世界知的所有権機関
国際事務局

PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6 **C07D 251/18, 405/12, A01N 43/68**	**A1**	(11) 国際公開番号 **WO97/19936** (43) 国際公開日 1997年6月5日(05.06.97)

(21) 国際出願番号 PCT/JP96/01799

(22) 国際出願日 1996年6月28日(28.06.96)

(30) 優先権データ
特願平7/307394 1995年11月27日(27.11.95) JP

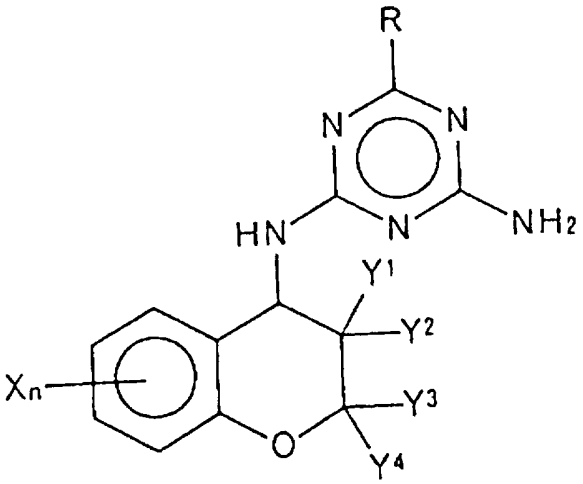
(71) 出願人（米国を除くすべての指定国について）
出光興産株式会社(IDEMITSU KOSAN CO., LTD.)[JP/JP]
〒100 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 Tokyo, (JP)
(72) 発明者；および
(75) 発明者／出願人（米国についてのみ）
斉藤雅俊(SAITO, Masatoshi)[JP/JP]
窪田峰行(KUBOTA, Mineyuki)[JP/JP]
小池和好(KOIKE, Kazuyoshi)[JP/JP]
〒299-02 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
出光興産株式会社内 Chiba, (JP)
(74) 代理人
弁理士 中村静男, 外(NAKAMURA, Shizuo et al.)
〒110 東京都台東区東上野1丁目25番12号
熊切ビル2階 Tokyo, (JP)

(81) 指定国 AL, AM, AU, BB, BG, BR, CA, CN, CZ, EE, FI, GE, HU, IS, JP, KG, KR, LK, LR, LT, LV, MD, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, TR, TT, UA, US, UZ, VN, ARIPO特許 (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類
国際調査報告書

(54)Title: **TRIAZINE DERIVATIVES**

(54)発明の名称 トリアジン誘導体



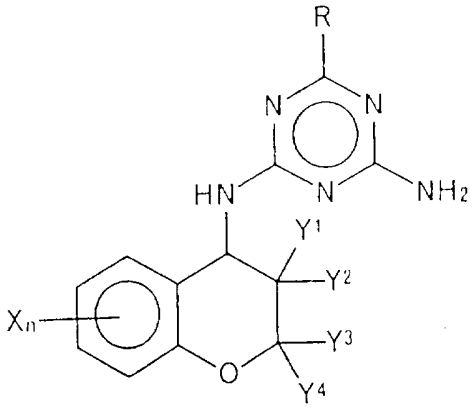
(I)

(57) Abstract

Triazine derivatives represented by general formula (I) (wherein each symbol is as defined in the specification), processes for the production thereof, and herbicides containing the derivatives of general formula (I) or salts thereof as the active ingredient. The derivatives are not phytotoxic against cotton and can selectively control a wide variety of upland weeds including abutilons Abutilon avicennae , one of malvaceous weeds like cotton, in a low dose. Herbicides containing these derivatives as the active ingredient are therefore remarkably useful for cotton fields.

（５７）要約

一般式（I）



(I)

（式中、各記号は明細書で定義したとおりである。）

で表されるトリアジン誘導体、その製造方法および上記一般式（I）で表されるトリアジン誘導体またはその塩を有効成分として含有する除草剤である。

本発明の上記トリアジン誘導体はワタに対する薬害がなく、ワタと同じアオイ科雑草であるイチビを含む広範な畑地雑草を低薬量で選択的に防除することができる。したがって、このトリアジン誘導体を有効成分とする本発明の除草剤は、ワタ畑用除草剤として極めて有用である。

情報としての用途のみ

ＰＣＴに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にＰＣＴ加盟国を同定するために使用されるコード

AL	アルバニア	EE	エストニア	LR	リベリア	RU	ロシア連邦
AM	アルメニア	ES	スペイン	LS	レソト	SD	スーダン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LT	リトアニア	SE	スウェーデン
AU	オーストラリア	FR	フランス	LU	ルクセンブルグ	SG	シンガポール
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LV	ラトヴィア	SI	スロヴェニア
BB	バルバドス	GB	イギリス	MC	モナコ	SK	スロヴァキア共和国
BE	ベルギー	GE	グルジア	MD	モルドバ	SN	セネガル
BF	ブルギナ・ファソ	GH	ガーナ	MG	マダガスカル	SZ	スワジランド
BG	ブルガリア	GN	ギニア	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TD	チャード
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	ML	マリ	TG	トーゴ
BR	ブラジル	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	TJ	タジキスタン
BY	ベラルーシ	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	IL	イスラエル	MW	マラウイ	TT	トリニダード・トバゴ
CF	中央アフリカ共和国	IS	アイスランド	MX	メキシコ	UA	ウクライナ
CG	コンゴー	IT	イタリー	NE	ニジェール	UG	ウガンダ
CH	スイス	JP	日本	NL	オランダ	US	米国
CI	コート・ジボアール	KE	ケニア	NO	ノルウェー	UZ	ウズベキスタン共和国
CM	カメルーン	KG	キルギスタン	NZ	ニュー・ジーランド	VN	ヴィェトナム
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	PL	ポーランド	YU	ユーゴスラビア
CS	チェッコ共和国	KR	大韓民国	PT	ポルトガル		
CZ	チェッコ共和国	KZ	カザフスタン	RO	ルーマニア		
DE	ドイツ	LI	リヒテンシュタイン				
DK	デンマーク	LK	スリランカ				

明　　細　　書

トリアジン誘導体

技術分野

本発明は、新規なトリアジン誘導体、その製造方法およびそれを有効成分とする除草剤に関する。さらに詳しくは、本発明は、ワタに対する薬害がなく、ワタと同じアオイ科雑草であるイチビを含む広範な畑地雑草を低薬量で選択的に防除しうるトリアジン誘導体、該トリアジン誘導体を効率よく製造する方法、および該トリアジン誘導体を有効成分として含有する除草剤に関するものである。

背景技術

雑草防除作業の省力化や農園芸作物の生産性向上にとって除草剤は極めて重要な薬剤であり、そのため長年に渡って除草剤の研究開発が積極的に行われ、現在多種多様な薬剤が実用化されている。しかし、今日においてもさらに卓越した除草特性を有する新規薬剤、特に栽培作物に薬害を及ぼすことがなく、対象雑草のみを選択的、かつ低薬量で防除しうる薬剤の開発が望まれている。

他方、ワタ畑にはワタと共に種々の雑草、例えばメヒシバなどの一年生イネ科雑草、アサガオ、アオビユ、オナモミ、イチビなどの一年生広葉雑草が生育することが知られている。これらの雑草をワタに薬害を与えずに、しかも環境汚染の問題から、少量の散布で効率よく防除することがワタ作にとって極めて重要である。特に、ワタはアオイ科雑草であるため、同じアオイ科雑草であるイチビに対して除草活性を有する薬剤はワタに薬害を与えやすい。そのため、イチビに対して高い除草活性を有し、かつワタとイチビとの属間選択性に優れた薬剤の開発が重要な課題となっている。

従来からトリアジン系除草剤として、各種の化合物が知られている。例えば２－クロロ－４，６－ビス（アルキルアミノ）－ｓ－トリアジン誘導体は、幅広い殺草スペクトルを有し、除草剤として有用であることが知られている。しかしながら、これら従来から知られているトリアジン系除草剤は、十分な除草効果を達成するためには、多量に施用する必要がある。そして、その高い土壌移行性のた

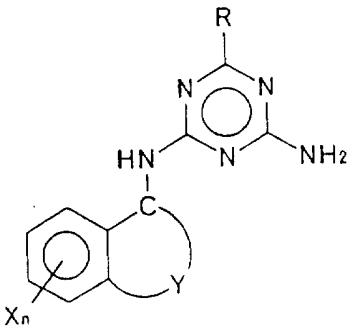
め、地下水が汚染される等の環境問題を引き起こしている。

発明の開示

本発明は、このような状況下で、少量で十分な除草効果を発揮し、かつ環境に対して安全であり、さらにワタとイチビとの属間選択性に優れた除草剤化合物を提供するを目的とするものである。

本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、フェニル基が縮環した炭素鎖環基とトリアジン環とが、あるいはクロマン環基とトリアジン環とがアミノ基を介して結合した新規トリアジン誘導体が、ワタに対して薬害を及ぼさず、かつ種々の雑草、特にワタと同じアオイ科雑草であるイチビに対しても優れた除草活性を示すことを見出し本発明を完成するに到った。

すなわち、本発明は、一般式（I）



（I）

[式中、Xはハロゲン原子、ヒドロキシル基、シアノ基、C_1～C_6アルキル基、C_1～C_4アルコキシ基、C_1～C_4アルキルチオ基、C_1～C_4アルキルスルホニル基、C_1～C_6ハロアルキル基、C_1～C_4ハロアルコキシ基、フェニル置換C_1～C_4アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示し、Xが複数ある場合、複数のXはたがいに同一でも異なっていてもよく、また、隣接する2つのXがベンゼン環中の炭素－炭素結合とともに飽和もしくは不飽和の五員環または六員環を形成していてもよい。nは0または1～4の整数を示す。

Rは

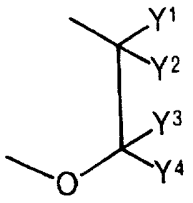
(1)C_1～C_6アルキル基、または

(2)i)ハロゲン原子、

ii)ヒドロキシル基、

iii)アルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基からなる群から選ばれる１種または２種の置換基を１～１３個有する置換C_1～C_6アルキル基を示す。

Yは１～８個のC_1～C_6アルキル基で置換されていてもよいC_2～C_4アルキレン基または式（a）

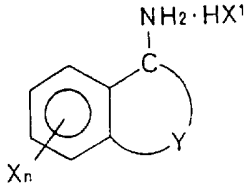


(a)

