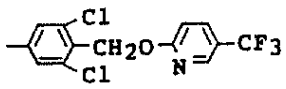
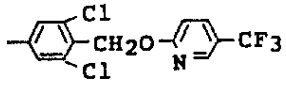
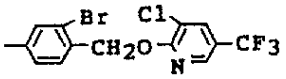
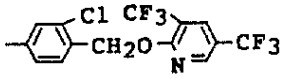
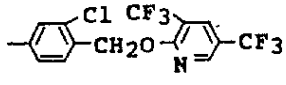
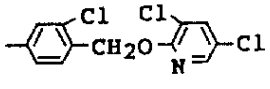
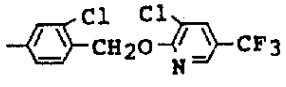
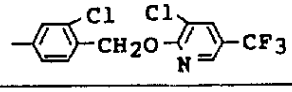
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数(n_D^{20})
318	CH_3	2,6-F_2		
319	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5698
320	CH_3	2-Cl, 6-F		123.5-126.0
321	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5638
322	CH_3	2-Cl, 6-F		137.0-141.0
323	CH_3	2,6-F_2		
324	CH_3	2-Cl, 6-F		
325	CH_3	2,6-F_2		
326	CH_3	2-Cl, 6-F		
327	CH_3	2-Cl, 6-F		
328	CH_3	2,6-F_2		
329	CH_3	2-Cl, 6-F		
330	CH_3	2-Cl, 6-F		153.0-155.0
331	CH_3	2,6-F_2		
332	CH_3	2-Cl, 6-F		47.0-49.0

表 2（续）

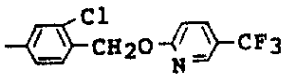
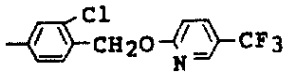
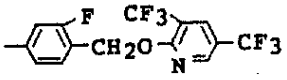
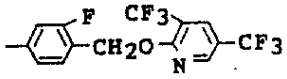
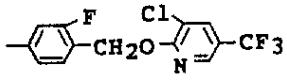
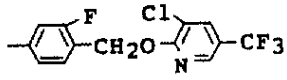
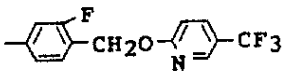
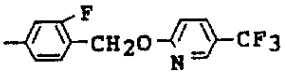
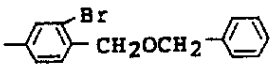
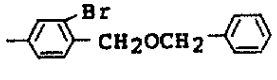
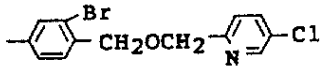
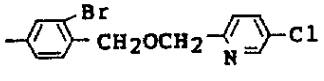
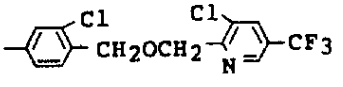
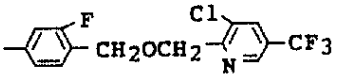
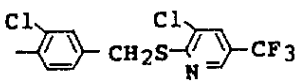
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
333	CH_3	2,6-F_2		
334	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5879
335	CH_3	2,6-F_2		
336	CH_3	2-Cl, 6-F		
337	CH_3	2,6-F_2		
338	CH_3	2-Cl, 6-F		88.0-90.0
339	CH_3	2,6-F_2		
340	CH_3	2-Cl, 6-F		
341	CH_3	2-Cl		
342	CH_3	2-Cl, 6-F		
343	CH_3	2-Cl		
344	CH_3	2-Cl, 6-F		
345	CH_3	2-Cl, 6-F		109.5-112.0
346	CH_3	2-Cl, 6-F		
347	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

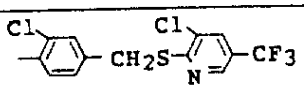
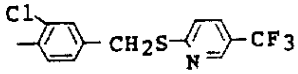
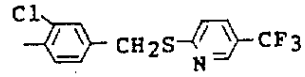
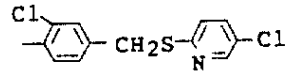
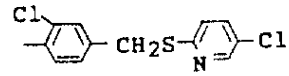
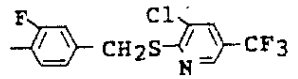
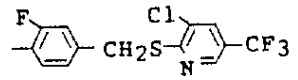
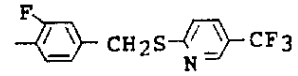
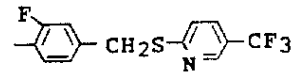
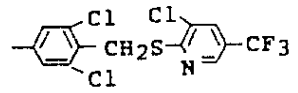
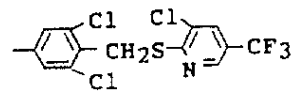
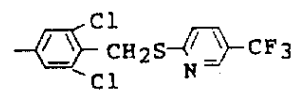
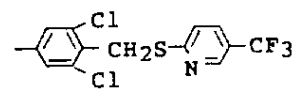
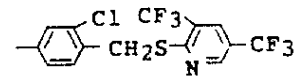
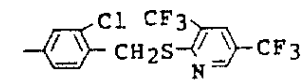
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
348	CH_3	2-Cl, 6-F		
349	CH_3	2,6-F_2		
350	CH_3	2-Cl, 6-F		
351	CH_3	2-Cl		
352	CH_3	2-Cl, 6-F		
353	CH_3	2,6-F_2		
354	CH_3	2-Cl, 6-F		
355	CH_3	2,6-F_2		
356	CH_3	2-Cl, 6-F		
357	CH_3	2,6-F_2		
358	CH_3	2-Cl, 6-F		
359	CH_3	2,6-F_2		
360	CH_3	2-Cl, 6-F		
361	CH_3	2,6-F_2		
362	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

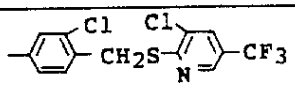
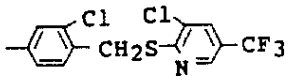
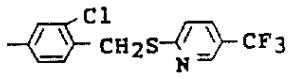
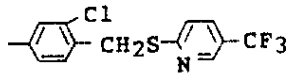
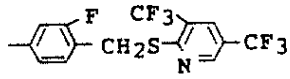
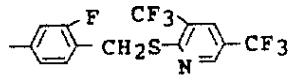
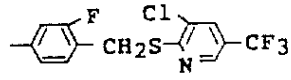
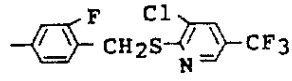
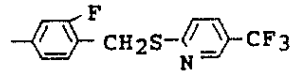
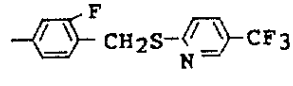
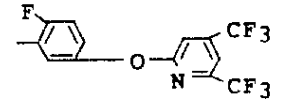
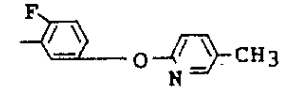
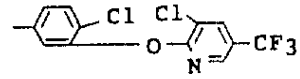
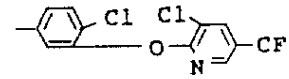
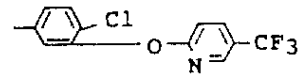
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
363	CH_3	2,6-F_2		
364	CH_3	2-Cl,6-F		
365	CH_3	2,6-F_2		
366	CH_3	2-Cl,6-F		
367	CH_3	2,6-F_2		
368	CH_3	2-Cl,6-F		
369	CH_3	2,6-F_2		
370	CH_3	2-Cl,6-F		
371	CH_3	2,6-F_2		
372	CH_3	2-Cl,6-F		
373	CH_3	2-Cl,6-F		1.5391
374	CH_3	2-Cl,6-F		108.0-111.0
375	CH_3	2,6-F_2		
376	CH_3	2-Cl,6-F		58.0-62.0
377	CH_3	2,6-F_2		不可测定

表 2（续）

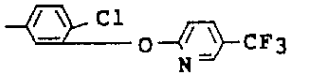
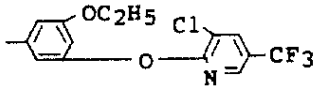
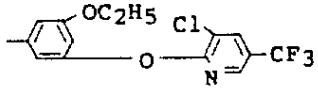
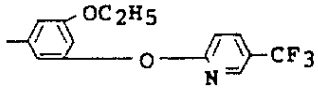
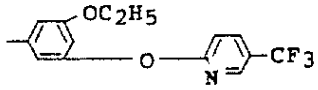
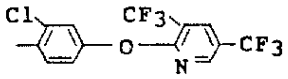
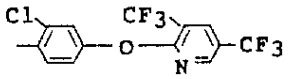
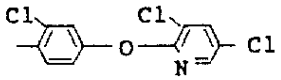
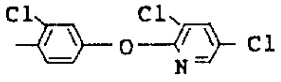
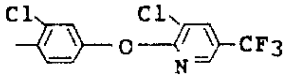
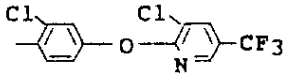
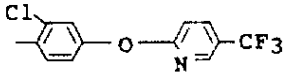
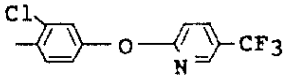
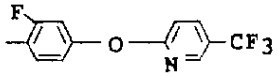
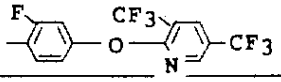
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
378	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
379	CH_3	2,6-F_2		
380	CH_3	2-Cl, 6-F		
381	CH_3	2,6-F_2		
382	CH_3	2-Cl, 6-F		
383	CH_3	2,6-F_2		
384	CH_3	2-Cl, 6-F		
385	CH_3	2,6-F_2		
386	CH_3	2-Cl, 6-F		
387	CH_3	2,6-F_2		
388	CH_3	2-Cl, 6-F		
389	CH_3	2-Cl		104.0-108.0
390	CH_3	2-Cl, 6-F		139.0-141.0
391	CH_3	2-Cl, 6-F		110.0-112.0
392	CH_3	2,6-F_2		

表 2（续）

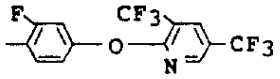
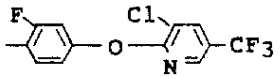
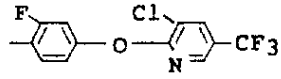
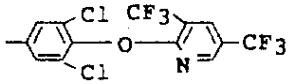
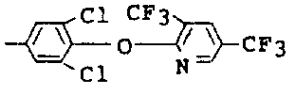
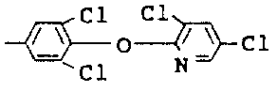
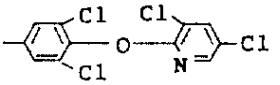
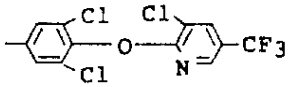
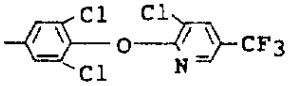
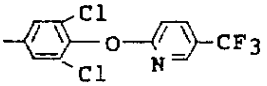
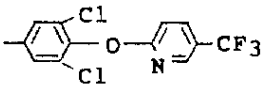
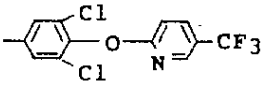
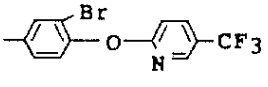
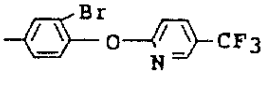
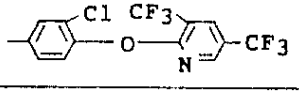
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
393	CH_3	2-Cl, 6-F		
394	CH_3	$2,6-F_2$		
395	CH_3	2-Cl, 6-F		127.0-132.0
396	CH_3	$2,6-F_2$		
397	CH_3	2-Cl, 6-F		
398	CH_3	$2,6-F_2$		
399	CH_3	2-Cl, 6-F		
400	CH_3	$2,6-F_2$		129.0-130.0
401	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
402	CH_3	$2,6-F_2$		
403	CH_3	2-Cl		150.0-152.0
404	CH_3	2-Cl, 6-F		149.0-151.5
405	CH_3	$2,6-F_2$		
406	CH_3	2-Cl, 6-F		140.0-144.0
407	CH_3	$2,6-F_2$		

表 2（续）

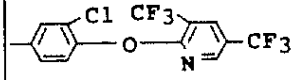
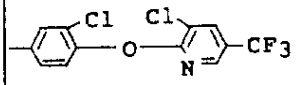
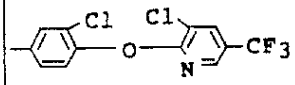
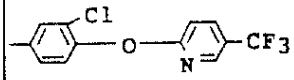
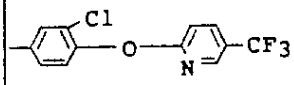
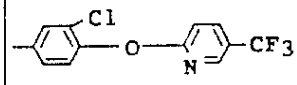
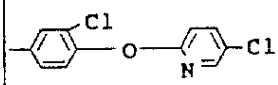
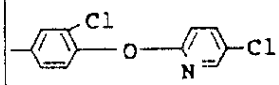
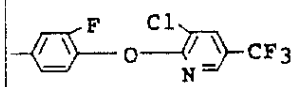
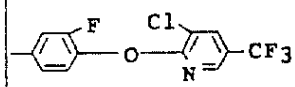
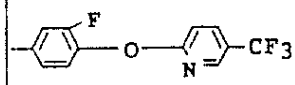
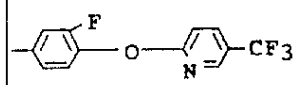
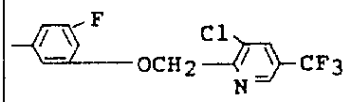
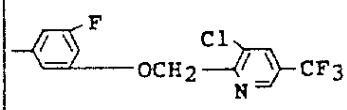
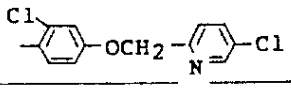
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
408	CH_3	2-Cl, 6-F		
409	CH_3	2,6-F_2		不可测定
410	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
411	CH_3	2,3,4,5,6-F_5		
412	CH_3	2,6-F_2		不可测定
413	CH_3	2-Cl, 6-F		116.0-117.0
414	CH_3	2,6-F_2		
415	CH_3	2-Cl, 6-F		
416	CH_3	2,6-F_2		
417	CH_3	2-Cl, 6-F		
418	CH_3	2,6-F_2		
419	CH_3	2-Cl, 6-F		120.0-123.0
420	CH_3	2-Cl		
421	CH_3	2-Cl, 6-F		
422	CH_3	2-Cl		