（Y^1～Y^4はそれぞれ独立して水素原子またはC_1～C_4アルキル基である）で表される２価の基を示す。］

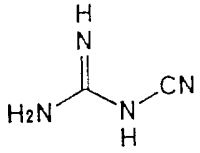
で表されるトリアジン誘導体を要旨とする。

また本発明は、一般式（II）



（II）

（式中、X、nおよびYは前記定義のとおりであり、X^1はハロゲン原子を示す。）で表される化合物と、式（III）



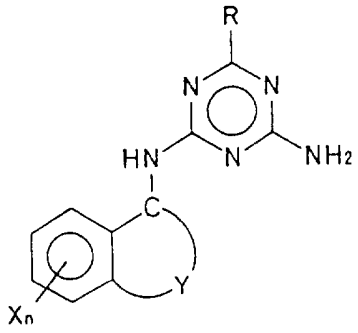
（III）

で表されるシアノグアニジンとを反応させ、次いで一般式（IV）

$RCOOR^1$ (IV)

（式中、Rは前記定義のとおりであり、R^1はC_1～C_4アルキル基を示す。）

で表されるエステル類と反応させることを特徴とする、一般式（I）



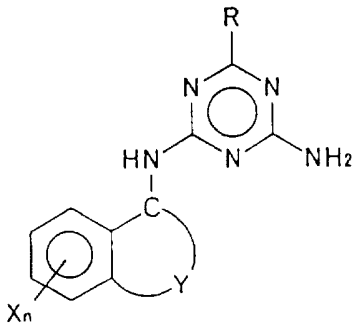
（I）

（式中、X、n、YおよびRは前記定義のとおりである。）
で表されるトリアジン誘導体の製造方法を要旨とする。

さらに本発明は、上記一般式（I）で表されるトリアジン誘導体またはその塩を有効成分として含有する除草剤を要旨とする。

発明を実施するための最良の形態

本発明のトリアジン誘導体（以下、「トリアジン誘導体（I）」ということがある。）は、下記一般式（I）



（I）

によって表される化合物である。

上記一般式（I）において、Xはハロゲン原子、ヒドロキシル基、シアノ基、C_1～C_6アルキル基、C_1～C_4アルコキシ基、C_1～C_4アルキルチオ基、C_1～C_4アルキルスルホニル基、C_1～C_6ハロアルキル基、C_1～C_4ハロアルコキシ基、フェニル基置換－C_1～C_4アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示す。

ここで、Xがハロゲン原子である場合の具体例としては、例えば塩素原子、臭素原子、フッ素原子、ヨウ素原子等が挙げられ、好ましくは塩素原子、フッ素原子または臭素原子である。

XがC_1～C_6アルキル基である場合の具体例としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基が挙げられ、これらのうち炭素数3～6のものは直鎖または分岐を有していてもよい。さらにC_1～C_6アルキル基は、シクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の環状アルキル基それ自身でもよい。また環状アルキル基を含んでいてもよく、その例としてはシクロプロピルメチル基などが挙げられる。好ましくはメチル基、エチル基、i－プロピル基、t－ブチル基であり、特に好ましくはメチル基である。

XがC_1～C_4アルコキシ基である場合の具体例としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基が挙げられ、このうち炭素数3または4のものは直鎖または分岐を有していてもよい。C_1～C_4アルコキシ基の具体例として、メチル基で置換されていてもよいシクロプロポキシ基や、シクロブトキシ基も挙げられる。好ましくはメトキシ基である。

XがC_1～C_4アルキルチオ基である場合の具体例としては、例えば－SCH_3基、－SC_2H_5基、－SC_3H_7基、－SC_4H_9基が挙げられ、これらのうち炭素数が3または4のものは直鎖または分岐を有していてもよい。好ましくは－SCH_3基である。

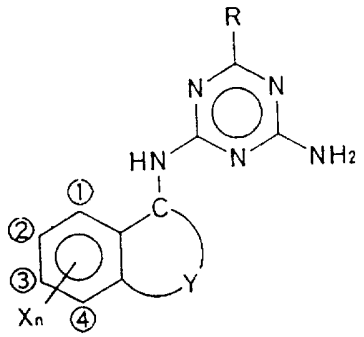
XがC_1～C_4アルキルスルホニル基である場合の具体例としては、例えば－SO_2CH_3基、－$SO_2C_2H_5$基、－$SO_2C_3H_7$基、－$SO_2C_4H_9$基が挙げられ、これらのうち炭素数が3または4のものは直鎖または分岐を有していてもよい。好ましくは－SO_2CH_3基である。

Xの一態様であるC_1～C_6ハロアルキル基とは、上記したC_1～C_6アルキル基の炭素原子に結合した水素原子の1～13個が上記したハロゲン原子によって置換された基である。その具体例としては、例えば－CF_3基、－CH_2F基、－CCl_3基、－CH_2CF_3基等が挙げられ、好ましくは－CF_3基である。

Xの一態様であるC_1～C_4ハロアルコキシ基とは、上記したC_1～C_4アルコキシ基の炭素原子に結合した水素原子の1～9個が上記したハロゲン原子によって置換された基である。その具体例としては、例えば－OCF_3基、－$OCCl_3$基、－OCH_2F基等が挙げられ、好ましくは－OCF_3基である。

Xの一態様であるフェニル基置換－C_1～C_4アルキル基とは、C_1～C_4アルキル基の炭素原子に結合した水素原子の１個または２個以上がフェニル基で置換された基である。ここで、C_1～C_4アルキル基とは、メチル基、エチル基、プロピル基およびブチル基が挙げられ、このうちプロピル基とブチル基は直鎖または分岐を有していてもよい。フェニル基置換－C_1～C_4アルキル基の具体例としては、例えば－CH_2Ph基（Phはフェニル基を表す。）、－CH_2CH_2Ph基等が挙げられ、好ましくは－CH_2Ph基である。

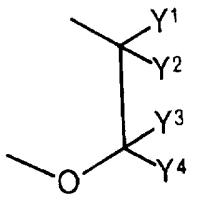
このXの置換位置については、後述するYが１～８個のC_1～C_4アルキル基で置換されていてもよいC_2～C_4アルキレン基である場合、Yを含む炭素鎖環に縮環した芳香族基における４つの炭素のいずれでも可能であるが、好ましくは下記一般式（I）



（I）

において示した置換可能な位置①～④のうちの②位、③位または④位、②位と④位の両方、または③位と④の両方である。

また、後述するYが、式（a）



（a）

（式中、Y^1～Y^4は前記定義とおりである。）

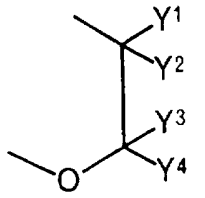
で表される２価の基の場合、Xの置換位置は、クロマン環の５～８位の４つの炭素のいずれでも可能である。

上記一般式（I）において、Xの置換数を示すnは、０または１～４の整数を示

し、好ましくは0、1または2である。nが2～4、すなわちXの置換数が2～4である場合、2個以上のXは互いに同一であっても異なっていてもよい。

また隣接する2つのXがベンゼン環中の炭素－炭素結合とともに飽和もしくは不飽和の五員環または六員環を形成していてもよい。すなわち、Xが結合しているベンゼン環とともにインデン環、インダン環、ナフタレン環、テトラリン環などを形成していてもよい。

上記一般式（I）において、Yは1～8個のC_1～C_4アルキル基で置換されていてもよいC_2～C_4アルキレン基または式（a）



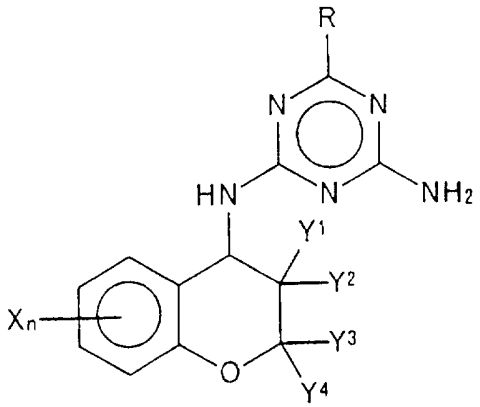
(a)

で表される2価の基を示す。

ここで、Yが上記C_2～C_4アルキレン基である場合、フェニル基が縮環した炭素鎖環基は、特にYがエチレン基（C_2アルキレン基）のときは、通称名インダニル基であり、Yがプロピレン基（C_3アルキレン基）のときは、通称名テトラリニル基である。

YのC_2～C_4アルキレン基に置換することができるC_1～C_4アルキル基の具体例は、上記XにおけるC_1～C_6アルキル基のうちのC_1～C_4アルキル基と同様であり、好ましくはメチル基である。YのC_2～C_4アルキレン基に置換することができるC_1～C_4アルキル基の置換数は、1～8個である。Yにおいてアルキレン基に置換されるC_1～C_4アルキル基の置換位置は、アルキレン基がエチレン基（C_2）である場合、エチレン基の4個の水素原子、アルキレン基がプロピレン基（C_3）である場合、プロピレン基の6個の水素原子、およびアルキレン基がブチレン基（C_4）である場合、ブチレン基の8個の水素原子のいずれにおいても可能である。

一方、Yが上記式（a）で表される2価の基の場合、本発明のトリアジン誘導体（I）は、下記一般式（I'）



(I')

[式中、X、nおよびRは、一般式（I）と同じである。]

で表すことができる。

上記一般式（I'）において、Y^1～Y^4はそれぞれ独立して水素原子またはC_1～C_4アルキル基を示し、好ましくは水素原子またはメチル基である。

上記一般式（I）において、Rは

(1)C_1～C_6アルキル基、または

(2)i)ハロゲン原子、

ii)ヒドロキシル基、

iii)アルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基

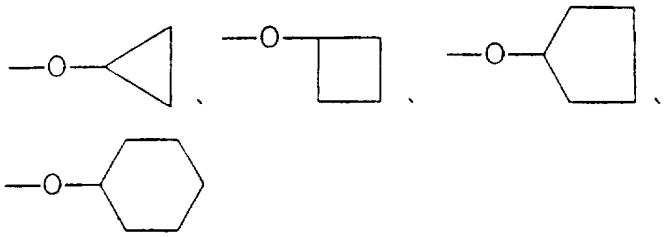
からなる群から選ばれる１種または２種の置換基１～１３個を有する置換C_1～C_6アルキル基を示す。