表 2（续）

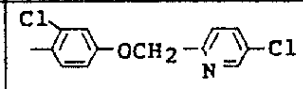
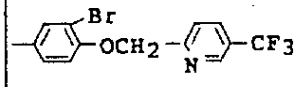
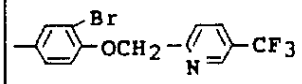
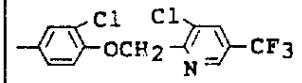
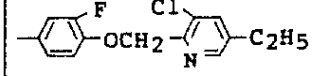
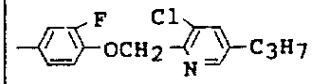
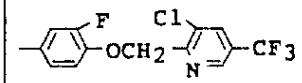
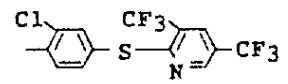
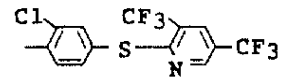
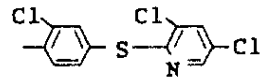
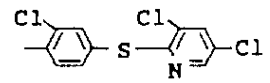
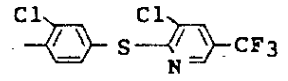
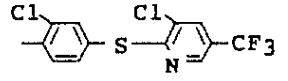
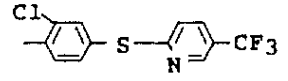
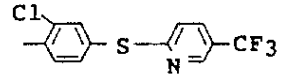
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
423	CH_3	2-Cl, 6-F		
424	CH_3	2-Cl		
425	CH_3	2-Cl, 6-F		
426	CH_3	2-Cl, 6-F		
427	CH_3	2-Cl, 6-F		
428	CH_3	2-Cl, 6-F		
429	CH_3	2-Cl, 6-F		
430	CH_3	2,6-F_2		
431	CH_3	2-Cl, 6-F		
432	CH_3	2,6-F_2		
433	CH_3	2-Cl, 6-F		
434	CH_3	2,6-F_2		
435	CH_3	2-Cl, 6-F		
436	CH_3	2,6-F_2		
437	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

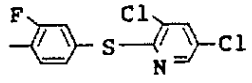
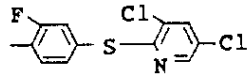
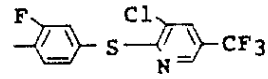
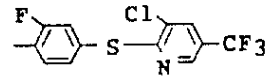
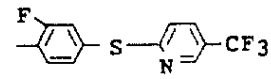
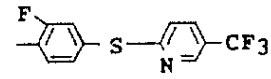
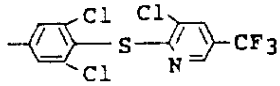
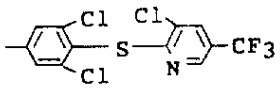
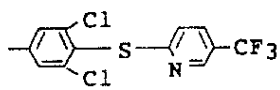
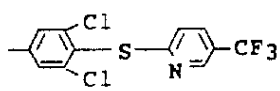
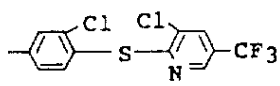
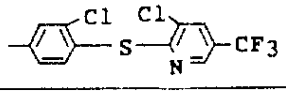
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
438	CH_3	2,6-F_2		
439	CH_3	2-Cl, 6-F		
440	CH_3	2,6-F_2		
441	CH_3	2-Cl, 6-F		
442	CH_3	2,6-F_2		
443	CH_3	2-Cl, 6-F		
444	CH_3	2,6-F_2		
445	CH_3	2-Cl, 6-F		
446	CH_3	2,6-F_2		
447	CH_3	2-Cl, 6-F		
448	CH_3	2,6-F_2		
449	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

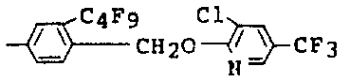
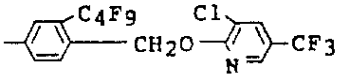
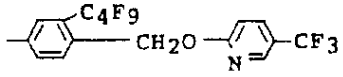
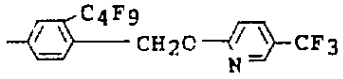
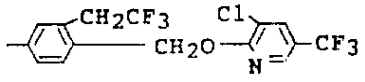
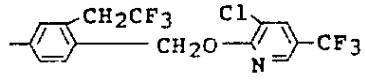
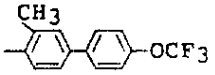
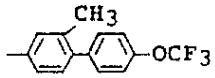
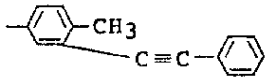
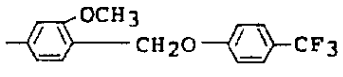
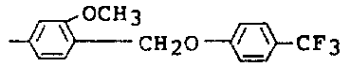
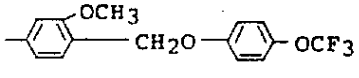
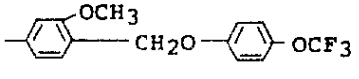
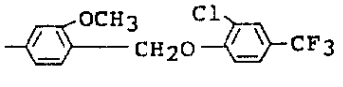
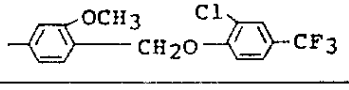
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
450	CH_3	2,6-F_2		
451	CH_3	2-Cl, 6-F		123.0-127.0
452	CH_3	2,6-F_2		
453	CH_3	2-Cl, 6-F		1.5020
454	CH_3	2,6-F_2		
455	CH_3	2-Cl, 6-F		
456	CH_3	2-Cl, 6-F		78.0-83.0
457	CH_3	2-Cl, 6-F		117.0-122.0
458	CH_3	2-Cl, 6-F		
459	CH_3	2,6-F_2		
460	CH_3	2-Cl, 6-F		
461	CH_3	2,6-F_2		
462	CH_3	2-Cl, 6-F		
463	CH_3	2,6-F_2		
464	CH_3	2-Cl, 6-F		

表 2（续）

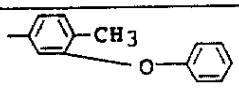
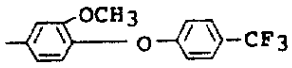
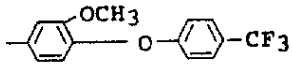
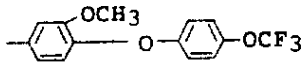
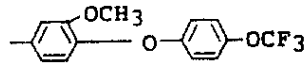
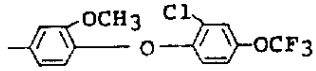
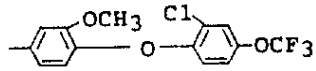
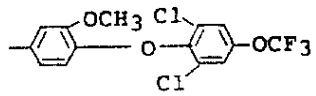
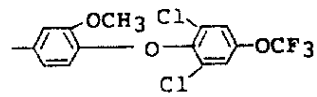
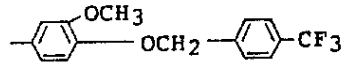
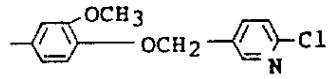
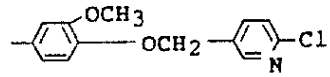
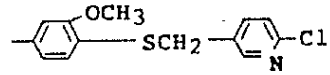
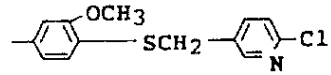
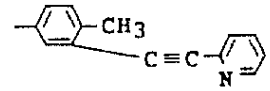
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
480	CH_3	2-Cl, 6-F		116.0-119.0
481	CH_3	2,6-F_2		
482	CH_3	2-Cl, 6-F		
483	CH_3	2,6-F_2		
484	CH_3	2-Cl, 6-F		
485	CH_3	2,6-F_2		
486	CH_3	2-Cl, 6-F		
487	CH_3	2,6-F_2		
488	CH_3	2-Cl, 6-F		
489	CH_3	2-Cl, 6-F		129.0-131.0
490	CH_3	2,6-F_2		
491	CH_3	2-Cl, 6-F		
492	CH_3	2,6-F_2		
493	CH_3	2-Cl, 6-F		
494	CH_3	2-Cl		

表 2（续）

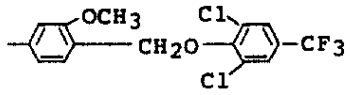
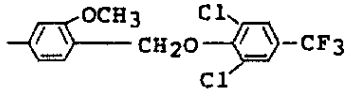
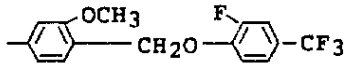
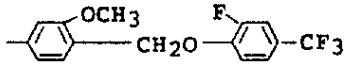
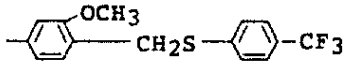
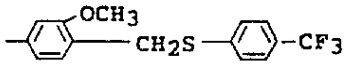
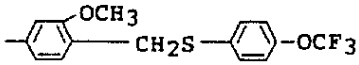
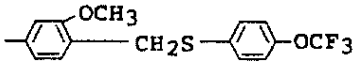
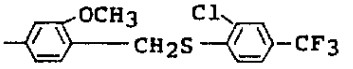
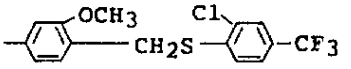
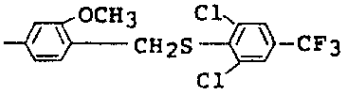
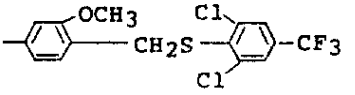
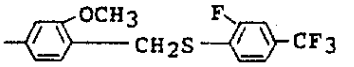
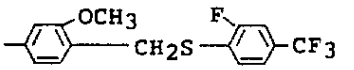
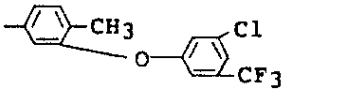
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
465	CH_3	2,6-F_2		
466	CH_3	2-Cl, 6-F		
467	CH_3	2,6-F_2		
468	CH_3	2-Cl, 6-F		
469	CH_3	2,6-F_2		
470	CH_3	2-Cl, 6-F		
471	CH_3	2,6-F_2		
472	CH_3	2-Cl, 6-F		
473	CH_3	2,6-F_2		
474	CH_3	2-Cl, 6-F		
475	CH_3	2,6-F_2		
476	CH_3	2-Cl, 6-F		
477	CH_3	2,6-F_2		
478	CH_3	2-Cl, 6-F		
479	CH_3	2-Cl		

表 2（续）

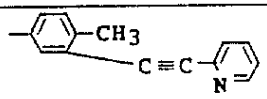
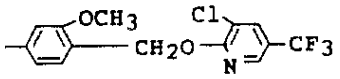
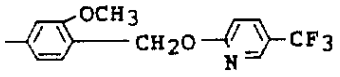
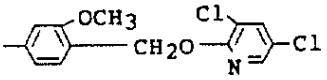
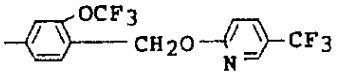
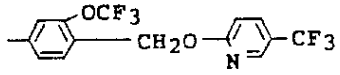
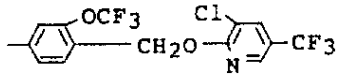
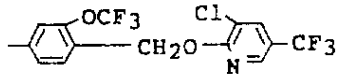
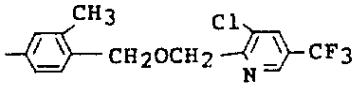
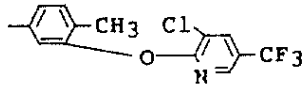
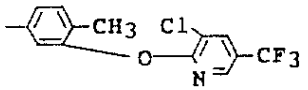
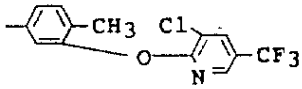
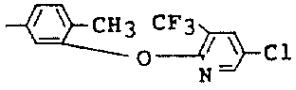
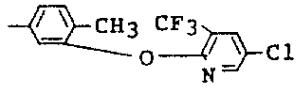
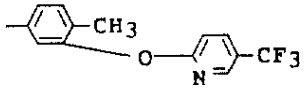
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数 (n_D^{20})
495	CH_3	2-Cl, 6-F		
496	CH_3	2-Cl, 6-F		97.0-102.0
497	CH_3	2-Cl, 6-F		74.0-79.0
498	CH_3	2-Cl, 6-F		129.0-134.0
499	CH_3	2-Cl		
500	CH_3	2-Cl, 6-F		
501	CH_3	2-Cl		
502	CH_3	2-Cl, 6-F		
503	CH_3	2-Cl, 6-F		
504	CH_3	2-Cl, 6-F		
505	CH_3	2,6-F_2		
506	CH_3	2-Cl		
507	CH_3	2-Cl		
508	CH_3	2-Cl, 6-F		142.0-144.0
509	CH_3	2-Cl		不可测定