(1)のC_1～C_6アルキル基の具体例は、Xにおいて説明したとおりであり、好ましくはｔ－ブチル基である。

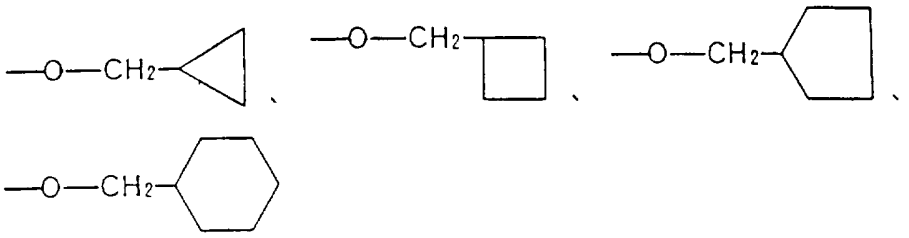
(2)の置換C_1～C_6アルキル基における置換基の１種であるi)のハロゲン原子の具体例は、Xにおいて説明したとおりであり、好ましくはフッ素原子または塩素原子である。従って（２）の置換C_1～C_6アルキル基の１種であるハロゲン原子置換C_1～C_6アルキル基の具体例としては、例えば－CF_3基、－CCl_3基、－CH_2F基、－CH_2Cl基、、－CH_2Br基、－C_2F_5基、－CH_2CH_2F基、－CHF（CH_3）基、－CHCl（CH_3）基、－CHBr（CH_3）基、－CHF（CF_3）基、－CF（CH_3）$_2$基、－CCl（CH_3）$_2$基、－CBr（CH_3）$_2$基、－CHF（CH_2CH_3）基、－CHCl（CH_2CH_3）基、－CHBr（CH_2CH_3）基等が挙げられ、好ましくは－CF_3基、－CHF（CH_3）基、－CHF（CF_3）基、－CF（CH_3）$_2$基または－CCl（CH_3）$_2$基である。

(2)の置換C_1～C_6アルキル基の１種であるのヒドロキシル基置換C_1～C_6アルキル基の具体例としては、例えば－CH_2OH基、－C_2H_4OH基、－CH（OH）CH_3基、－CH（OH）C_2H_5基、－$C(CH_3)_2OH$基、－$C(CH_3)_2CH_2OH$基等が挙げられ、好ましくは－CH（OH）C_2H_5基である。

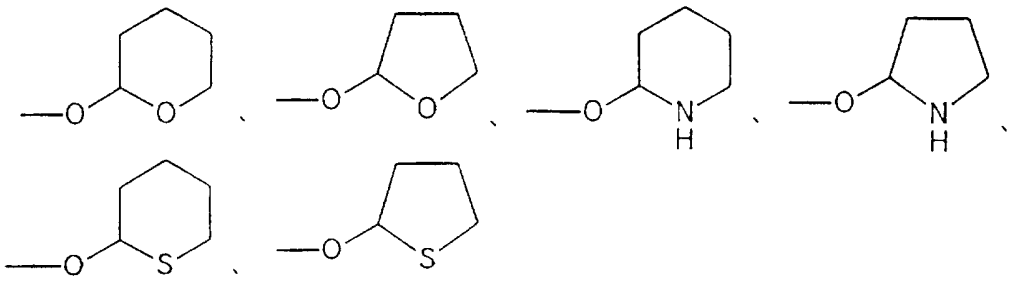
(2)の置換C_1～C_6アルキル基における置換基の１種であるiii)のアルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基の具体例としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、ペントキシ基、ヘキサノキシ基、ヘプタノキシ基、オクタノキシ基等の脂肪族アルキル基；



等の脂環アルコキシ基；



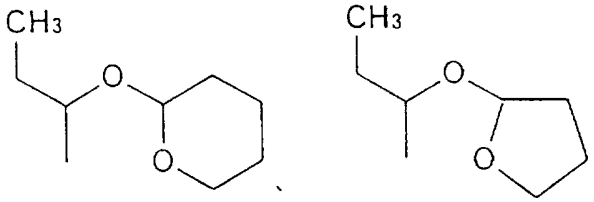
等の脂環－脂肪族アルコキシ基；



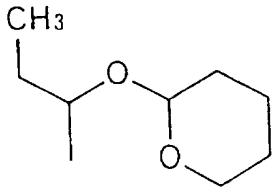
等の、ヘテロ環基（ヘテロ環基とは、少なくとも１個のヘテロ原子（例えば、酸素原子、窒素原子、硫黄原子等）を含む環状の基をいう。）と酸素原子との結合

基などが挙げられる。ヘテロ環基と酸素原子との結合基は、上記のヘテロ環基に酸素原子がエーテル結合を形成するように結合した基である。

（２）の置換C_1～C_6アルキル基の１種である、アルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基置換C_1～C_6アルキル基の好ましい具体例としては、例えば－CH_2－OCH_3基、－$CH_2OC(CH_3)_3$基、－C_2H_4－OCH_3基、－C_3H_6－OCH_3基、－C_3H_6－OC_2H_5基、－$CH(CH_3)OCH_3$基、－$CH(CH_2CH_3)OCH_3$基、－$CH(CH_3)CH_2OCH_3$基、－$C(CH_3)_2CH_2OCH_3$基等の脂肪族アルコキシ基置換アルキル基；例えば



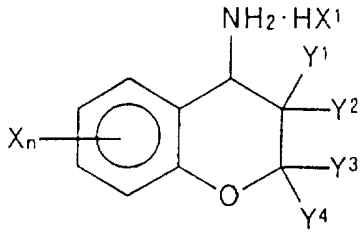
等のヘテロ環基と酸素原子との結合基置換アルキル基が挙げられる。ヘテロ環を有する、上記置換アルキル基として、



が特に好ましい。

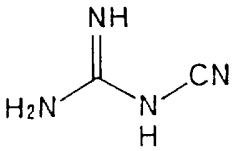
置換C_1～C_6アルキル基は、上記３種の置換基i)、ii）およびiii）のうちの１種または２種によって置換されているものである。置換基の総数は、１～１３個である。２種の置換基によって置換されたC_1～C_6アルキル基の具体例としては、例えば－$CH(CF_3)OH$基、－$CH(CF_3)OCH_3$基、－CF_2OCH_3基等が挙げられる。

本発明のトリアジン誘導体（I）の製造方法は、一般式（II）



(II)

(式中、X、nおよびYは上記トリアジン誘導体（I）において説明したとおりであり、X^1はハロゲン原子である。）で表される化合物と、式（III）



(III)

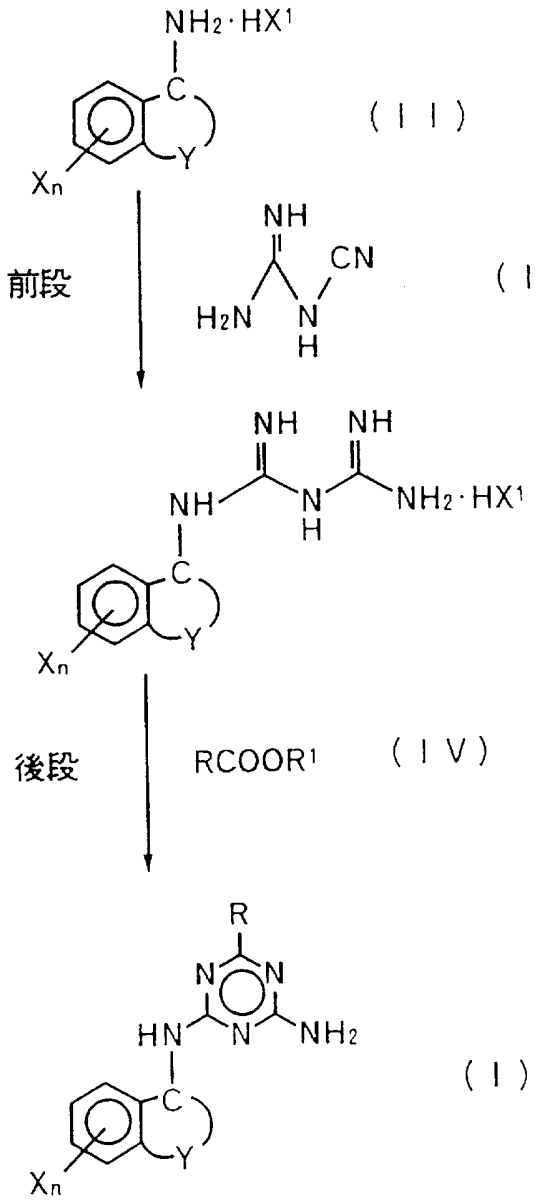
で表されるシアノグアニジンとを反応させ、化合物（II）のアミノ基とシアノグアニジン（III）のシアノ基を結合させる、前段の反応と；

次いで、一般式（IV）

$RCOOR^1$ (IV)

(式中、Rは上記トリアジン誘導体（I）において説明したとおりであり、R^1はC_1～C_4アルキル基を示す。）で表されるエステル類を、触媒の存在下に反応させてトリアジン環を形成させる、後段の反応からなる。

下記に本発明のトリアジン誘導体の製造方法を反応式で示す。



前段の反応は、溶媒の不存在下または存在下に行うことができ、溶媒の存在下に本反応を行う場合に用いることができる溶媒としては、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；ｎ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、ｎ－デカン等の脂肪族炭化水素類；ベンゼン、デカリン、アルキルナフタレン等の環状炭化水素類；四塩化炭素、二塩化メチレン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等の塩化

炭化水素類；テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；さらには灯油などが挙げられ、好ましくは脂肪族炭化水素類であり、特に好ましくはｎ－デカンである。

アミン誘導体（II）の塩とシアノグアニジン（III）は、当量の割合で反応させるのが好ましい。

なお、アミン誘導体（II）の塩を形成する酸（HX^1）の具体例としては、例えば塩酸（ＨＣｌ）、臭化水素酸（ＨＢｒ）、フッ化水素酸（ＨＦ）等が挙げられ、好ましくは塩酸（ＨＣｌ）である。

反応温度は、特に制限はないが、通常８０～２００℃であり、好ましくは１２０～１５０℃である。反応時間は、通常２～１５時間であるが、４～７時間程度が好ましい。

後段の反応は、触媒の存在下に行うのが好ましく、本反応で用いることができる触媒としては、例えばナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド、マグネシウムジエトキシド等のアルコキシド類；リン酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の無機塩基；および１，８－ジアザビシクロ［５，４，０］－７－ウンデセン（ＤＢＵ）、１，５－ジアザビシクロ［４，３，０］－５－ノネン（ＤＢＮ）、トリエチルアミン、ピリジン等の有機塩基が挙げられ、好ましくはナトリウムメトキシドおよびナトリウムエトキシドである。用いる塩基の量は、通常アミン誘導体（II）の塩に対して１．１～１０当量、好ましくは１．５～４当量である。

本反応で用いるエステル類（IV）の量は、通常アミン誘導体（II）の塩に対して１～１０当量、好ましくは１～４当量である。

本反応は、溶媒の存在下に行うのが好ましく、本反応で用いることができる溶媒としては、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；ｎ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、ｎ－デカン等の脂肪族炭化水素類；ベンゼン、デカリン、アルキルナフタレン等の環状炭化水素類；四塩化炭素、二塩化メチレン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等の塩化炭化水素類；およびテトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類などが挙げられ、好ましくはアルコール類であり、特

に好ましくはメタノールおよびエタノールである。

本反応の反応温度は、通常－１０～１００℃であり、好ましくは０～７０℃である。反応時間は、通常２～３０時間であるが、５～１５時間程度が好ましい。

反応終了後、常法に従い、反応混合物を水に注加し、酢酸エチル等の有機溶媒で目的物を抽出し、得られた有機層を無水硫酸ナトリウム等の脱水剤で脱水した後、有機溶媒を減圧下に留去する等の手段により除去する。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー等の手段により精製することにより目的のトリアジン誘導体（I）を結晶として単離することができる。

次に本発明のトリアジン誘導体（I）またはその塩を有効成分として含有する本発明の除草剤について説明する。

本発明の除草剤は、一般式（I）で表される本発明の新規なトリアジン誘導体またはその塩を有効成分として含有するものであって、これらの化合物を溶媒などの液状担体または鉱物質微粉などの固体担体と混合し、水和剤、乳剤、粉剤、粒剤などの形態に製剤化して使用することができる。製剤化に際して乳化性、分散性、展着性などを付与するためには界面活性剤を添加すればよい。

本発明の除草剤を水和剤の形態で用いる場合、通常は本発明のトリアジン誘導体（I）またはその塩１０～５５重量％、固体担体４０～８８重量％および界面活性剤２～５重量％の割合で配合して組成物を調製し、これを用いればよい。

また、乳剤の形態で用いる場合、通常は本発明のトリアジン誘導体（I）またはその塩２０～５０重量％、溶剤３５～７５重量％および界面活性剤５～１５重量％の割合で配合して調製すればよい。

また、粉剤の形態で用いる場合、通常は本発明のトリアジン誘導体（I）またはその塩１～１５重量％、固体担体８０～９７重量％および界面活性剤２～５重量％の割合で配合して調製すればよい。

さらに、粒剤の形態で用いる場合は、本発明のトリアジン誘導体（I）またはその塩１～１５重量％、固体担体８０～９７重量％および界面活性剤２～５重量％の割合で配合して調製すればよい。

ここで固体担体としては鉱物質の微粉が用いられ、この鉱物質の微粉としては、例えばケイソウ土、消石灰などの酸化物、リン灰石などのリン酸塩、セッコウな

どの硫酸塩、タルク、パイロフェライト、クレー、カオリン、ベントナイト、酸性白土、ホワイトカーボン、石英粉末、ケイ石粉などのケイ酸塩などを挙げることができる。

また、溶剤としては有機溶媒が用いられ、具体的にはベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素、ｏ－クロロトルエン、トリクロロエタン、トリクロロエチレンなどの塩素化炭化水素、シクロヘキサノール、アミルアルコール、エチレングリコールなどのアルコール、イソホロン、シクロヘキサノン、シクロヘキセニルーシクロヘキサノンなどのケトン、ブチルセロソルブ、ジエチルエーテル、メチルエチルエーテルなどのエーテル、酢酸イソプロピル、酢酸ベンジル、フタル酸メチルなどのエステル、ジメチルホルムアミドなどのアミドあるいはこれらの混合物を挙げることができる。

さらに、界面活性剤としては、アニオン型、ノニオン型、カチオン型あるいは両性イオン型（アミノ酸、ベタインなど）のいずれを用いることもできる。

本発明の除草剤には、有効成分としてトリアジン誘導体（I）またはその塩とともに、必要に応じ他の除草活性成分を含有させることができる。このような他の除草活性成分としては、従来公知の除草剤、例えばフェノキシ系、ジフェニルエーテル系、トリアジン系、尿素系、カーバメート系、チオールカーバメート系、酸アニリド系、ピラゾール系、リン酸系、スルホニルウレア系、オキサジアゾン系などを挙げることができ、これらの除草剤の中から適宜選択して用いることができる。

さらに、本発明の除草剤は、必要に応じて、殺虫剤、殺菌剤、植物生長調節剤、肥料などと混用することができる。

以下、実施例および除草剤実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

（実施例１）

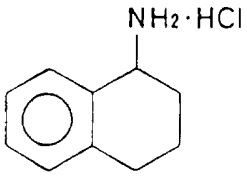
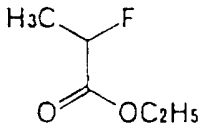
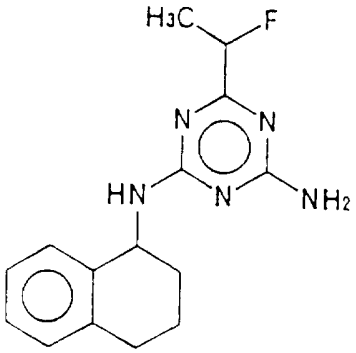
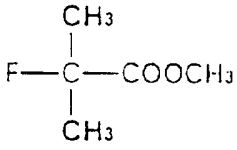
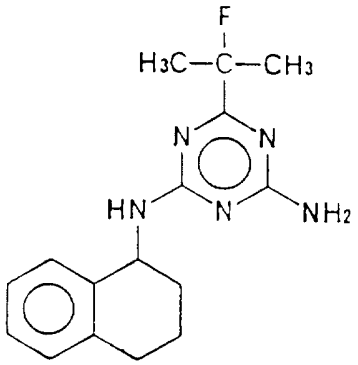
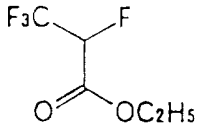
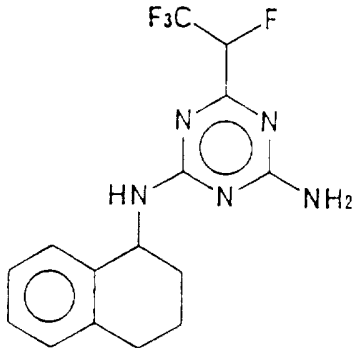
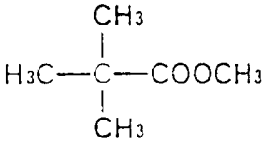
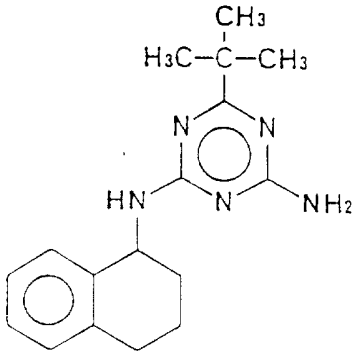
１－アミノテトラリン塩酸塩０．９５ｇ（５．２ｍｍｏｌ）およびシアノグアニジン０．４４ｇ（５．２ｍｍｏｌ）を、ｎ－デカン２０.ｍｌに加え、１３５℃で６時間加熱撹拌した。反応終了後、反応混合物を冷却し、析出した沈殿を濾取し、５ｍｌのｎ－ヘキサンで３回洗浄し、減圧下に溶媒を除去して固体を得た。

得られた固体１ｇを無水メタノール２５ｍｌに溶解し、ここへ２８重量%ナトリウムメトキシド／メタノール溶液１．９ｇ（１０ｍｍｏｌ）を、室温下で加えた。さらにここへα－フルオロプロピオン酸エチルエステル１．２ｇ（１０ｍｍｏｌ）を滴下し、室温で１２時間攪拌した。反応終了後、反応液を、水１００ｍｌに注加し、酢酸エチル５０ｍｌで３回抽出を行った。得られた酢酸エチル層を、無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下に酢酸エチルを留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比））により精製し、目的の２－アミノ－４－（α－フルオロエチル）－６－（１’－テトラリニルアミノ）－ｓ－トリアジン０．６８ｇを白色結晶として得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率を後記する表１に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータを後記する表８に示す。

（実施例２～４）

α－フルオロプロピオン酸エチルエステルの代わりに、表１に示すエステル類を用いた以外は実施例１と同様に反応を行い、それぞれ目的のトリアジン誘導体を得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率をそれぞれ後記する表１に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータをそれぞれ後記する表８に示す。

表 1

実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
1				46
2	〃			46
3	〃			40
4	〃			35

（実施例５～８）

１－アミノテトラリン塩酸塩の代わりに、表２に示すシクロアルキルアミン誘導体の塩を用いた以外は実施例１と同様に反応を行い、それぞれ目的のトリアジン誘導体を得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率をそれぞれ後記する表２および表３に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータをそれぞれ後記する表８に示す。

表 2

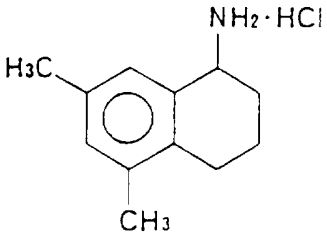
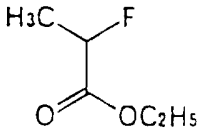
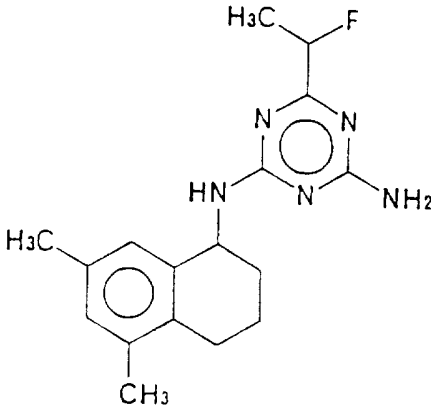
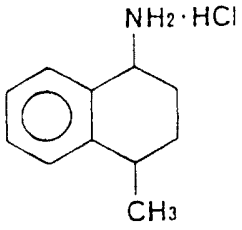
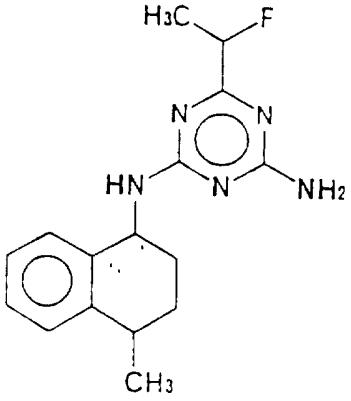
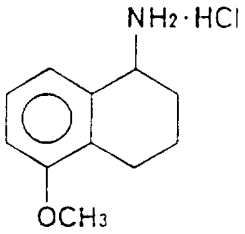
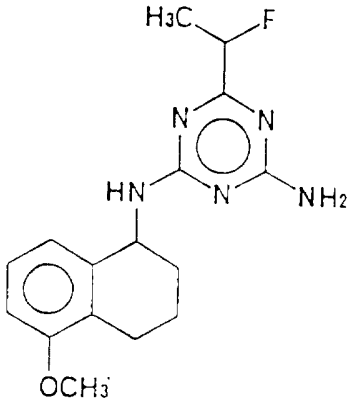
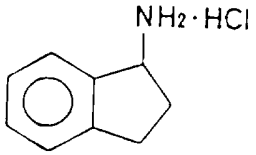
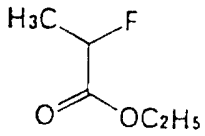
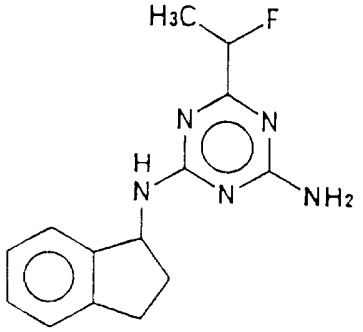
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
5				45
6		〃		48
7		〃		35