表 2（续）

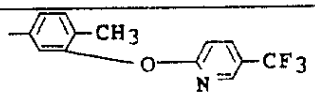
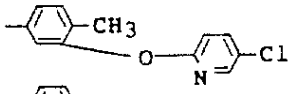
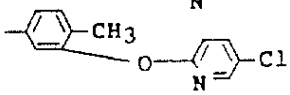
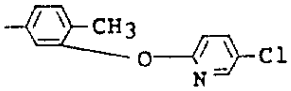
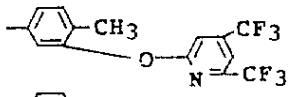
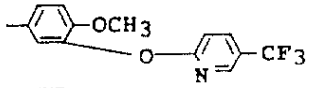
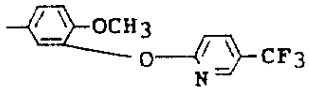
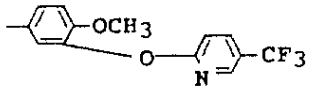
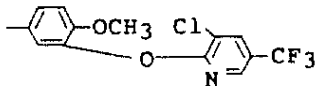
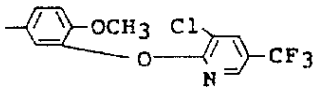
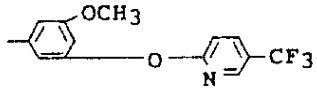
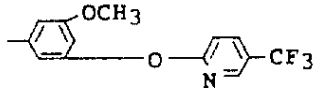
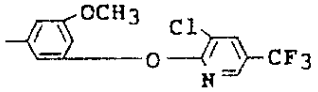
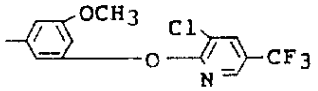
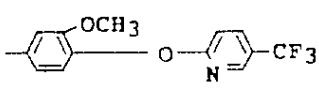
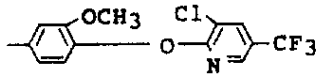
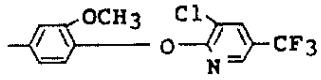
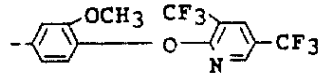
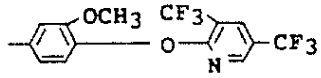
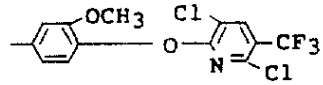
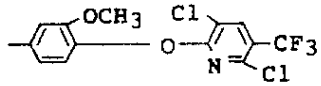
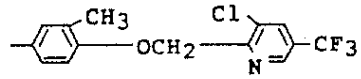
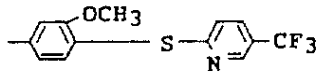
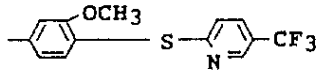
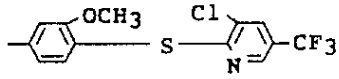
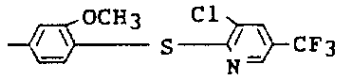
化合物号	R^1	Xn	R^4	熔点（℃）或折光指数（n_D^{20}）
510	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
511	CH_3	2-Cl, 6-F		1.6087
512	CH_3	2-Cl		
513	CH_3	2,6-F_2		105.0-109.0
514	CH_3	2-Cl, 6-F		155.0-157.0
515	CH_3	2-Cl		
516	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
517	CH_3	2,6-F_2		不可测定
518	CH_3	2,6-F_2		
519	CH_3	2-Cl, 6-F		
520	CH_3	2,6-F_2		
521	CH_3	2-Cl, 6-F		
522	CH_3	2,6-F_2		140.0-143.0
523	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
524	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定

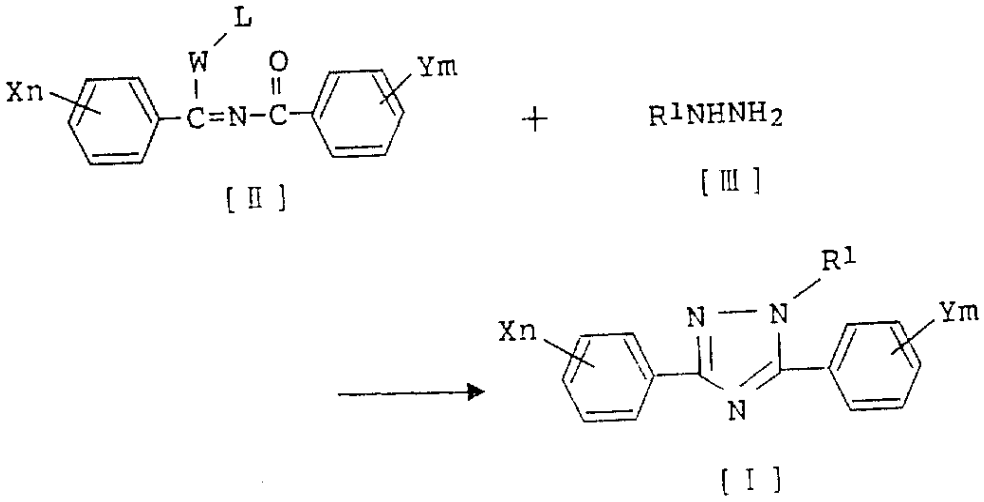
表 2（续）

化合物号	R1	Xn	R4	熔点（℃）或折光指数 (n_D^{20})
525	CH_3	2,6-F_2		
526	CH_3	2-Cl, 6-F		不可测定
527	CH_3	2,6-F_2		
528	CH_3	2-Cl, 6-F		
529	CH_3	2,6-F_2		
530	CH_3	2-Cl, 6-F		
531	CH_3	2-Cl, 6-F		102.0-104.0
532	CH_3	2,6-F_2		
533	CH_3	2-Cl, 6-F		
534	CH_3	2,6-F_2		
535	CH_3	2-Cl, 6-F		

本发明的化合物可以按下述方法制备。

制备方法 1—1

(反应式 1)



(其中 W 为硫原子或氧原子，2 为含 1 至 4 个碳原子的烷基，R^1、x、n、y 和 m 按前面定义)。

也就是说，通式 I 表示的本发明的化合物可以通过通式 II 表示的 N—酰基亚氨酸酯或 N—酰基硫代亚氨酸酯衍生物与通式 III 表示的肼类衍生物在惰性溶剂中反应制备。

作为溶剂，不阻止反应的任何溶剂均可使用。例如醇类、甲醇、乙醇等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氰类，例如乙氰等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；水以及混合溶剂，混合溶剂可以从上述溶剂中选择的溶剂组合构成。此外，在反应物的用量方面，足 1 摩尔通式 II 表示的化合物用 1 至 50 摩尔通式 III 表示的化合物。

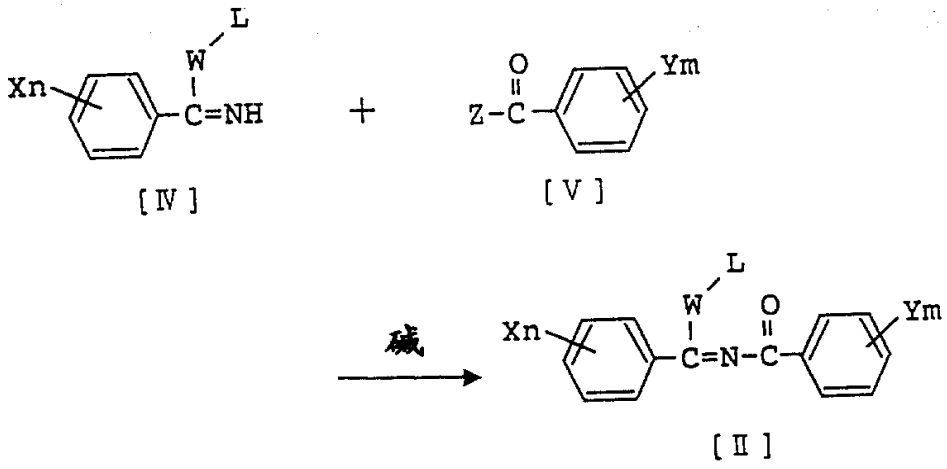
反应温度的范围从 0℃至溶剂的沸点。

反应时间随使用的化合物而变，1 至 72 小时常常可以得到目的物。描述该反应的具体的例子见于 Synthesis，483，1983.

通式 II 表示的原料化合物可以按下法制备。

制备方法 1—2

(反应式 2)



(其中 Z 为卤原子、L、W、x、n、y 和 m 的定义同前)。

就是现由通式Ⅱ表示的化合物可以在碱催化下在惰性溶剂中，由通式Ⅲ的化合物与通式Ⅴ的化合物反应制备。通式Ⅲ的化合物可以是酸加成盐，例如与四氟化硼、氯化氢、溴化氢、碘化氢或类似的酸加合的盐。

使用的碱可以是无机碱，例如碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳

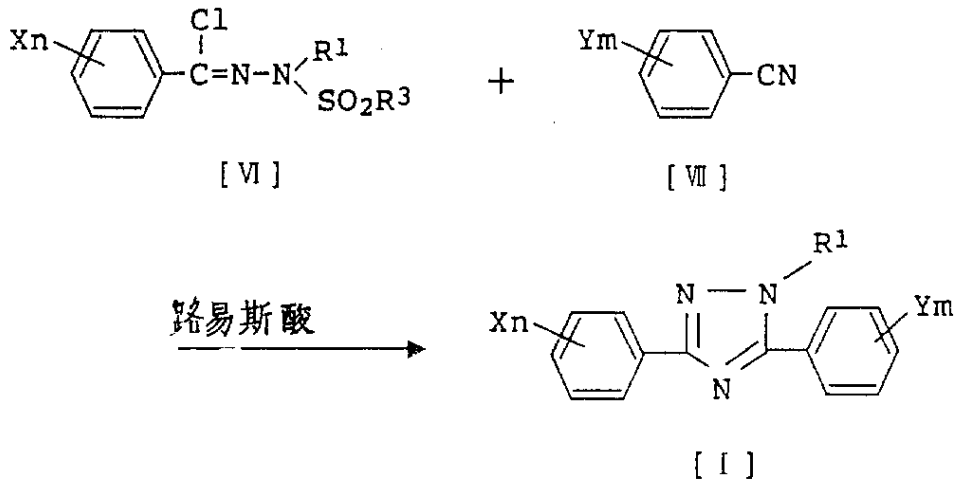
酸氢钾、氢氧化钠、氢氧化钾等；也可以是有机碱，例如二乙胺、三乙胺、吡啶、4—（N，N—二甲氨基）吡啶等。

反应使用的溶剂可以是酮类，例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氰类，例如乙氰等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及从选自上述溶剂构成的混合溶剂。

反应物用量通常是1摩尔通式IV的化合物用0.8至1.3摩尔通式V的化合物。1摩尔通式IV的化合物用1.0至2.0摩尔碱。反应的温度范围为0℃至溶剂的沸点。反应时间依化合物而变，1至24小时常常可以得到目的物。

制备方法2

（反应式3）



[Ⅵ] [Ⅶ] [Ⅰ]

（其中 R^1、x、n、y 用 m 的定义同前，R^3 为苯基、该苯基可以由含 1 至 4 个碳原子的烷基取代，或 R^3 为含 1 至 4 个碳原子的烷基）。

就是说，本发明的通式 I 的化合物可以在路易斯酸催化下，在惰性溶剂中，通过通式Ⅵ表示的苯腙酰氯的衍生物与通式Ⅶ表示的苄氰衍生物反应制备。

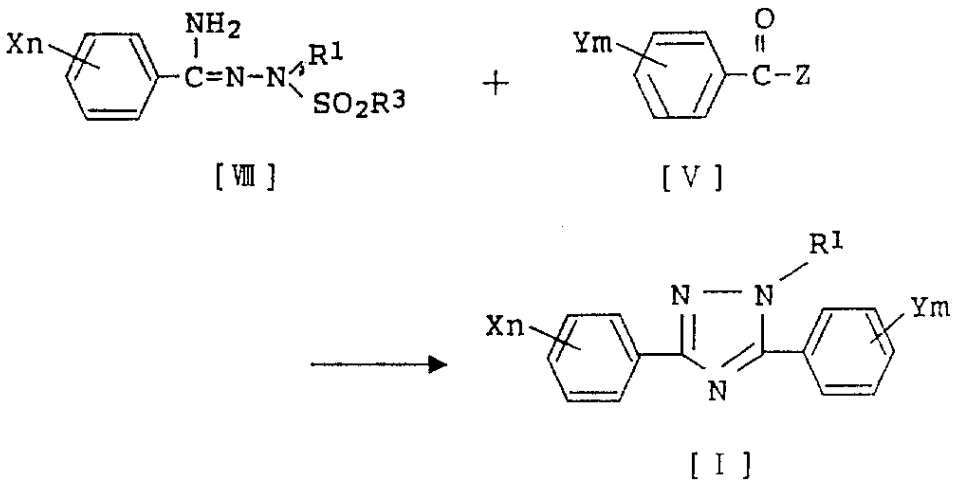
只要不阻止反应的溶剂均可能使用，例如醚类，象乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚，等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；非质子极性溶剂，例如硝基苯、二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及选自上述溶剂构成的混合溶剂。

使用的路易斯酸可以有三溴化铝、三氯化铝、三氯化铁、三氟

化硼、四氯化钛等等。此外起始物的用量是1摩尔通式Ⅵ表示的化合物用1.0至2.0摩尔通式Ⅶ的化合物和1.0至2.0摩尔路易斯酸。反应的温度范围为0℃到溶剂的沸点。反应时间随化合物而变，30分钟至5小时常常可以得到目的物。描述该反应的具体例子见于Bulltein of the chemical Society of Japan (Bull, chem, Soc, Jpn), 56, 545, 1983。

制备方法3—1

(反应式4)



[Ⅷ] [Ⅴ]

[Ⅰ]

（其中 R^1、R^3、x、n、y、m 和 Z 的定义同前）。

也就是说，本发明的通式 I 的化合物可以在没有溶剂或惰性溶剂中，通过通式Ⅷ的苯亚氨酸酯衍生物与通式 V 表示的苯甲酰卤衍生物反应制备。

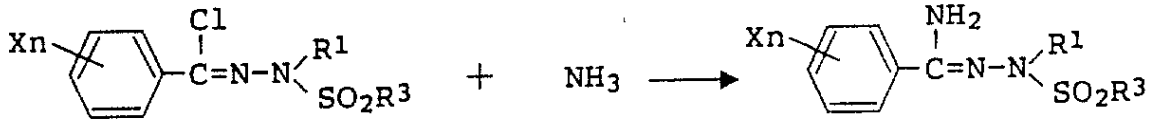
只要不阻止反应的溶剂均可使用，例如醚类、象乙醚、四氯呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳香烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜、1—甲基—2—吡咯烷酮等等；以及选自上述溶剂构成的混合溶剂。

通常起始物的用量为 1 摩尔通式Ⅷ的化合物用 1.0 至 2.0 摩尔通式 V 的化合物。反应的温度范围为 0℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变，30 分钟至 5 小时常常可以得到目的物。描述本反应的实际例子是于 Bulltein of the chemical society of Japan (Bull, chem. Soe, Jpn)，56，545，19830。

此外，用作原料的通式Ⅷ的化合物可以按下述方法制备。

制备方法 3—2

（反应式 5）



[Ⅵ]　　[Ⅷ]

（其中 R^1、R^3、x 和 n 的定义同前）。

通式Ⅷ的化合物可以通过通式Ⅵ的化合物在惰性溶剂中与氨气反应制备。

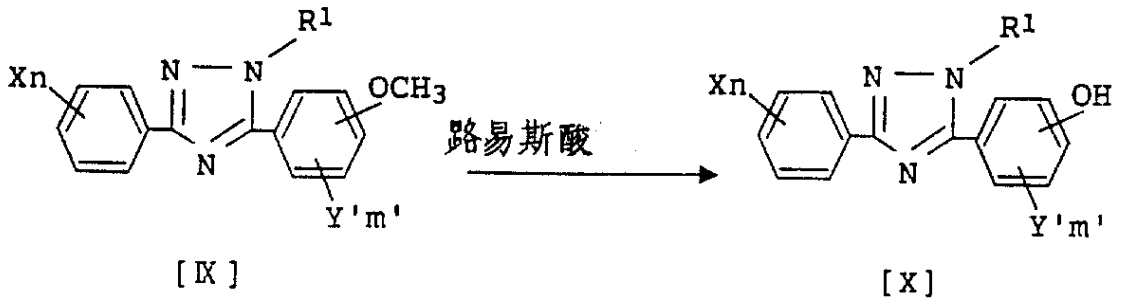
只要不阻止反应进行的溶剂均可用作反应溶剂，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺，二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及由选自上述溶剂构成的混合溶剂。

起始物用量通常是 1 摩尔通式Ⅵ的化合物使用 5.0—10.0 摩尔氨。反应的温度范围为 0℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变化，1 至 24 小时常常可以得到目的物。描述本反应的实际例子见于 Bulltein of the chemical society of Japan (Bull, chem. Soe, Jpn), 56,

545，1983。

制备方法 4—1

（反应式 6）



[Ⅸ] [Ⅹ]

（其中 x、R^1、y^1、n 和 m^1 的定义同上）。

通式Ⅹ的化合物可以用通式Ⅸ的化合物在惰性溶剂中用路易斯酸催化反应制得。

使用的路易斯酸为三溴化铝、三氯化铝和三氯化铁、三氟化硼、四氯化钛等等。

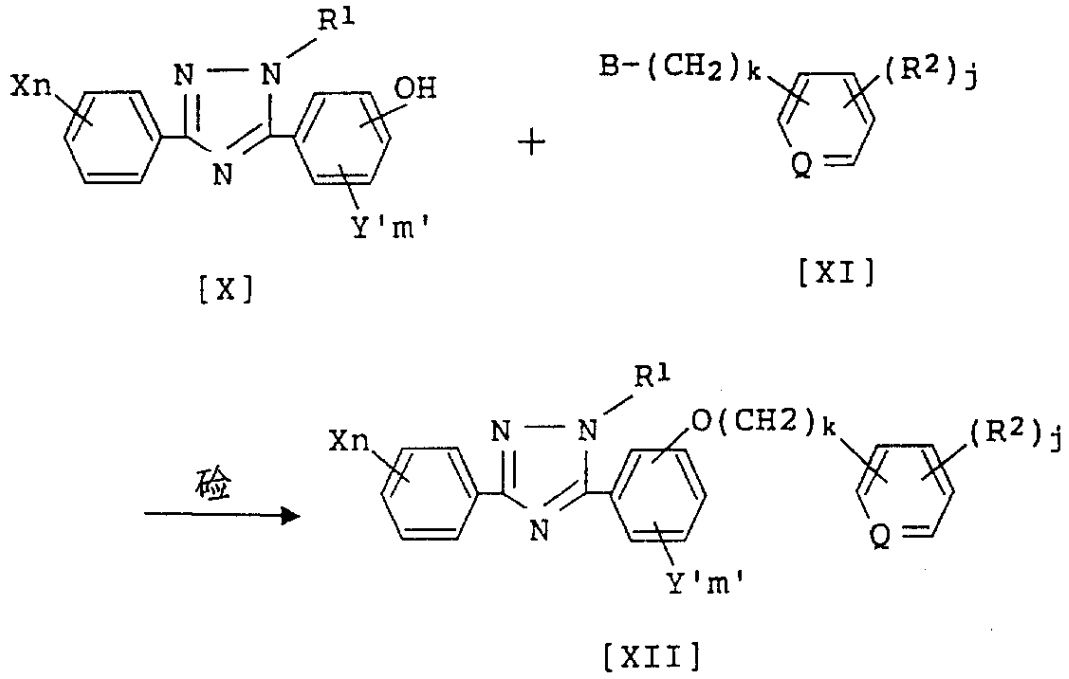
只要不阻止反应进行的溶剂均可用作本文应的溶剂，例如醚类，

象乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯、等等；脂肪烃例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；非质子极性溶剂，例如硝基苯、二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及由选自上述溶剂构成的混合溶剂。

反应物的用量通常是1摩尔通式Ⅸ化合物用1.0至5.0摩尔路易斯酸。反应的温度范围为—20℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物变化，1至24小时常常可以得到目标化合物。

制备方法4—2

(反应式7)



[其中 B 为卤原子、R^1—SO_2—基或 R^4—SO_3—基，(R^4 为含 1 至 4 个碳原子的烷基或苯基，苯基可以是取代的苯基)，K 为 0 或 1，X、y^1、R^1、R^2、Q、j、m^1 和 n 的定义同上]。

本发明的通式XII的化合物可以在碱催化下在惰性溶剂中通过通式 X 的化合物与通式XI的化合物反应制备。

催化用的碱可以是无机碱，例如碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾、氢氧化钠、氢氧化钾，以及类似的碱；金属氢化物，例如氢化钠、氢化钾及类似的金属氢化物；有机碱，例如三乙胺、吡啶，及类似的碱。

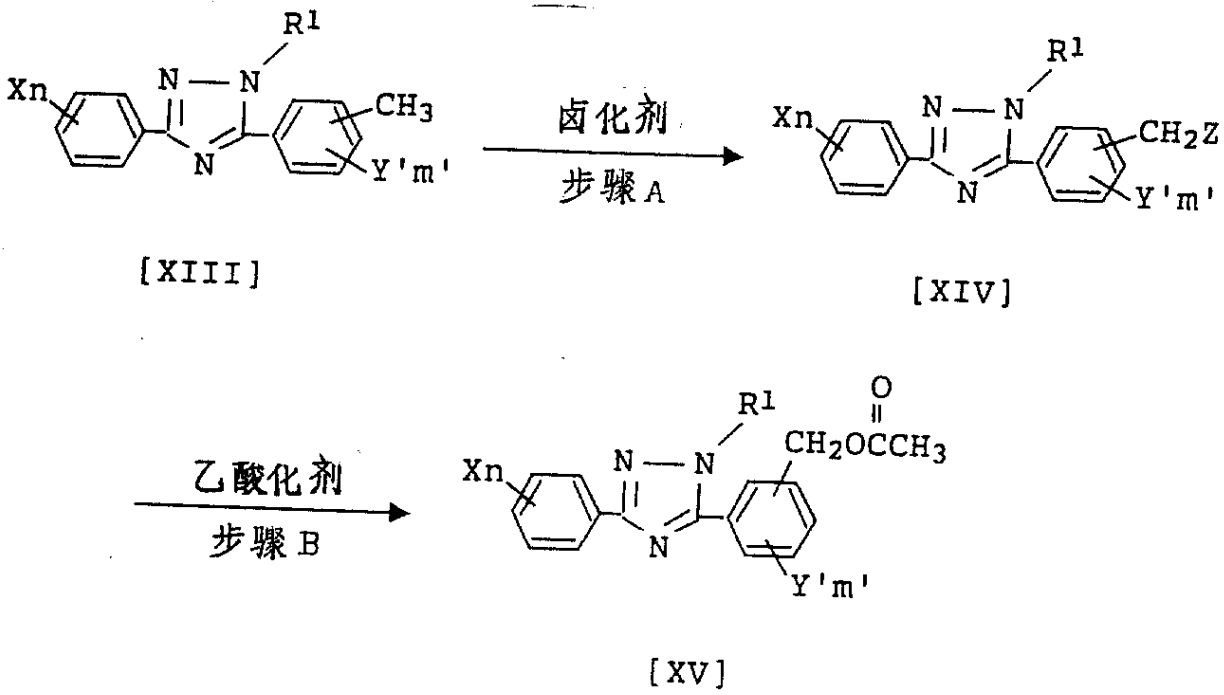
使用的溶剂可以是酮类，例如丙酮、甲基乙基酮、以及类似的酮；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯

乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氟类，例如乙氟以及类似的化合物；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等，以及由选自上述溶剂构成的混合溶剂。

反应物的用量是，通常1摩尔通式X的化合物使用1.0至2.0摩尔通式XI的化合物。1摩尔通式X的化合物用1.0至2.0摩尔碱。反应的温度范围是－20℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变化，1至24小时常常可以得到目标化合物。

制备方法5—1

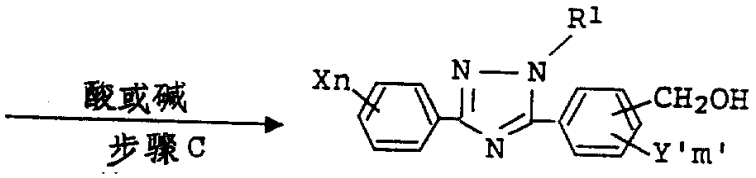
(反应式8)



[XIII]

[XIV]

[XV]



[XVI]

(其中 x、R^1、Z、y^1、n 和 m^1 的定义同前)。

通式ⅩⅢ的化合物可以用通式ⅩⅢ的三唑衍生物与卤化剂反应制得。该生成的化合物可以与乙酰氧化试剂反应,制备通式XV的化合物。然后,通式XV的化合物与酸或碱反应,制备通式VI的化合物。

步骤A中使用的卤化剂可以是N—氯代丁二酰亚胺、N—溴代丁二酰亚胺、N—溴代邻苯二甲酰亚胺等等。

使用的反应溶剂可以是脂肪卤代烃,例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等。此外,还需要催化量过氧化苯甲酰、偶氮双异丁酰氰或类似的游离基引发剂。

卤化剂的用量通常是,1摩尔通式ⅩⅢ的化合物用0.8至1.5

摩尔卤化剂。反应的温度范围为0℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变，30分钟至12小时通常可以得到目标化合物。

步骤B中使用的乙酰氧化剂可以是乙酸锂、乙酸钠、乙酸钾、乙酸钙等等。

使用的反应溶剂有酮类、例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳香烃，例如苯、甲苯、氯苯、二氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氰类，例如乙氰等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及由选自上述溶剂构成的混合溶剂。

使用的乙酰氧化剂的量通常是1摩尔通式XIV的化合物，用1.0至4.0摩尔乙酰氧化剂。反应的温度范围为0℃至溶剂沸点。反应时间随化合物而变化，1至24小时通常可以得到目标化合物。

步骤C中使用的酸可以是无机酸，例如盐酸硫酸等等；路易斯酸，例如三溴化铝和三氯化铝等等。本步骤使用的溶剂可以是羧酸，例如乙酸、甲酸等等；酮类，例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚等等；芳香烃，例如苯、甲苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、四氯化碳等等；水以及由选自上述溶剂构成的混合溶剂。

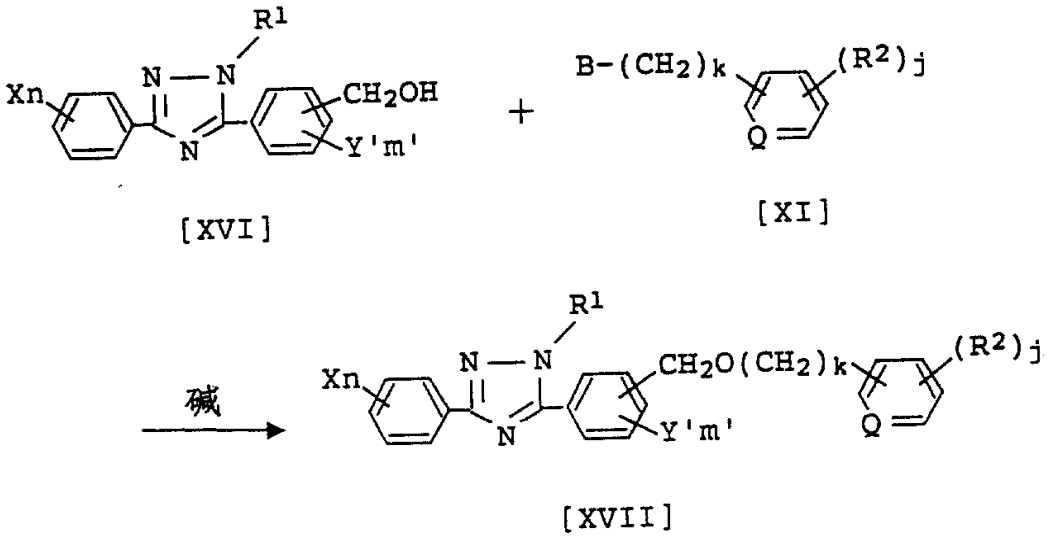
使用的酸的量常常是1摩尔通式XV的化合物使用催化量至4.0摩尔酸。反应的温度范围为0℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变，30分钟至24小时常常可以得到目标化合物。

步骤C使用的碱可以是氢氧化钠水溶液、氢氧化钾水溶液、碳酸钾水溶液和碳酸钠水溶液等等。本步骤使用的溶剂可以是醇类，例如甲醇、乙醇、乙二醇等等；酮类，例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚等等；水和从上述溶剂中选择的溶剂构成的混合溶剂。

碱的用量通常是1摩尔通式XV的化合物用0.5至4.0摩尔碱。反应的温度范围为0℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物变化，通常经过30分钟中至24小时可以得到目标化合物。