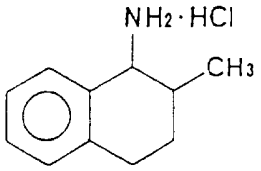
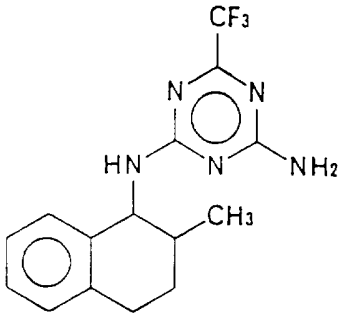
表 3

実施例No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率(%)
8				49

（実施例９）

１－アミノ－２－メチルテトラリン塩酸塩１．１ｇ（５．６ｍｍｏｌ）およびシアノグアニジン０．４８ｇ（５．６ｍｍｏｌ）を、ｎ－デカン２０ｍｌに加え、１３５℃で６時間加熱撹拌した。反応終了後、反応混合物を冷却し、析出した沈殿を濾取し、５ｍｌのｎ－ヘキサンで３回洗浄し、減圧下に溶媒を除去して固体を得た。得られた固体１ｇを無水メタノール２５ｍｌに溶解し、ここへ２８重量％ナトリウムメトキシド／メタノール溶液２．５ｇ（１３ｍｍｏｌ）を、室温下で加えた。さらにここへトリフルオロ酢酸エチルエステル１．８５ｇ（１３ｍｍｏｌ）を滴下し、室温で１２時間撹拌した。反応終了後、反応液を、水１００ｍｌに注加し、酢酸エチル５０ｍｌで３回抽出を行った。得られた酢酸エチル層を、無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下に酢酸エチルを留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比））により精製し、目的の２－アミノ－４－トリフルオロメチル－６－（２’－メチル－１’－テトラリニルアミノ）－ｓ－トリアジン１．０ｇを白色結晶として得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率を後記する表４に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータを後記する表８に示す。

表 4

実施例No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率(%)
9		$CF_3COOC_2H_5$		58

（実施例１０）

１－アミノインダン塩酸塩０．９５ｇ（５．６ｍｍｏｌ）およびシアノグアニジン０．４８ｇ（５．６ｍｍｏｌ）を、ｎ－デカン２０ｍｌに加え、１３５℃で６時間加熱撹拌した。反応終了後、反応混合物を冷却し、析出した沈殿を濾取し、５ｍｌのｎ－ヘキサンで３回洗浄し、減圧下に溶媒を除去して固体を得た。得られた固体１ｇを無水メタノール２５ｍｌに溶解し、ここへ２８重量％ナトリウムメトキシド／メタノール溶液２．５ｇ（１３ｍｍｏｌ）を、室温下で加えた。さらにここへα－フルオロイソ酪酸メチルエステル１．５６ｇ（１３ｍｍｏｌ）を滴下し、室温で１２時間撹拌した。反応終了後、反応液を、水１００ｍｌに注加し、酢酸エチル５０ｍｌで３回抽出を行った。得られた酢酸エチル層を、無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下に酢酸エチルを留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比））により精製し、目的の２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（１’－インダニルアミノ）－ｓ－トリアジン０．９９ｇを白色結晶として得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率を後記する表５に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータを後記する表８に示す。

（実施例１１～１４）

α－フルオロイソ酪酸メチルエステルの代わりに、表５および表６に示すエステル類を用いた以外は実施例１０と同様に反応を行い、それぞれ目的のトリアジ

ン誘導体を得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率をそれぞれ後記する表５および表６に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータをそれぞれ後記する表９に示す。

表 5

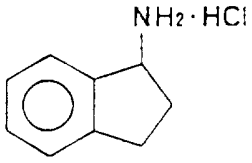
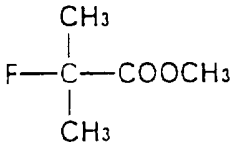
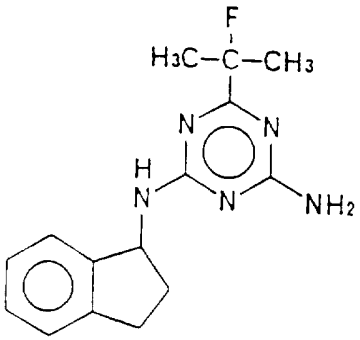
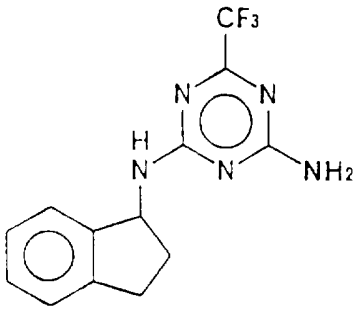
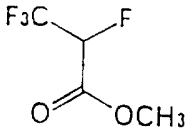
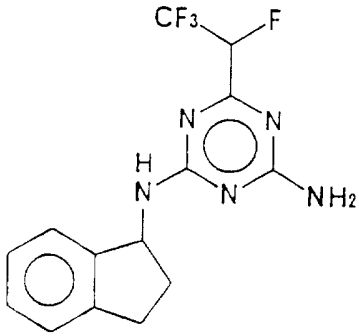
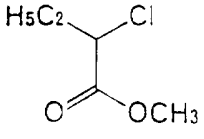
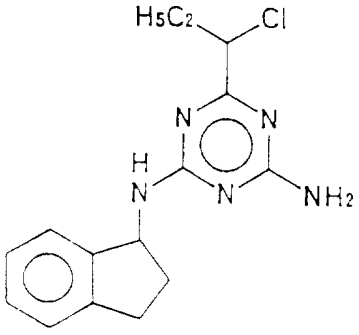
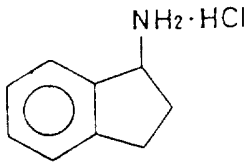
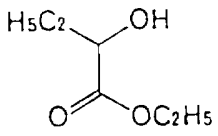
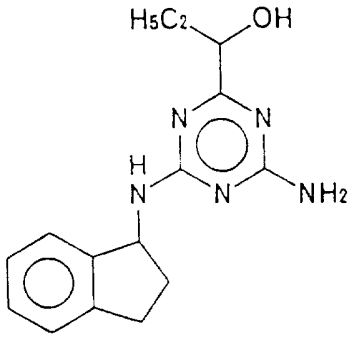
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
10				58
11	〃	$CF_3COOC_2H_5$		62
12	〃			38
13	〃			40

表 6

実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
14				36

（実施例１５～１７）

１－アミノテトラリン塩酸塩の代わりに、表７に示すシクロアルキルアミン誘導体を用いた以外は実施例１０と同様に反応を行い、それぞれ目的のトリアジン誘導体を得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率をそれぞれ後記する表７に示し、得られたトリアジン誘導体のＩＲおよびＮＭＲデータをそれぞれ後記する表９に示す。

表 7

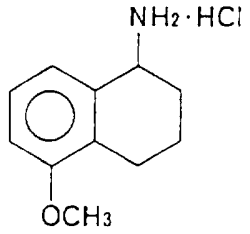
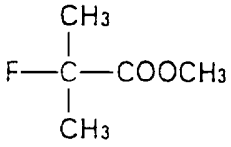
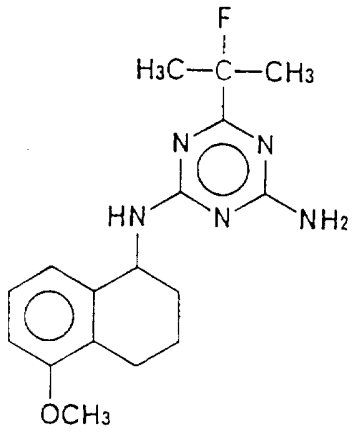
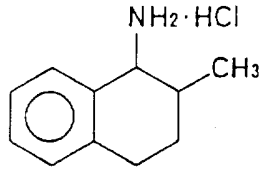
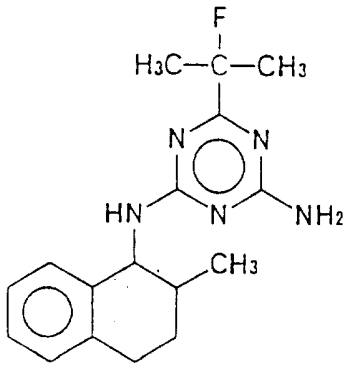
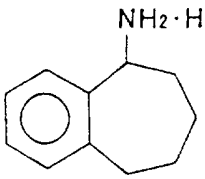
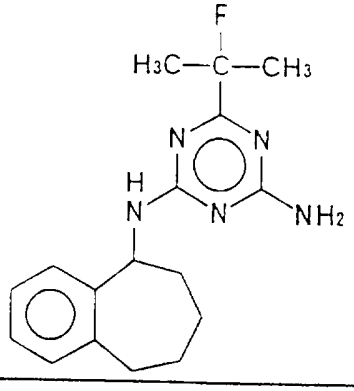
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
15				37
16		〃		73
17		〃		44

表 8

実施例番号	IR(cm⁻¹)*1 s-トリアジン	¹H－NMR*2
1	1550	1.63(3H, dd, J=7.8, 24.3Hz, CH_3-CHF-), 1.70-2.20(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.70-2.95(2H, m, Ar-CH_2), 4.80-5.80(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 7.00-7.45(4H, m, C_6H_4)
2	1575	1.15-2.25(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 1.65(6H, d, J=21.1Hz, 2Me), 2.50-3.00(2H, m, Ar-CH_2), 5.10-5.45(1H, m, NH), 5.45-5.85(1H, m, CH-NH), 5.85-6.60(2H, bs, NH_2), 6.90-7.50(4H, m, C_6H_4)
3	1570	1.70-2.25(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.65-2.95(2H, m, Ar-CH_2), 4.85-5.90(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 7.00-7.45(4H, m, C_6H_4)
4	1545	1.25(9H, s, t-Bu), 1.65-2.25(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.60-2.95(2H, m, Ar-CH_2), 4.85-5.60(4H, m, NH_2, CH-NH), 6.95-7.50(4H, m, C_6H_4)
5	1570	1.56(3H, dd, J=6.6, 24.7Hz, CH_3-CHF-), 1.60-2.05(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.17(3H, s, Ar-CH_3), 2.23(3H, s, Ar CH_3), 2.40-2.75(2H, m, Ar-CH_2), 4.60-6.50(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 6.88(1H, s, C_6H), 6.96(1H, s, C_6H)
6	1570	1.29(3H, d, J=7.3Hz, Ar-CHCH_3) 1.60(3H, dd, J=6.7, 24.6Hz, CH_3-CHF-), 1.55-2.40(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.70-3.15(1H, m, Ar-CHCH$_3$), 4.75-6.50(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 6.95-7.60(4H, m, C_6H_4)
7	1580	1.50(3H, d, J=6.9Hz, CH_3-CHF), 1.60-2.10(4H, m, Ar-CHCH_2CH_2), 2.65-2.90(2H, m, Ar-CH_2), 3.78(3H, s, OCH_3), 4.80-5.80(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 6.55-7.30(3H, m, C_6H_3)
8	1570	1.45(3H, dd, J=6.8, 23.9Hz, CH_3-CHF-), 2.35-2.85(2H, m, Ar-CHCH_2), 2.70-3.15(2H, m, Ar-CH_2), 4.70-6.50(5H, m, CHF, NH_2, CH-NH), 7.05-7.50(4H, m, C_6H_4)
9	1590	0.90-1.20(3H, m, CH_3), 1.40-2.40(3H, m, Ar-CHCHCH_2), 2.65-3.00(2H, m, Ar-CH_2), 4.85-5.25(1H, m, CH-NH), 5.25-6.20(3H, m, NH_2, NH), 7.00-7.45(4H, m, C_6H_4)
10	1550	1.62(6H, d, J=22.8Hz, 2Me), 2.35-2.90(2H, m, Ar-CHCH_2), 2.75-3.10(2H, m, Ar-CH_2), 5.40-5.80(1H, m, CH-NH), 5.80-6.45(3H, m, NH_2, NH), 7.00-7.50(4H, m, C_6H_4)

*1 臭化カリウム錠剤法
*2 溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（TMS）

表 9

実施例番号	IR(cm⁻¹)*1 s-トリアジン	¹H－NMR*2
11	1590	2.40-2.85(2H, m, Ar-CHCH$_2$), 2.70-3.15(2H, m, Ar-CH$_2$), 5.35-5.90(2H, m, CH-NH), 5.85-6.45(2H, m, NH$_2$), 7.05-7.50(4H, m, C$_6$H$_4$)
12	1590	2.50-3.00(2H, m, Ar-CHCH$_2$), 2.80-3.20(2H, m, Ar-CH$_2$), 4.90-6.00(5H, m, CHF, NH$_2$, CH-NH), 7.10-7.60(4H, m, C$_6$H$_4$)
13	1540	1.03(3H, t, J=7.6Hz, CH$_3$), 1.80-2.40(2H, m, CH$_3$CH$_2$), 2.40-2.80(2H, m, Ar-CHCH$_2$), 2.75-3.10(2H, m, Ar-CH$_2$), 4.44(1H, q, J=7.6Hz, CHCl), 5.25-5.95(4H, m, CH-NH, NH$_2$), 7.05-7.50(4H, m, C$_6$H$_4$)
14	1560	1.00(3H, t, J=6.8Hz, CH$_3$), 1.50-2.30(2H, m, CH$_3$CH$_2$), 2.40-2.85(2H, m, Ar-CHCH$_2$), 2.75-3.15(2H, m, Ar-CH$_2$), 4.15-4.50(1H, m, CHOH), 5.00-5.35(2H, m, CH-NH), 5.35-5.80(2H, m, NH$_2$), 7.10-7.40(4H, m, C$_6$H$_4$)
15	1590	1.61(6H, d, J=22.0Hz, CH$_3$-CF-CH$_3$), 1.60-2.15(4H, m, Ar-CHCH$_2$CH$_2$), 2.60-2.90(2H, m, Ar-CH$_2$), 3.75(3H, s, OCH$_3$), 5.00-5.40(2H, m, CH-NH), 5.35-5.65(2H, m, NH$_2$), 6.50-7.35(3H, m, C$_6$H$_3$)
16	1570	0.85-1.25(3H, m, CH$_3$), 1.63(6H, d, J=22.0Hz, CH$_3$-CF-CH$_3$), 1.40-2.30(3H, m, CHCH$_2$), 2.65-3.05(2H, m, Ar-CH$_2$), 4.80-5.20(1H, m, CH-NH), 5.25-6.30(3H, m, NH, NH$_2$), 6.90-7.40(4H, m, C$_6$H$_4$)
17	1570	1.20-2.10(6H, m, Ar-CHCH$_2$CH$_2$CH$_2$), 1.62(6H, d, J=22.2Hz, CH$_3$-CF-CH$_3$), 2.65-3.10(2H, m, Ar-CH$_2$), 5.00-5.40(1H, m, NH), 5.60-6.60(3H, m, NH$_2$, CH-NH), 6.85-7.40(4H, m, C$_6$H$_4$)

*1臭化カリウム錠剤法
*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

（実施例１８～３１）

表１０～表１４に示すシクロアルキルアミン誘導体の塩およびエステル類を用いて、上記実施例１～１７と同様に反応を行い、それぞれ目的のトリアジン誘導体を得た。原料として用いたシクロアルキルアミン誘導体の塩、同じくエステル類および得られたトリアジン誘導体の構造式、並びに収率をそれぞれ後記する表１０～表１４に示した。

表 10

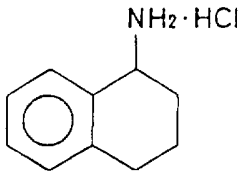
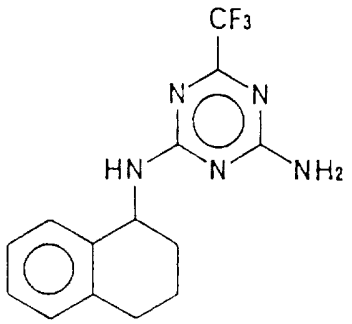
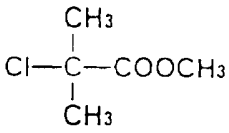
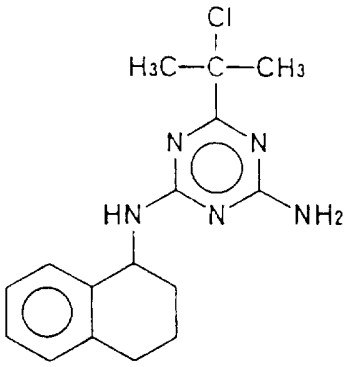
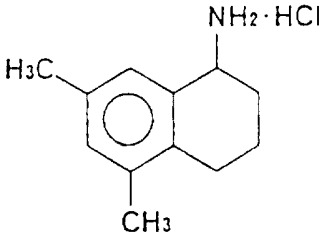
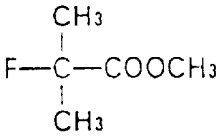
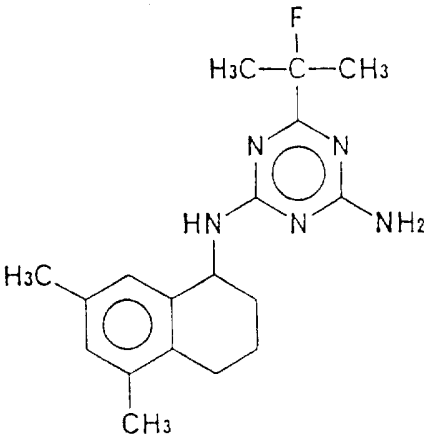
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
18		$CF_3COOC_2H_5$		52
19	〃			47
20				45

表 11

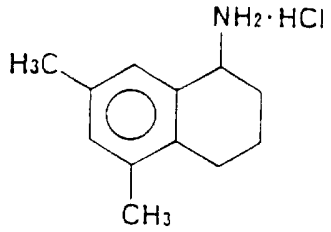
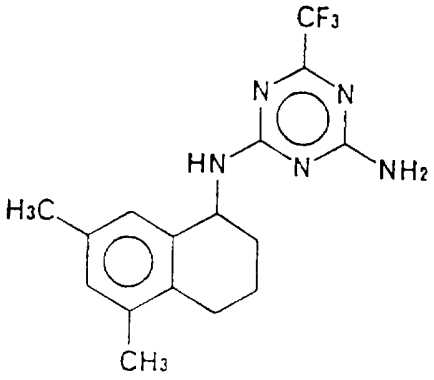
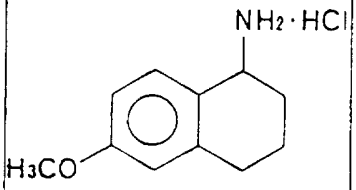
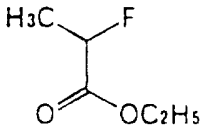
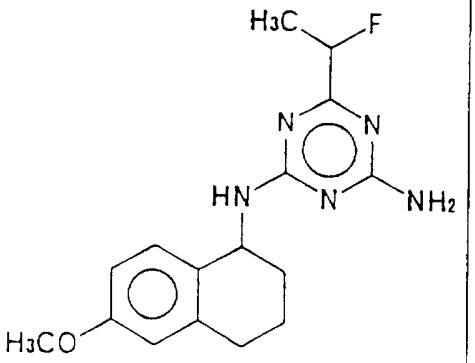
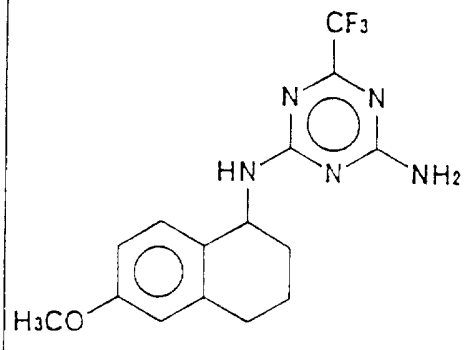
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
21		$CF_3COOC_2H_5$		56
22				51
23	〃	$CF_3COOC_2H_5$		69