制备方法5—2

(反应式9)



[XVI] [XI] [XVII]

(其中 x、y^1、B、Q、R^1、R^2、j、K、m^1、和 n 的定义同上)。

在惰性溶剂中使用碱催化，通式 XVI 的化合物与通式 XI 的化合物反应，可以制得本发明的通式 XVIII的化合物。

反应中使用的碱可以是无机碱，例如碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾、氢氧化钠、氢氧化钾，以及类似的碱；金属氢化物，例如氢化钠、氢化钾以及类似的金属氢化物；有机碱，例如三乙胺、吡啶，以及类似的碱。

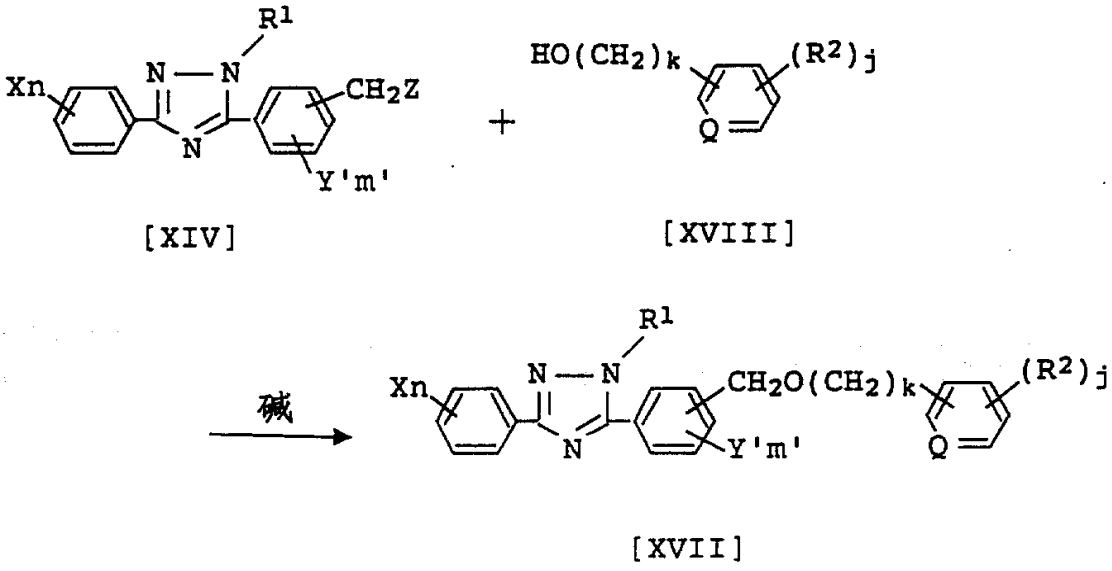
使用的溶剂可以是酮类，例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醚、二甘醇二甲醚等等；芳香烃，例如苯、甲苯、氯代甲苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氰类，例如乙氰等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及由选自上述溶剂组合的混合溶剂。

反应物的用量通常是 1 摩尔通式 XVI 的化合物使用 1.0 至 2.0

摩尔通式XI的化合物。1摩尔通式XVI的化合物使用1.0至2.0摩尔碱。反应的温度范围为—20℃至溶剂的沸点。反应时间随化合物而变，通常经过1至24小时可以得到目标化合物。

制备方法5—3

(反应式10)



[XIV] [XVIII]

[XVII]

（其中 x、y^1、Q、R^1、R^2、Z、j、K、m^1 及 n 的定义同上。）

在惰性溶剂中，用碱催化，通式 X Ⅳ的化合物与通式 X Ⅷ的化合物反应，可以制得本发明的通式 X Ⅶ的化合物。

使用的碱可以是无机碱，例如碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾、氢氧化钠、氢氧化钾及类似的碱；金属氢化物，例如氢化钠、氢化钾、以及类似的金属氢化物；有机碱，例如三乙胺、吡啶，以及类似的碱。

使用的溶剂可以是酮类，例如丙酮、甲基乙基酮等等；醚类，例如乙醚、四氢呋喃、二氧六环、乙二醇二甲醇、二甘醇二甲醚等等；芳香烃，例如苯、甲苯、氯苯等等；脂肪烃，例如戊烷、己烷、石油醚等等；脂肪卤代烃，例如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳等等；氰类，例如乙氰等等；非质子极性溶剂，例如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、二甲基亚砜等等；以及选自上述溶剂组合的混合溶剂。

反应物的用量通常是 1 摩尔通式 X Ⅳ的化合物使用 1.0 至 2.0 摩尔通式 X Ⅶ的化合物。1 摩尔与通式 X Ⅳ的化合物使用 1.0 至 2.0 摩尔碱。反应的温度范围是－20℃至溶剂沸点。反应时间随化合物而变，通常经过 1 至 24 小时可以得到目标化合物。

本发明的化合物制备、配方方法和应用将用下述实施例具体描

述。

实施例1 制备 3—(2—氯苯基)—5—(2—氯—3—硝基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4，—三唑

(化合物 NO. 1)

N—甲基—N—(苯磺酰基)—2—氟苯并脲酰氯 (1.72g)、2—氯—3—硝基苯基甲氰 (1.00g)、无水三氯化铝 (0.70g) 和邻二氯苯 (20ml) 的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却后，反应混合物溶于氯仿 (100ml)，依次用稀盐酸洗，氢氧化钠稀水溶液洗、生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物在硅胶柱层析上纯化，用已烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 1.12g 标题化合物 (熔点：124.0～125℃)。

NMR 数据(60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

3.83 (3H，S)

7.16—8.10 (7H，m)

实施例2 制备 3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(2—氯—3—硝基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 2)

N—甲基—N—(对甲苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯并脲酰氯 (1.90)、2—氯—3—硝基苯甲氰 (1.19g)，无水三氯化铝 (0.70g) 和邻二氯苯 (20ml) 在 140℃的油浴上搅拌 30 分钟。冷却后，反应混合物于氯仿 (100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水

洗，用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗膜，将1.19g标题化合物（熔点：112.0—114.0℃）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.90（3H，S）

6.90—8.10（6H，m）

实施例3 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（2—氯—4—硝基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

化合物NO.4）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯脲酸酰氯（1.90g）、2—氯—4—硝基苯甲氟（1.80g）、无水三氯化铁（1.60g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌1小时。冷却后，反应混合物溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物在硅胶柱层析上纯化，已烷—乙酸乙酸混合溶剂洗脱，得2.20g标题化合物（熔点：144.0～148.0℃）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.88（3H，S）

6.90—8.46（6H，m）

实施例4 制备5—（2—氯—4—乙基苯基）—3—（2—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 15）

2—氯苯基亚氨酸乙酯（2.75g）和三乙胺（1.60g）溶于甲苯（30ml），然后在5℃～15℃之间，搅拌下往里滴加2—氯—4—乙基苯甲酰氯（2.64g）反应混合物室温搅拌1小时后再加热回流3小时。冷至室温后，往反应混合物中加甲苯（200ml）并依次用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。有机层中加入单甲基肼（1.00g）并至温搅拌16小时。反应完成后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.10g标题化合物（烷点：75.5～77.5℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ值：ppm）

1.27	(3H, t)
2.70	(2H, q)
3.83	(3H, s)
7.10 - 7.60	(6H, m)
7.90 - 8.10	(1H, m)

实施例5 制备 5—（2—氯—4—乙基苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 16)

2—氯—6—氟苯亚氨酸乙酯 (3.02g) 和三乙胺 (1.60g) 溶于甲苯 (30ml)，在 5℃至 15℃之间，搅拌下滴加 2—氯—4—乙基苯甲酰氯 (2.64g)，然后室温搅拌 1 小时，加热回流 3 小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯 (200ml)，并用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加入单甲基肼(2100g)，加热回流 2 小时。反应完成后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用已烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 2.63g 标题化合物 (析光指数为 1.5930)。

NMR 数据 (60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

1.26	(3H, t)
2.69	(2H, q)
3.83	(3H, s)
6.90 - 7.50	(6H, m)

实施例 6 制备 3—(2—氯苯基)—5—(2—氯—4—丙基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 18)

2—氯苯基亚氨酸乙酯 (2.75g) 和三乙胺 (1.80g) 溶于甲苯 (30ml)，在 5℃至 15℃之间，搅拌下往里滴加 2—氯—4—丙基苯甲

酰氯(3.30g)，然后室温搅拌1小时，加热回流1小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯(200ml)，用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。有机层中加入单甲基肼(0.80g)，并于室温搅拌18小时。反应完成后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压收缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.78g标题化合物（熔点：70.0～72.0℃）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

0.95	(3H, t)
1.66	(2H, m)
2.63	(2H, t)
3.83	(3H, s)
6.90 - 7.10	(1H, m)
7.10 - 7.50	(6H, m)

实施例7 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（2—氯—4—丙基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.19)

2—氯—6—氟苯基亚氨酸乙酯(3.02g)和三乙胺(1.80g)溶于甲苯(30ml)，在5℃至15℃之间，搅拌下往里滴加2—氯—4—丙基苯甲

酰氯(3.30g)，然后室温搅拌1小时，加热回流1小时。冷至室温后，往反应溶液中加甲苯(200ml)，并用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼(1.80g)，加热回流4小时。反应完成后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合物溶剂洗脱，得0.41g标题化合物（折光指数为1.5868）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

0.95	(3H, t)
1.65	(2H, m)
2.62	(2H, t)
3.83	(3H, s)
6.80 - 7.50	(6H, m)

实施例8 制备5—（4—丁基—2—氟苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.29)

将N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酸酰氯(1.10g)、4—丁基—2—氟苯甲氧（0.60g）和无水三氯化铝(0.50g)加到邻二氯苯（10ml）中，120℃搅拌1小时。反应完成后，

加入氯仿（100ml），并用稀盐酸洗。用水洗后，有机层用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.70g标题化合物（折光指数为1.5667）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

0.75 - 1.12	(3H, m)
1.15 - 2.00	(4H, m)
2.65	(2H, t)
3.85	(3H, s)
6.83 - 7.60	(6H, m)

实施例9 制备5—（4—叔丁基—2—乙氧苯基）—3—（2—氟—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.35）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氟—6—氟苯脲酸酰氯（1.60g）、4—叔丁基—2—乙氧苯甲氟（1.00g）、无水三氯化铝（0.60g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶解于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液、生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物同硅胶柱层析纯化、用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.20g标题化

合物（烷点：（108.0～111.0℃）

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ值：ppm）

1.15	(9H, s)
1.36	(3H, t)
3.87	(3H, s)
4.10	(2H, q)
6.83 - 7.58	(6H, m)

实施例 10 3—（2—氟苯基）—5—（2—氟—5—己基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 42）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氟苯腙酸酰氟（2.06g）、2—氟—5—己基苯甲氟（1.23g）、无水三氯化铝（0.88g）以及邻二氯苯（5ml）的混合物于 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（200ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 1.60g 标题化合物（折光指数：1.5779）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ值：ppm）

0.87	(3H, t)
1.00 - 1.90	(8H, m)
2.62	(2H, t)
3.87	(3H, d)
6.90 - 8.00	(7H, m)

实施例11 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(2—氟—5—己基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 43)

N—甲基—N—(苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯腙酰氯(2.17g)、2—氟—5—己基苯甲氟(1.23g)、无水三氯化铝(0.88g)和邻二氯苯(10ml)的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(200ml)、依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.11g标题化合物(折光指数为1.5608)。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

0.87	(3H, t)
1.00 - 1.80	(8H, m)
2.61	(2H, t)
3.89	(3H, d)
6.80 - 7.40	(6H, m)

实施例12 制备 3—（2，6—二氟苯基）—5—（2—氟—5—十一烷基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 46）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2，6—二氟苯腙酰氯（1.28g）、2—氟—5—十一烷基苯甲氛（1.09g）、无水三氟化铝（0.55g）和邻二氯苯（10ml）的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（200ml），依次用稀盐酸，稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合物溶剂洗脱，得 1.08 标题化合物（熔点：70.0—73.0℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

0.88	(3H, t)
1.10 - 1.80	(18H, m)
2.63	(2H, t)

3.93	(3H, d)
6.90 - 7.60	(6H, m)

实施例 13 制备 3—（2—氯苯基）—5—（2—氟—5—十一烷基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 47）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯苯腙酰氯（1.27g）、2—氟—5—十一烷基苯甲氰（1.09g）、无水氯化铝（0.55g）及邻二氯苯（5ml）的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（200ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液及生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.85g 标题化合物（烷点：35.0—37.0℃）

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

0.88	(3H, t)
1.10 - 1.70	(18H, m)
2.66	(2H, t)
3.93	(3H, d)
6.90 - 7.60	(6H, m)
7.90 - 8.00	(1H, m)

实施例14 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(2—氟—5—十一烷基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 48)

N—甲基—N—(苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯腙酰氯(1.34g)、2—氟—5—十一烷基苯甲氰(1.09g)、无水三氯化铝(0.55g)和邻二氯苯(10ml)的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(200ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯洗脱，得1.04g标题化合物(折光指数为1.5419)。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

0.87	(3H, t)
1.10 - 1.80	(18H, m)
2.63	(2H, t)
3.94	(3H, d)
6.90 - 7.60	(6H, m)

实施例15 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(2—氯—4—十二烷基苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 51)

N—甲基—N—(苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯腙酰氯(1.50g)，2—氯—4—十二烷基苯甲氰(1.20g)、无水三氯化铝(0.60g)和邻二氯苯(5ml)的混合物于140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，

己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.80g 标题化合物（折光指数为 1.5490）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

0.50 - 2.03	(23H, m)
2.65	(2H, t)
3.83	(3H, s)
6.82 - 7.52	(6H, m)

实施例 16 制备 5—（4—丁氧基—2—氯苯基）—3—（2—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 64）

2—氯苯亚氨酸乙酯（2.40g）及三乙胺（1.20g）溶于甲苯（100ml），10℃以下并搅拌，往里滴加 4—丁氧基—2—氯苯甲酰氯（2.60g）。室温搅拌 2 小时后，再加热回流 2 小时。反应完成后，反应溶液用生理盐水洗、水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。甲苯层加入单甲基肼（1.50g），室温反应 24 小时。反应完全后，用稀盐酸洗，水洗，有机层用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 1.00g 标题化合物（熔点：60.0—62.0℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

0.80 - 1.16	(3H, m)
1.20 - 2.10	(4H, m)
3.84	(3H, s)
4.02	(2H, t)
6.76 - 7.95	(6H, m)
7.83 - 8.12	(1H, m)

实施例17 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(4—氯—3—戊氧苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.68)

N—甲基—N—(对甲苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯腙酰氯(1.10g)、4—氯—3—戊氧基苯甲氰(0.70g)、无水三氯化铁(0.60g)和邻二氯苯(5ml)的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.50g标题化合物。NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

0.72 - 2.16	(9H, m)
4.06	(3H, s)
4.10	(2H, t)
6.85 - 7.60	(6H, m)

实施例18 制备5—（4—氯—3—辛氧苯基）—3—（2—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO. 77）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氟苯腙酰氯（1.50g）、4—氯—3—辛氧基苯甲氰（1.30g）、无水三氯化铁（0.80g），和邻二氯苯（5ml）的混合物于140℃油浴搅拌30分钟。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.80g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

0.65 - 2.13	(15H, m)
4.07	(3H, s)
4.13	(2H, t)
6.92 - 7.66	(7H, m)

实施例19 制备3—（2—氟苯基）—5—（2—氟—4—甲氧乙氧基苯

基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 87）

2—氯苯亚氨酸乙酯（4.00g）和三乙胺（2.60g）溶于甲苯（20ml），在5℃至10℃之间，搅拌下往里滴加2—氯—4—甲氧乙氧基苯甲酰氯（4.20g）。室温搅1小时，加热回流30分钟。冷却至室温后，往反应溶液中加甲苯（20ml），用稀硫酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼（2.00g），室温搅拌4小时。反应完成后反应混合物用稀硫酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.70g标题化合物（折光指数为1.5946）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.45	(3H, s)
3.60 - 3.97	(4H, m)
4.00	(3H, s)
6.83 - 8.13	(7H, m)

实施例20 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（2—氯—5—全氟丁基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 116）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯脒酰氯（1.70g）、

2—氯—5—全氟丁基苯甲氰（1.75g）、无水三氯化铁（0.73g）及邻二氯苯（10ml）的混合物于130℃油浴上搅拌2小时。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.68g标题化合物（折光指数为1.5110）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.87（3H，S）

6.80—7.97（6H，m）。

实施例21 制备3—（2—氯苯基）—5—（2—氯—5—全氟己基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.119)

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯苯腙酰氯（0.51g）、2—氯—5—全氟己基苯甲氰（0.70g）、无水三氯化铝（0.20g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌1小时。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氯氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.15g标题化合物（熔点：70.0—76.0℃）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.85（3H，S）

7.13—8.06（7H，m）。

实施例22 制备3—（2—氟—6—氟苯基）—5—（2—氟—5—全氟己基苯基—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.120）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氟—6—氟苯腙酰氟（0.73g）、2—氟—5—全氟己基苯甲氟（1.00g），无水三氯化铁（0.36g）及邻二氯苯（5ml）在140℃油浴上搅拌1小时。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.15g标题化合物（熔点：78.0—82.0℃）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.86（3H，S）

6.86—7.86（6H，m）。

实施例23 制备3—（2—氟苯基）—5—（2—氟—4—烯丙基氧苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.138）

2—氟苯亚氨酸乙酯（2.60g）和三乙胺（1.10g）溶于甲苯（20ml），在5℃至10℃之间，搅拌下往里滴加2—氟—4—烯丙氧基苯甲酰氟（2.20g）。室温搅拌1小时，加热回流30分钟。冷至室温后，往反应液中加甲苯（20ml），用稀硫酸和生理盐水洗，有机层用

无水硫酸钠干燥。往有机层中加单甲基肼(2.00g)，室温搅拌5小时。反应完成后，反应混合物用稀硫酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.60g目标化合物（折光指数为1.6083）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.85	(3H, s)
4.50 - 4.80	(2H, m)
5.25 - 5.62	(2H, m)
5.77 - 6.40	(1H, m)
6.82 - 8.16	(7H, m)

实施例24 制备3—（2—氯苯基）—5—（2—氟—4—炔丙基氧苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.145)

2—氯苯亚氨酸乙酯（3.00g）和三乙胺（1.50g）溶于甲苯(20ml)，在5℃至10℃之间搅拌下往里滴加2—氟—4—炔丙基氧苯甲酰氯（2.30g）。室温搅拌1小时，加热回流30分钟。冷至室温后往反应液中加甲苯（20ml），并用稀硫酸和生理盐水洗，有机层同无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼（2.00g），室温搅拌4小时。

反应完成之后，反应混合物用稀硫酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.60g 标题化合物（熔点：103℃—105℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

2.47 - 2.71	(1H, m)
3.83	(3H, s)
4.75	(2H, d)
6.83 - 8.20	(7H, m)

实施例 25 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［4—氟—3—（4—三氟甲氧苯基）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO. 157）

N—甲基—N—（甲磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.50g）、4—氟—3—（4—三氟甲氧苯基）苯甲氟（1.43g）、无水三氯化铁（0.90g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，反应混合物溶入乙酸乙酯（200ml）中，水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 1.90g 标题化合物（熔点：117.0—119.0℃）。

NMR 数据(60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

4.10（3H，S），6.80—7.80（10H，m）。

实施例26 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［2—氯—4—（4—三氟甲氧苯基）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.158）

N—甲基—N—（甲磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.50g）、4—（4—三氟甲氧苯基）苯甲氰（1.56g）、无水三氯化铁（0.90g）和氯苯（20ml）的混合物于140℃油浴上搅拌1小时。冷却之后，反应混合物溶入氯仿（300ml），依次用稀盐酸、稀氯氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥、减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.8g标题化合物（折光指数：1.5925）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.90（3H，S），6.90—7.70（10H，m）。

实施例27 制备5—［3—氯—4—（3，4—二氯苄基）苯基］—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.161）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.00g）、3—氯—4—（3，4—二氯苄基）苯甲氰（0.93g）、无水三氯化铁（0.50g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌1小时。冷却之后，反应混合物溶于氯仿（300ml），依次用稀盐酸，稀氯氯化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶

柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.64g 标题化合物（熔点：179.0—185.0℃）。

NMR 数据(60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

4.03 (3H，S)，4.23 (2H，S)

0.67—7.86 (9H，m)。

实施例 28 制备 3—（2—氟—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（2—氟—4—三氟甲基苯氧甲基）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 NO.196）

将 2—氟—4—三氟甲基酚（0.29g）和碳酸钾（0.25g）加入到 30mlN，N—二甲基甲酰胺中之后，在室温和搅拌下加入 5—（4—溴甲基—3—氟苯基）—3—（2—氟—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—唑（0.60g），然后于 120℃搅拌 1 小时。反应完成之后，反应液冷至室温，倾入水中，用甲苯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得 0.61g 标题化合物（熔点：113.0—114.0℃）。

NMR 数据(60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

4.10 (3H，S)，5.30 (2H，S)，

6.87—8.10 (9H，m)。

实施例 29 制备 3—（2—氟—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（2—氟—4—三氟甲基苯氧甲基）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 NO.197）

往 100 mlN，N—二甲基甲酰胺中加 5—（3—氯—4—氟甲基苯基）—3—（2—氟—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（1.60g）和碳酸钾（0.60g），然后在室温，搅拌下往其中加 2—氟—4—三氟甲基酚（0.80g），70℃搅拌 3 小时。反应完成之后，反应液冷至室温，倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得 1.62g 标题化合物（折光指数：1.6010）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

4.10（3H，S），5.31（2H，S）

6.75—8.00（9H，m）。

实施例 30 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—[3—氯—4—（4—三氟甲基苯氧甲基）苯基]—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 NO.199）

往 30mlN，N—二甲基甲酰胺中加 4—三氟甲基酚（0.77g）和碳酸钾（0.72g），室温搅拌下往其中加 5—（4—溴甲基—3—氯苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（1.60g），然后于 120℃搅拌 1 小时。反应完成之后，反应液冷至室温，倾入水中，用甲苯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得 1.50g 标题化合物（折光指数：1.5961）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

4.08	(3H, s)
5.23	(2H, s)
6.87 - 7.47	(7H, m)
7.65	(2H, s)
7.83	(1H, s)

实施例31 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（4—三氟甲氧基苯氧甲基）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO. 201）

往30ml N，N—二甲基甲酰胺中加入4—三氟甲氧基酚（0.33g）和碳酸钠（0.25g），在室温搅拌下往里加5—（4—溴甲基—3—氟苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（0.70g），然后于120℃搅拌1小时。反应完成之后，反应液冷至室温，倾入水中，用甲苯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得0.83g标题化合物（折光指数：1.5701）。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

4.08	(3H, s)
5.19	(2H, s)
6.70 - 7.40	(7H, m)
7.65	(1H, s)

实施例32 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(2—氯—4—苯氧苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 241)

N—甲基—N—(对甲苯磺酰基)—2—氯—6—氟苯腙酸酰氯(3.30g)、2—氯—4—苯氧苯甲氰(2.30)、无水三氯化铁(1.60g)和邻二氯苯(10ml)的混合物在140℃油浴搅拌1小时。冷却之后，反应混合物溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.15g标题化合物(熔点：135.0—140.0℃)

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.91 (3H，S)，6.90—8.06 (11H，m)。

实施例33 制备3—(2—氯—6—氟苯基)—5—[3—氯—4—(2，6—二氯—4—三氟甲基苯氧基)苯基]—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 259)

2—氯—6—氟苯亚氨酸乙酯(1.80g)和三乙胺(1.20g)溶入甲苯(50ml)，在室温搅拌下往里滴加3—氯—4—(2，6—二氯—4—三氟甲基苯氧基)苯甲酰氯(3.70g)，然后100℃搅拌3小时。冷至

室温后，往反应液中加甲苯（50ml），并用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往反应中加单甲基肼（0.80g），100℃搅拌3小时。反应完成之后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶液洗脱，得1.50g标题化合物（熔点：67.0—72.0℃）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.05（3H，S），6.40—7.95（8H，m）。

实施例34 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（2—氯—4—三氟甲基苄氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.273）

往20ml N，N—二甲基甲酰胺中加3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（0.70g）和碳酸钾（0.31g），在室温搅拌下往里加2—氯—4—三氟甲基氯苄，然后120℃搅拌5小时。反应完成后，反应液冷至室温，倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得0.80g标题化合物（熔点：156.0—159.0℃）

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.05（3H，S），5.30（2H，S），

6.80—7.95（9H，m）。

实施例35 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—2—

（氟—4—三氟甲基苄氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 NO. 274）

往 20ml N，N—二甲基甲酰胺中加 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（0.90g）及碳酸钾（0.40g），在室温搅拌下，往里加 2—氟—4—三氟甲基氯苄（0.50g），然后 120℃搅拌 5 小时。反应完成之后，反应溶液冷至室温，倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得 0.60g 标题化合物（熔点：109.0—111.0℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

4.00（3H，S），5.25（2H，S），

6.80—7.90（9H，m）。

实施例 36 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（4—三氟甲基苄氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 0.275）

2—氯—6—氟苯亚氨酸乙酯（2.40g）和三乙胺（1.20g）溶于甲苯（50ml），室温搅拌下往里滴加 3—氯—4—（4—三氟甲基苄氧）苯甲酰氯（3.50g），100℃搅拌 3 小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯（50ml），用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼（0.90g），100℃搅拌 3 小时。反应完成之后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残

留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.20g标题化合物（熔点：43.0—47.0℃）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.91（3H，S），5.25（2H，S），

6.90—7.95（10H，m）。

实施例37 制备5—［3—氯—4—（4—三氟甲基苄氧）苯基］—3—（2，6—二氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.276)

2，6—二氟苯亚氨酸乙酯（2.20g）及三乙胺（1.20g）溶于甲苯(50ml)，在室温搅拌下往里滴加3—氯—4—（4—三氟甲基苄氧）苯甲酰氯（3.50g），然后在100℃搅拌3小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯（50ml），用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼（0.90g），100℃搅拌3小时。反应完成之后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.00g标题化合物（熔点：171.0—177.0℃）

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.00（3H，S），5.20（2H，S）

6.65—7.90（10H，m）。

实施例38 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（4—三氟甲氧苄氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 277)

2—氯—6—氟苯亚氨酸乙酯 (2.40g) 和三乙胺 (1.20g) 溶于甲苯 (50ml)，在室温搅拌下往里滴加 3—氯—4— (4—三氟甲氧苄氧) 苯甲酰氯 (3.70g)，然后 100℃搅拌 3 小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯 (50ml)，用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼 (0.90g)，并于 100℃搅拌 3 小时。反应完全后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶液洗脱，得 2.50g 标题化合物 (折光指数：1.5680)。

NMR 数据(60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

4.00 (3H，S)，5.10 (2H，S)，

6.85—7.90 (10H，m)。

实施例 39 制备 5— [3—氯—4— (4—三氟甲氧苄氧) 苯基] —3— (2，6—二氟苯基) —1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 278)

2，6—二氟苯亚氨酸乙酯 (2.20g) 和三乙胺 (1.20g) 溶于甲苯 (50ml)，在室温搅拌下往里滴加 3—氯—4— (4—三氟甲氧苄氧) 苯甲酰氯 (3.70g)，然后在 100℃搅拌 3 小时。冷至室温后，往反应液中加甲苯 (50ml)，用稀盐酸和生理盐水洗，有机层用无水硫酸镁干燥。往有机层中加单甲基肼 (0.90g)，100℃搅拌 3 小时。反应完成之后，反应混合物用稀盐酸和生理盐水洗，无水硫酸镁干燥，减压

浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.50g标题化合物（熔点：132.0—136.0℃）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.00（3H，S），5.10（2H，S），

6.70—8.20（10H，m）。

实施例40 制备3—（2—氟—6—氟苯基）—5—[2—氟—4—（3—氟—5—三氟甲基吡啶—2—基氧甲基）苯基]—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.317）