表 12

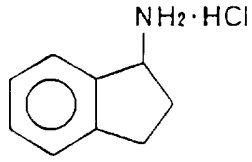
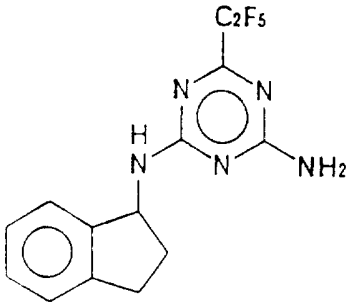
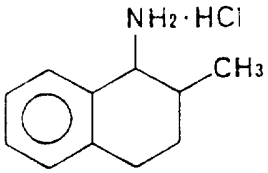
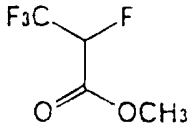
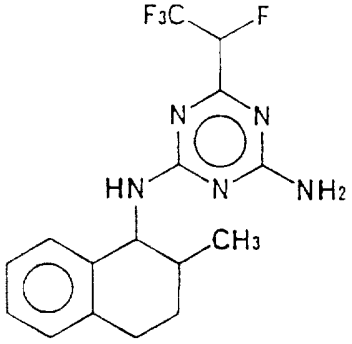
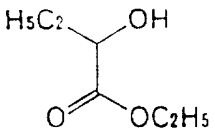
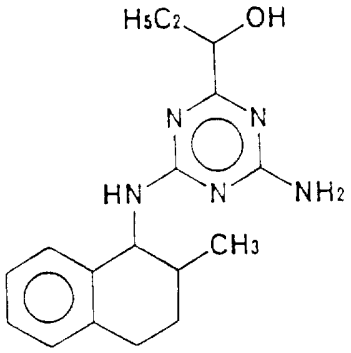
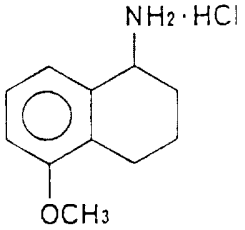
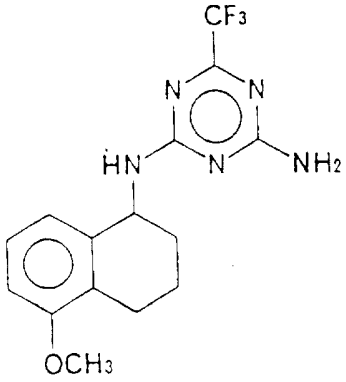
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
24		$C_2F_5COOCH_3$		57
25				73
26	〃			35
27		$CF_3COOC_2H_5$		43

表 13

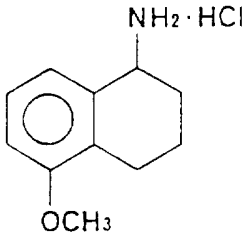
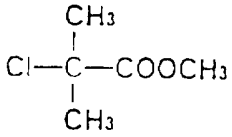
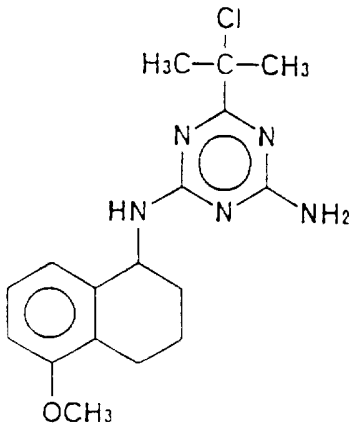
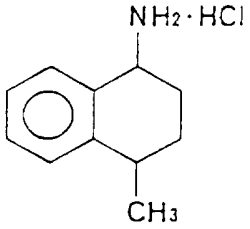
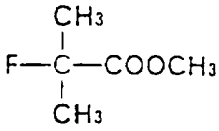
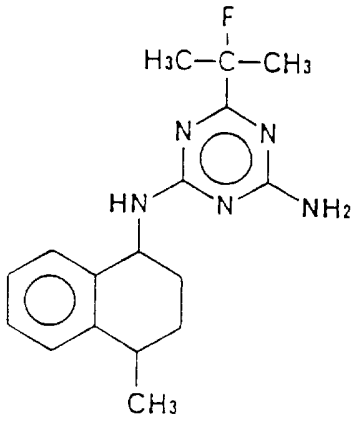
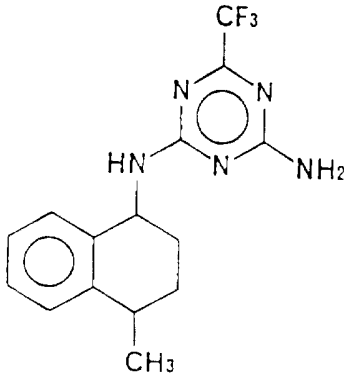
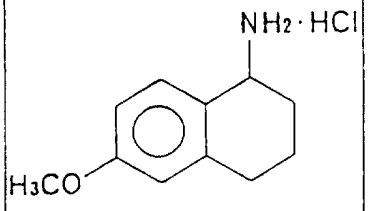
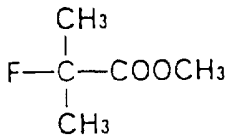
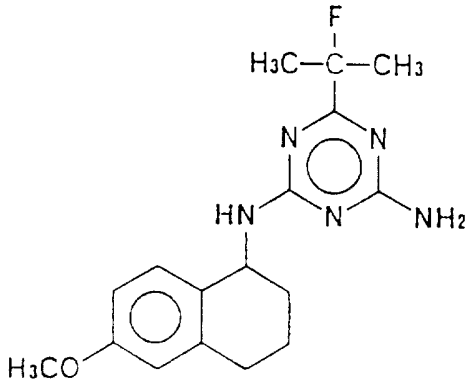
実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
28				41
29				53
30	〃	$CF_3COOC_2H_5$		58

表 14

実施例 No.	原料のシクロアルキルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率（%）
31				70

（実施例３２）

６－フルオロ－４－クロマニルアミン塩酸塩０．９８ｇ（５．２ｍｍｏｌ）、シアノグアニジン０．４４ｇ（５．２ｍｍｏｌ）およびｎ－デカン２０ｍｌを反応容器に入れ、１３５℃で６時間撹拌を行った。反応終了後、反応液を冷却し、析出した沈殿を濾別し、これを５ｍｌのｎ－ヘキサンで３回洗浄した。得られた沈殿に含まれる溶媒を減圧下に除去することにより固体１ｇを得た。この固体を無水メタノール２５ｍｌに溶解した。この溶液に、２８重量％ナトリウムメトキシド／メタノール溶液１．９ｇ（１０ｍｍｏｌ）を室温下で加えた。ここにα－フルオロイソ酪酸メチルエステル１．２ｇ（１０ｍｍｏｌ）を滴下し、室温で１２時間撹拌した。反応終了後、反応液を水１００ｍｌに投入し、酢酸エチル５０ｍｌで３回抽出を行った。この酢酸エチル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下で酢酸エチルを留去した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ｎ－ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比））により精製し、目的の２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（６－フルオロ－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジン０．６８ｇ（収率４１％）を白色結晶として得た。得られた生成物の構造と収率を表１５に、ＩＲおよびＮＭＲデータを表３３に示す。

（実施例３３～３８）

実施例３２において用いたα－フルオロイソ酪酸メチルエステルの代わりに、表１５または表１６に示すエステル類を用いた以外は実施例３２と同様に操作を行った。得られた生成物の構造と収率を表１５または表１６に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表３３に示す。