3—（2—氟—6—氟苯基）—5—（2—氟—4—羟甲基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（0.50g）溶于乙二醇二甲醚（20ml），冷至0℃后往里加氢化钠（60%，0.07g），反应混合物搅拌15分钟。然后往里滴加2，3—二氯—5—三氟甲基吡啶（0.34g）和乙二醇二甲醚（10ml）配成的溶液，搅拌3小时。反应完成之后，反应溶液升温至室温，倾入水中，用乙醚萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得0.62g标题化合物。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.83（3H，S），5.50（2H，S），

6.83—8.37（8H，m）。

实施例41 制备5—[3—氟—4—（3，5—二氟吡啶—2—基氧甲基）苯基]—3—（2—氟—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 330)

将氢化钠（60%，0.12g）加到乙二醇二甲醚（50ml）中，在—5℃下往里滴加 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟甲基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（1.00g）与乙二醇二甲醚（20ml）配成的溶液，然后搅拌 20 分钟。在—5℃搅拌下，10 分钟内往反应液中滴加 2，3，5—三氯吡啶（0.60g）的乙二醇二甲醚（20ml）溶液。反应混合物升温至室温后倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得 0.40g 标题化合物（熔点：153.0—155.0℃）。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

4.06	(3H, s)
5.48	(2H, s)
6.75 - 7.30	(3H, m)
7.50 - 8.00	(5H, m)

实施例 42 制备 5—[3—氯—4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧甲基）苯基]—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物 NO. 332)

将氢化钠（60%，0.16g）加到乙二醇二甲醚（50ml）中，—5℃、搅拌下往里滴加 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟甲

基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（1.20g）与乙二醇二甲醚（20ml）配成的溶液。在—5℃，10分钟内，往反应混合物中滴加2，3—二氯—5—三氟甲基吡啶（0.8g）与乙二醇二甲醚（20ml）配制的溶液，再搅拌15分钟。反应完成之后，反应液升温至室温，倾入水中并用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得1.10g标题化合物（熔点：47.0—49.0℃）

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

4.06	(3H, s)
5.57	(2H, s)
6.84 - 7.50	(3H, m)
7.60 - 7.75	(4H, m)
8.30	(1H, s)

实施例43 制备5—［3—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧甲基）苯基］—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.334）

将氢化钠（60%，0.12g）加到乙二醇二甲醚（50ml）中，在—5℃下往里滴加3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟甲基

苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（1.00g）与乙二醇二甲醚（20ml）配成的溶液，搅拌15分钟。在—5℃下往反应混合物中滴加2—氯—5—三氟甲基吡啶（0.60g）与乙二醇二甲醚（20ml）配成的溶液，搅拌15分钟。反应混合物升温至室温后倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得0.8g标题化合物（折光指数：1.5879）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.06（3H，S），5.57（2H，S），

6.75—8.42（9H，m）。

实施例44 制备5—［4—氯—3—（5—三氟甲基吡啶）—2—基氧苯基］—3—（2，6—二氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.377）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2，6—二氟苯腙酰氯（0.90g）、4—氯—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（0.90g）、无水三氯化铁（0.50g）和邻—二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴搅拌30分钟。冷却之后，溶入氯仿（100ml），依次用稀盐酸，稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.30g标题化合物。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.02（3H，S），6.64—7.98（8H，m），

8.20—8.38（1H，m）。

实施例 45 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［4—氯—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 NO. 378）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.00g）、4—氯—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）—苯甲氟（0.90g）、无水三氟化铁（0.50g）及邻二氯苯（5ml）的混合物于 140℃油浴搅拌 30 分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液、生理盐水洗。然后用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.40g 标题化合物。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

4.12（3H，S），6.92—8.11（2H，m），

8.33—8.50（1H，m）。

实施例 46 制备 3—（2—氯苯基）—5—［2—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物 NO. 389）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯苯腙酰氯（2.05g）、2—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氟（1.88g）、无水三氟化铁（1.07g）和邻二氯苯（10ml）的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，溶入氯仿（300ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液、生理盐水洗。然后同无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅

胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.87g标题化合物（熔点：104.0—108.0℃）

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.88（3H，S），6.90—8.40（10H，m）。

实施例47 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—[2—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基]—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.390）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（2.25g）、2—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（1.88g）、无水三氯化铁（1.07g），及邻二氯苯（5ml）在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶入氯仿（300ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。然后用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.54g标题化合物（熔点：139.0—141.0℃）。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

3.90（3H，S），

6.90—8.40（9H，m）。

实施例48 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—[3，5—二氯—4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基]—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.401）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.00g）、3，5—二氯—4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（1.00g）、无水三氯化铁（0.50g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。然后用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.60g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

4.10	(3H, s)
6.73 - 7.52	(3H, m)
7.80	(2H, s)
7.97 - 8.10	(1H, m)
8.12 - 8.26	(1H, m)

实施例49 制备5—[3—氯—4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧基）苯基]—3—（2，6—二氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO.409）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2，6—二氟苯腙酰氯（0.90g）、3—氯—4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（0.90g）、无

水三氯化铁（0.50g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。然后用无水硫酸镁干燥。减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.70g标题化合物。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.10（3H，S），6.72—8.06（7H，m）

8.14—8.30（1H，m）。

实施例50 制备5—[3—氯—4—(3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基]—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.410)

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯(0.90g)、3—氯—4—(3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰(0.80g)、无水三氯化铁(0.40g)和邻二氯苯(5ml)的混合物在140℃的油浴上搅拌30分钟。冷却之后溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液、生理盐水洗。然后无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.60g标题化合物。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.16（3H，S），6.92—8.16（7H，m），

8.24—8.40（1H，m）。

实施例51 制备5—［3—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—3—（2，6—二氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.412）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2，6—二氟苯腙酰氯（1.72g）、3—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（1.50g）、无水三氯化铁（0.85g）和邻二氯苯（10ml）的混合物在140℃的油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（200ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。然后用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.25g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.11（3H，S），6.80—8.40（9H，m）。

实施例52 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—氯—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.413）

将3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（3.04g）、2—氯—5—三氟甲基吡啶（1.70g）和碳酸钾（1.40g）加到N，N—二甲基甲酰胺（50ml）中，然后在120℃加热搅拌2小时。冷至室温后，反应液倾入水中，用乙酸乙酯萃取，有机层用水洗，无水硫酸镁干燥。减压浓缩，粗固体

用硅胶柱层析纯化，用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得3.3g标题化合物（熔点：116.0—117℃）

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.10（3H，S），6.90—8.30（9H，m）。

实施例53 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—[3—全氟丁基—4—(3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧甲基）苯基]—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.451)

将3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—5—（3—全氟丁基—4—羟甲基苯基）—1H—1，2，4—三唑（1.00g）溶入乙醇二甲醚(20ml)，并冷至0℃。往里加氢化钠(60%，0.08g)并搅拌30分钟。然后往里滴加2，3—二氯—5—三氟甲基吡啶（0.44g）的乙二醇二甲醚(10ml)溶液，搅拌3小时。反应完成之后，反应液升温至室温，倾入水中，用乙醚萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得1.00g标题化合物(熔点：123.0—127.8℃)。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

4.08	(3H, s)
5.73	(2H, s)
6.85 - 7.40	(4H, m)
7.75 - 8.27	(4H, m)

实施例54 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—全氟丁基—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧甲基）苯基］—1—甲基—1H1，2，4—三唑

（化合物NO. 453）

3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—5—（3—全氟丁基—4—羟甲基苯基）—1H—1，2，4—三唑（1.00g）溶于乙二醇二甲醚（20ml），冷至0℃。往里加氢化钠（60%，0.08g）之后搅拌30分钟。滴加2—氯—5—三氟甲基吡啶（0.36g）的乙二醇二甲醚（10ml）溶液后，搅拌5小时。反应完成之后，反应液升温至室温，倾入来中。用乙醚萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，得0.70g标题化合物（折光指数：1.5020）

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

4.12	(3H, s)
5.70	(2H, s)
6.80 ~ 8.53	(9H, m)

实施例55 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—5—［3—甲基—4—（4—三氟甲氧苯基）苯基］—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO. 457）

N—甲基—N—（甲磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.50g）、3—甲基—4—（4—三氟甲氧苯基）苯甲氰（1.42g）、无水三氯化铁（0.90g）及氯苯（10ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（300ml），依次同稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得1.64g标题化合物（熔点：117.0—122.0℃）

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

2.23	(3H, s)
4.10	(3H, s)
6.90 - 7.70	(10H, m)

实施例56 制备3—（2—氯苯基）—1—甲基—5—［4—甲基—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO. 509）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—苯腙酰氯（1.1g）、4—

甲基—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（1.00g）、无水三氯化铁（0.60g）及邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。有机层用无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.50g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

2.26	(3H, s)
4.07	(3H, s)
6.95 - 8.16	(9H, m)
8.36 - 8.52	(1H, m)

实施例57 制备3—（2—氧—6—氟苯基）—1—甲基—5—[4—甲基—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基]—1H—1，2，4—三唑（化合物NO.510）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（1.10g）4—甲基—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）、苯甲氰（0.90g）、无水三氯化铁（0.60g）及邻二氯苯（5ml）的混合物于140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml）中，依次用稀盐

酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。用无水硫酸镁干燥之后减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.60g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

2.24	(3H, s)
4.12	(3H, s)
6.85 - 8.07	(8H, m)
8.36 - 8.52	(1H, m)

实施例58 制备3—（2—氟—6—氟苯基）—5—［4—甲氧基—3—(5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO.516)

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氟—6—氟苯脲酰氯(1.00g)、4—甲氧基—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰(0.90g)、无水三氯化铁(0.50g)和邻二氯苯(5ml)的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿(100ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.50g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.85	(3H, s)
4.14	(3H, s)
6.92 - 8.08	(8H, m)
8.35 - 8.52	(1H, m)

实施例59 制备3—（2，6—二氟苯基）—5—［4—甲氧—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（化合物NO. 517）

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2，6—二氯—苯腙酰氯（0.70g）、4—甲氧—3—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰（0.80g）、无水三氯化铁（0.50g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶液洗脱，得0.30g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.84	(3H, s)
4.10	(3H, s)
6.75 - 8.10	(8H, m)
8.30 - 8.47	(1H, m)

实施例60 制备3—（2—氟—6—氟苯基）—5—［3—氯5—三氟甲基吡啶—2—基氧）—5—甲氧苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO. 523）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氟—6—氟苯腙酰氯（0.90g）、3—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）—5—甲氧基苯甲氯（0.80g）、无水三氯化铁（0.80g）和邻二氯苯（5ml）混合物在140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0.60g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

3.92	(3H, s)
4.12	(3H, s)
6.85 - 7.53	(6H, m)
7.96 - 8.06	(1H, m)
8.23 - 8.40	(1H, m)

实施例61 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［3—甲氧基—4—(5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

(化合物NO. 524)

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯(3.75g)、3—甲氧—4—（5—三氟甲基吡啶—2—基氧）苯甲氰(3.03g)、无水三氯化铁(1.70g)及邻二氯苯(5ml)的混合物于140℃油浴上搅拌30分钟。冷却之后，溶于氯仿(300ml)，依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥之后，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得2.80g标题化合物。

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

2.97	(3H, s)
3.07	(3H, s)
6.90 - 8.30	(9H, m)

实施例62 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—［4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）—3—甲氧苯基］—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物 N0526）

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯腙酰氯（0.90g）、4—（3—氯—5—三氟甲基吡啶—2—基氧）—3—甲氧基苯甲氰（0.90g）、无水三氯化铁（0.50g）和邻二氯苯（5ml）的混合物在 140℃油浴上搅拌 30 分钟。冷却之后，溶于氯仿（100ml），依次用稀盐酸、稀氢氧化钠水溶液和生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 0.60g 标题化合物。

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

3.81	(3H, s)Z
4.13	(3H, s)
6.90 - 7.60	(6H, m)
7.93 - 8.06	(1H, m)
8.16 - 8.30	(1H, m)

实施例63 制备5—（2—氯—4—己基苯基）—3—（2—氯苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

（化合物NO. 40）

N—甲基—N—苯磺酰基—2—氯苯氨基脒（chloroben zamidrazone）（3. 24g）和2—氯—4—己基苯甲酰氯（3. 37g）的混合物于170—180℃油浴上搅拌4小时。冷至室温后加乙酸乙酯，有机层用水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得0. 85g标题化合物（折光指数：1. 5830）。NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

0.90	(3H, t)
1.00 - 1.90	(8H, m)
2.67	(2H, t)
3.87	(3H, s)
7.10 - 7.60	(6H, m)
7.90 - 8.05	(1H, m)

参考例1 制备N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯苯脒氨基

N—甲基—N—（苯磺酰基）—2—氯苯脒酰氯（17. 2g）溶于N，N—二甲基甲酰胺（100ml），在60—70℃搅拌3小时，同时往里充氨

气。冷却之后，溶于500ml乙酸乙酯，并用水洗。然后无水硫酸镁干燥。减压浓缩，粗产品用己烷洗，得15.4g标题化合物（熔点：94.0—96.0℃）

NMR数据（60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm）

2.75	(3H, s)
5.80	(2H, s)
7.10 - 8.00	(9H, m)

参考例2 制备3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—甲基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—2—氯—6—氟苯脲酰氯(7.50g)、3—氯—4—甲基苯甲氟（3.33g）、无水三氯化铝（3.00g）和邻二氯苯(20ml)的混合物在140℃油浴上搅拌1小时。冷却之后，用生理盐水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得3.70g标题化合物。

参考例3 制备5—（4—溴甲基—3—氯苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1，2，4—三唑

将3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—甲基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（3.37g），N—溴丁二酰亚胺

(2.14g) 和 氮双异丁基氰 (30mg) 加到四氯化碳 (50ml) 中，加热回流搅拌 1 小时。反应混合物冷却之后，滤去不溶性物质，滤液减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 2.51g 标题化合物 (熔点：124.0—126.0℃)

参考例 4 制备 5—(4—乙酰氧甲基—3—氟苯基—3—(2—氟—6—氟苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

将 5—(4—溴甲基—3—氟苯基)—3—(2—氟—6—氟苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑 (24.3g) 和乙酸钾 (29.0g) 加到 N，N—二甲基甲酰胺 (200ml) 中，然后于 130℃搅拌 3 小时。反应混合物冷至室温后倾入水中，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩。残留物用硅胶柱层析纯化，己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗脱，得 11.8g 标题化合物。

NMR 数据 (60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm)

2.13	(3H, s)
4.07	(3H, s)
5.24	(2H, S)
6.90 - 7.85	(6H, m)

参考例5 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟甲基苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

将 5—（4—乙酰氧甲基—3—氯苯基）—3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑（11.1g）溶于乙醇（50ml）和水（20ml）的混合溶液，然后加入氢钠（2.30g），加热、回流并搅拌 1 小时。冷至室温后，反应混合物加乙酸乙酯，并用水洗。无水硫酸镁干燥，减压浓缩得粗固体。粗固体用己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗，得 6.70g 标题化合物（熔点：111—113℃）

NMR 数据（60MHZ，$CDCl_3$ 为溶剂，δ 值：ppm）

3.50	(1H, t)
4.05	(3H, s)
4.75	(2H, d)
6.95 - 7.70	(6H, m)

参考例6 制备 3—（2—氯—6—氟苯基）—5—（3—氯—4—羟苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

将 3—氯—4—甲氧苯甲氰（40.3g）和无水三氯化铁（42.2g）加到邻二氯苯（200ml）中，在 120℃加热并搅拌。在 120℃、搅拌下，30 分钟内往该反应混合物中滴加 N—甲基—N—（对甲苯磺酰基）—

2—氯—6—氟—苯腙酰氯(62.2g)与邻二氯苯(300ml)配制的溶液，然后在120℃再搅拌3小时。冷至室温后，反应混合物倾入大量水中，用氯仿萃取。有机层中加入10%氢氧化钠水溶液(200ml)和25%氨水溶液(200ml)，50℃搅拌1小时，有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩，得70.5g3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(3—氯—4—甲氧苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑粗产品。

将3—(2—氯—6—氟苯基)—5—(3—氯—4—甲氧苯基)—1—甲基—1H—1，2，4—三唑(70.5g)粗产品和无水三氯化铝(80.0g)加到苯(300ml)中，加热、回流并搅拌3小时。冷至室温后，反应混合物倾入冰水中并用甲苯萃取。有机层用水洗，用20%氢氧化钠水溶液萃取，水层在冰冷却下通过极缓慢地加浓硫酸酸化，用乙酸乙酯萃取。有机层用水洗，无水硫酸镁干燥，减压浓缩，得64.2g标题化合物。

NMR数据(60MHZ，$CDCl_3$为溶剂，δ值：ppm)

4.10 (3H，S)，7.00—7.90 (6H，m)，

10.85 (1H，S)。

本发明的杀虫剂和杀螨剂含有通式I的三唑衍生物作为活性成分。

当本发明的化合物用于杀虫剂和杀螨剂之中，这些化合物本身可以单独使用，也可以和载体、表面活性剂、分散剂、佐剂或类似物料配伍，所述辅加剂在配方中常用，配位之后形成粉尘剂、可温

粉剂、乳化剂、细粉、颗粒剂，以及类似剂型。配方中使用的载体可以提到的有固体载体，例如zeek lite、滑石、皂土、粘土、高岭土、硅藻土、白碳、蛭石、氢氧化钙、石英砂、硫酸铵、尿素或类似的物料；液体载体，例如异丙醇、二甲苯、环己烷—甲基萘或类似物料。可以提到的表面活性剂和分散剂有烷基苯磺酸的金属盐，二萘甲基二磺酸的金属盐，醇的硫酸酯的盐、烷基芳基磺酸酯、木质素磺酸酯、聚乙二醇醚、聚氧乙烯烷基芳基醚、聚氧乙烯山梨醇单烷基酯及类似的化合物。可以提到的辅料有羧甲基纤维素、聚乙二醇、阿拉伯树胶及类似的物料。在使用中，活性成分通过稀释到一个合适的浓度喷洒或直接应用。

本发明的杀虫剂和杀螨剂可以喷洒到植物的杆或叶上，可用于土壤，可用于动物繁殖箱、可以喷洒到水面上等等。如果需要的话，活性成分的化合物比例可以适当选择，不过作为粉尘剂或颗粒剂时，可以适当选择的范围是0.05%至20%（重量百分比），最好是0.1%至10%（重量百分比）。作为乳化剂或可湿粉时，适宜的范围是0.5—80%（重量百分比）。最好从1—60%（重量百分比）的范围内选择。

本发明的杀虫剂或杀螨剂的用量取决于使用的化合物的类型、被杀灭的虫害、虫害的严重程度、环境条件，使用的配方的类型等等。作为粉尘剂或颗粒剂直接使用时，活性成分的适宜的用量范围是0.05克至5公斤/10公亩，最好是0.1克至1公斤/10公亩。作为液体制剂，比如乳化剂或可湿粉使用时适宜的用量范围是0.1—

5000ppm，最好是 1—1000ppm。此外，本发明的杀虫剂和杀螨剂还可与别的杀虫剂、杀真菌剂、肥料及植物生长调节剂混合使用。

配方将用典型的实施例加以具体描述。这些实施例仅仅是范例，化合物及活性的类型，配方用的比例均不受这些实施例的限制，可以在宽范围内变化。只要不专门指出，百分比都是指重量百分比。

配方实施例 1 乳化剂

使 30%活性化合物 (41)、20%环己酮、11%聚氧乙烯烷基芳基醚、4%烷基苯磺酸钙及 35%甲基萘均匀地溶解，制备乳化剂。

配方实施例 2 可湿性粉剂

将 40%活性化合物 (389)、15%硅藻土、15%粘土、25%白碳、2%二萘甲基二磺酸钠和 3%木质素磺酸钠粉碎并均匀混合，制备可湿性粉剂。

配方实施例 3 粉尘剂

将 2%活性化合物 (116)、5%硅藻土和 93%粘土粉碎并均匀混合，制备粉尘剂。

配方实施例 4 颗粒剂

5%活性化合物 (41)、2%月桂醇硫酸酯的钠盐、5%木质素磺酸钠、2%羧甲基纤维素和 80%粘土粉碎并均匀混合。然后按每 100 份重量的该混合物加 20 份重量的水，通过挤压剂制粒机使成型为 14—32 目的颗粒，干燥后即得颗粒剂。

本发明的三唑类衍生物可以有效地控制半翅目虫（plant hoppers），例如稻褐飞虱，白飞虱、灰飞虱等；叶蝉科害虫，例如黑尾叶蝉、茶绿叶蝉等；蚜虫，例如棉蚜、桃蚜、菜蚜等；粉虱，例如温室粉虱等；半翅目的有害昆虫，例如蚧科，象桑白蚧和长蝽科，象稻蛛缘蝽；鳞翅目的有害昆虫，例如菜蛾、甜菜夜蛾、黄地老虎等；双翅目有害昆虫，例如家蝇和蚊子等；鞘翅目有害昆虫，例如稻象虫、azuki 大豆象、黄守瓜等，；直翅目有害昆虫，例如美洲大蠊、德国蜚蠊等；螨，例如棉红蜘蛛、神泽叶蝉、柑桔红蜘蛛等。这类化合物对于螨，例如棉红蜘蛛、神泽叶蝉、柑桔红蜘蛛等有特别优秀的杀灭作用；对蚜虫，例如棉蚜、桃蚜、菜蚜等也有优秀的杀灭作用。

本发明的化合物的效用将用下述试验实施例加以描述。此外，JP—A—56—154464 中的化学式 3 中表示的化合物作为比较的化合物 a—b，在技术报告 RD 278004 中表示的化合物作为比较的化合物 c—d 在配方中与待测化合物一样使用。

比较的化合物 a：3，5—双（2—氯苯基）—1—甲基—1H—1，2，4—三唑

比较的化合物 b：3—（2—氯苯基）—1—甲基—5—（3—甲基苯基）—1H—1，2，4—三唑

比较的化合物 c：3—（2—氯苯基）—1—甲基—5—（3—氯—2—甲基苯基）—1H—1，2，4—三唑

比较的化合物 d：3—（2—氯—6—氟苯基）—1—甲基—5—（2，4—二氯苯基）—1H—1，2，4—三唑

试验实施例 1 杀棉红蜘蛛试验

按配方实施例 2 制备的可湿性粉剂用水稀释，使活性组分的浓度为 500ppm。在制成的稀释可湿性粉剂中埋入播种前用棉红蜘蛛的成虫接种过的大豆，然后在室气中干燥。治疗之后，播种大豆放到 25℃恒温箱中培育 14 天，然后计算成活的成虫数目，以便按照计算公式（1）计算控制有效率的百分数。控制有效率按表 3 的标准评价。结果列入表 4。所有试验都按双系列进行。

计算公式（1）

$$\text{控制有效率} = \left(1 - \frac{\text{非治疗点治疗前的成虫数}}{\text{治疗点治疗前的成虫数}} \times \frac{\text{治疗点上测定天数之后成虫数}}{\text{非治疗点上测定天数之后成虫数}} \times 100\right)$$

表 3

控制有效率	评价
控制有效率不小于 90%	A
控制有效率不小于 70%，但小于 90%	B
控制有效率不小于 50%，但小于 70%	C
控制有效率小于 50%	D

表 4

化合物号	评价
1	A
2	A
5	A
6	A
15	A
16	B
18	B
19	B
24	B
28	B
29	A
34	B
40	A
41	A
44	A
47	A
48	A
50	A
65	B
66	A
68	B
72	B
73	B
74	A
76	A
77	A
78	A
87	A
118	A
119	A
120	A
121	B
123	A
138	A
145	A

化合物号	评价
157	A
158	A
161	A
196	A
197	A
199	A
201	A
241	A
267	A
268	A
269	A
273	A
274	A
275	A
276	A
277	A
278	A
313	B
317	A
319	A
320	A
321	A
322	A
330	A
332	A
334	A
338	A
345	B
373	A
374	A
376	A
377	A
378	A
389	A
390	B

化合物号	评价
391	A
395	A
400	A
401	A
403	A
404	A
406	A
409	A
410	A
412	A
413	A
419	A
451	B
453	B
456	A
457	A
489	A
496	A
497	A
498	A
508	A
509	A
510	A
511	A
516	A
517	A
522	A
523	A
524	A
526	A
531	B
比较的化合物 b	D
比较的化合物 c	D
比较的化合物 d	D

试验实施例 2 杀菜蛾实验

按配方实施例 2 制备的可湿性粉剂进行稀释，使活性成分的浓度为 500ppm。用得到的稀溶液浸蔬菜叶，在空气中干燥，然后放进氯乙烯杯。10 只菜蛾的幼虫放进杯中，此后加盖。杯子在 25℃的恒温箱中放置 6 天，计算死亡的幼虫数，按计算公式（2）计算致死的百分数。按表 5 的标准评价致死率。结果列入表 6。所有试验都按双系列进行。

计算公式（2）

$$\text{致死率} = \left(\frac{\text{测定日期内死亡的幼虫数}}{\text{治疗前幼虫数}} \times 100\right.$$

表　5

致死率	评价
死率不小于 90%	A
死亡率不小于 70%，但小于 90%	B
死亡率不小于 50%，但小于 70%	C
死亡率小于 50%	D

试验实施例3 杀灭稻褐飞虱

表 6

化合物号	评价
51	A
78	A
116	A
118	A
157	A
158	A
161	A
196	A
197	A
199	A
276	A
317	A
319	A

化合物号	评价
320	A
321	A
322	A
330	A
332	A
334	A
338	A
376	A
391	A
409	A
413	A
419	A
456	A

化合物号	评价
457	A
496	A
497	A
498	A
514	A
524	A
526	A
比较的化合物a	D
比较的化合物c	D
比较的化合物d	D

试验实施例3 杀灭稻褐飞虱

按照配方实施例2制备的可湿性粉剂用水稀释，使活性组分的浓度为500ppm。用可湿性粉末制成的稀溶液浸水稻杆和叶，然后在空气中干燥，置于试管中。在试管中放10只稻褐飞虱的幼虫，然后试管口用吸附性填料塞住。此后试管置于25℃的恒温箱中放6天，计算死亡的幼虫数，并按计算公式（2）计算死亡百分数。按表5的标准评价死亡率。结果列入表7。所有的试验都按双系列进行。

表 7

化合物号	评价
2	A
78	B
116	A
311	B
378	B
395	B
517	A
524	A
比较的化合物a	D
比较的化合物b	C
比较的化合物d	D

试验实施例 4 杀灭棉蚜试验

按照配方实施例 2 制备的可湿性粉剂用水稀释，使活性成份的浓度为 100ppm。将预先接种过棉蚜幼虫的黄瓜籽浸上稀释的可湿性粉剂。治疗之后，黄瓜籽在 25℃的恒温箱中放置 3 天，然后计算死亡的幼虫数，按计算公式 (2) 计算死亡的百分数。计算的死亡率按表 5 的标准评价。结果列入表 8。所有的试验都按双系列进行。

表 8

化合物号	评价	化合物号	评价	化合物号	评价
1	B	74	A	374	A
2	A	76	A	376	A
4	A	77	A	377	A
8	B	78	A	378	A
15	A	87	A	389	A
16	A	118	A	390	A
18	A	121	A	391	A
19	A	123	A	395	A
24	A	138	A	404	B
28	A	145	A	412	A
29	A	157	A	413	A
36	A	158	A	419	A
37	A	161	A	456	A
38	A	201	A	457	A
40	A	267	A	480	A
41	A	274	B	496	A
42	A	277	A	497	A
43	A	313	A	509	A
44	A	317	A	510	A
51	A	319	A	511	A
63	B	320	A	513	A
64	A	321	A	516	A
65	A	322	A	517	A
66	A	332	A	524	A
68	A	334	A	526	A
72	A	338	A	531	A