表１５

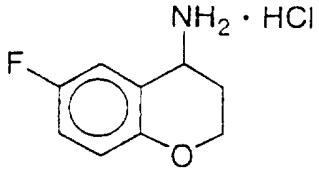
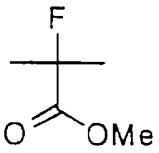
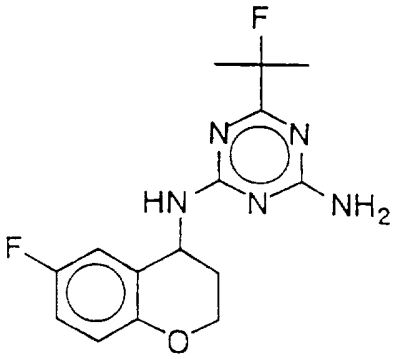
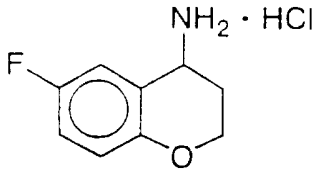
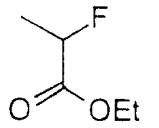
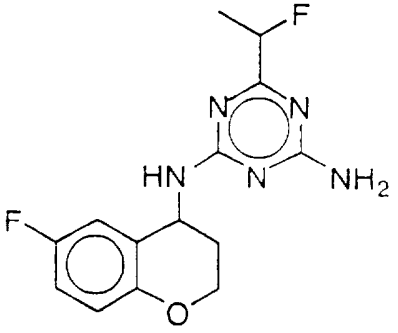
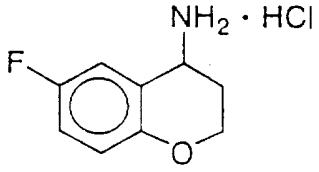
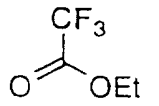
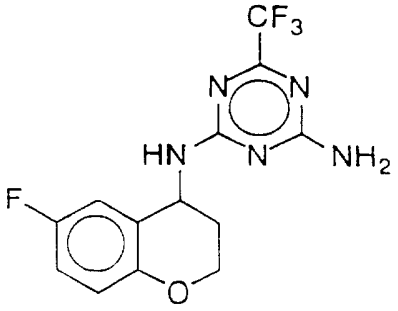
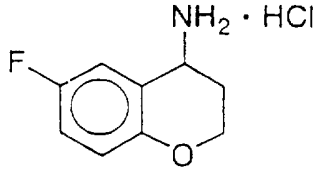
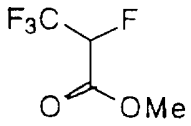
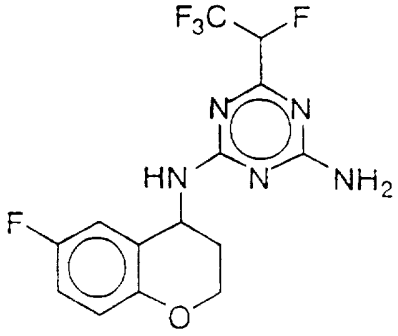
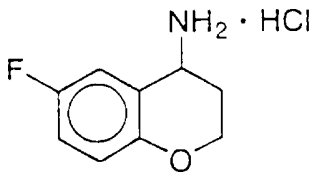
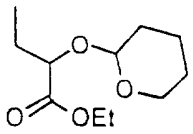
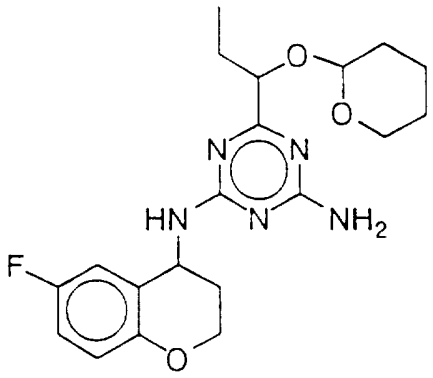
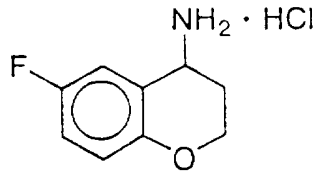
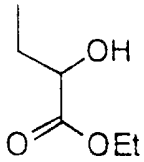
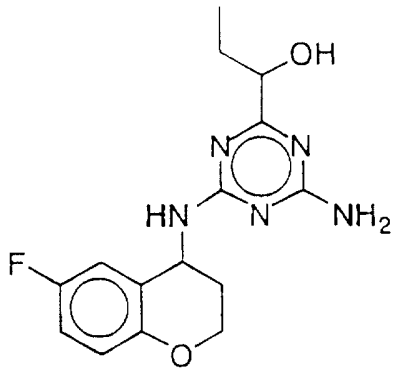
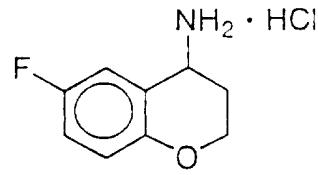
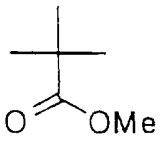
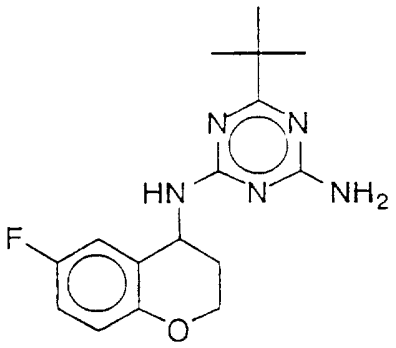
実施例NO.	原料の クロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ｉ）	収率(%)
３２				41
３３				45
３４				52
３５				43

表１６

実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ｉ）	収率(%)
３６				45
３７				38
３８				47

（実施例３９～７５）

実施例３２において用いた６－フルオロ－４－クロマニルアミン塩酸塩の代わりに、表１７～２５に示す４－クロマニルアミン塩酸塩類を用いた以外は実施例３２と同様に操作を行った。得られた生成物の構造と収率を表１７～２５に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表３３～３７に示す。

表１７

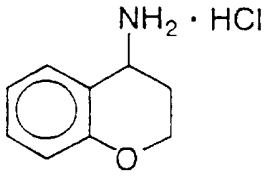
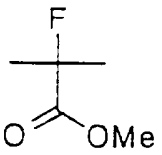
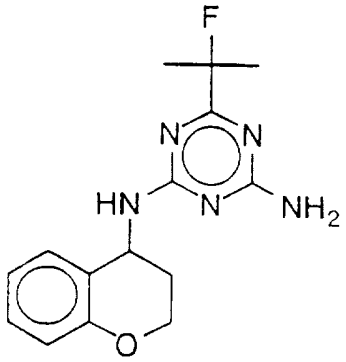
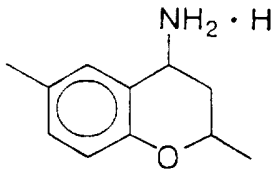
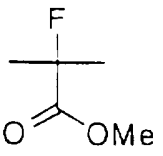
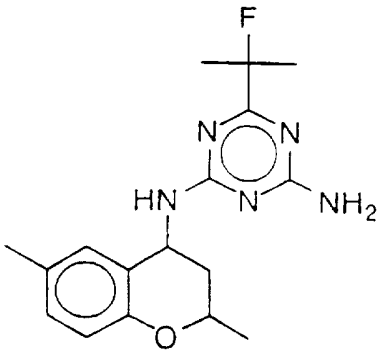
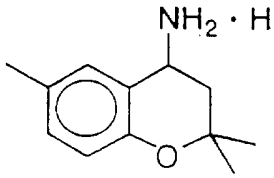
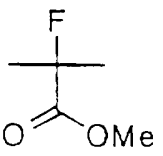
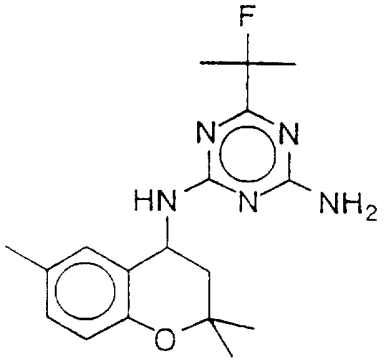
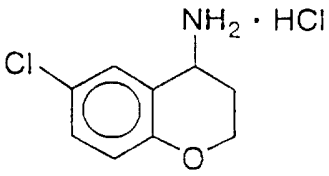
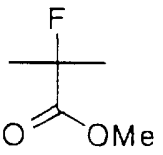
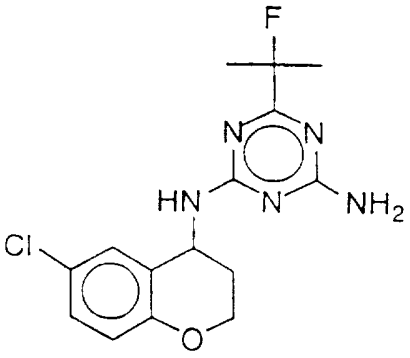
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
39				65
40				63
41				61
42				55

表１８

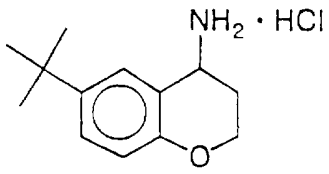
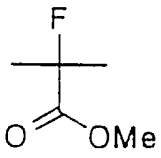
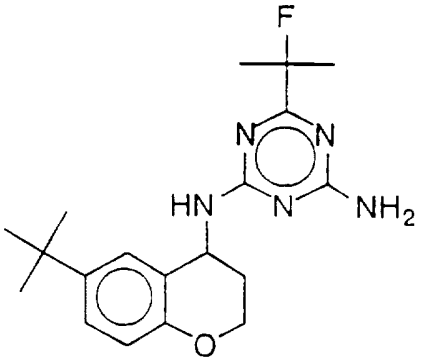
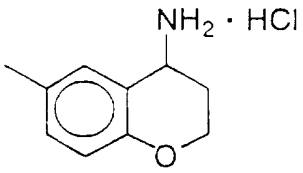
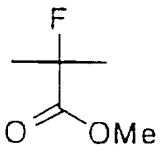
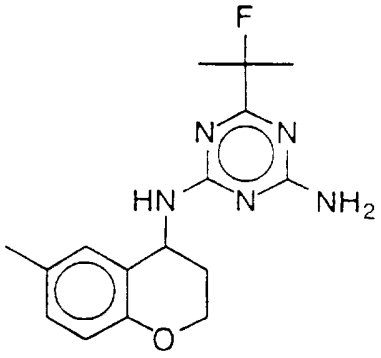
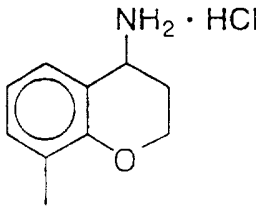
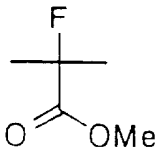
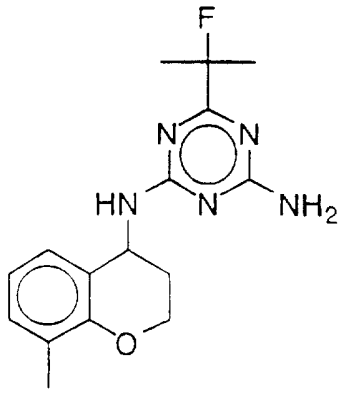
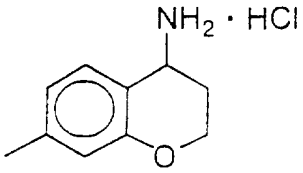
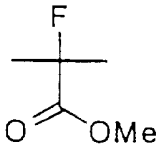
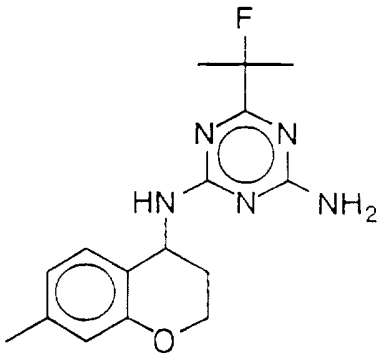
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
43				58
44				61
45				63
46				61

表１９

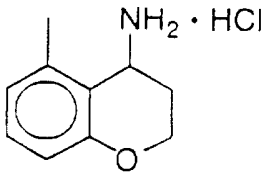
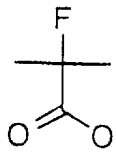
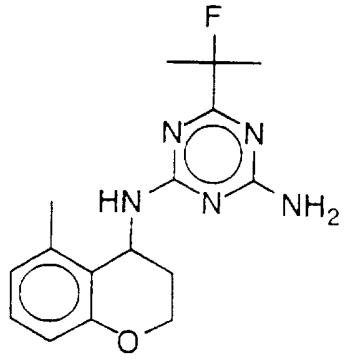
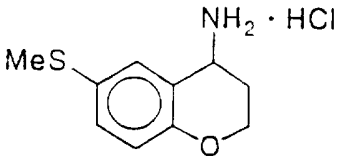
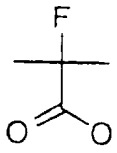
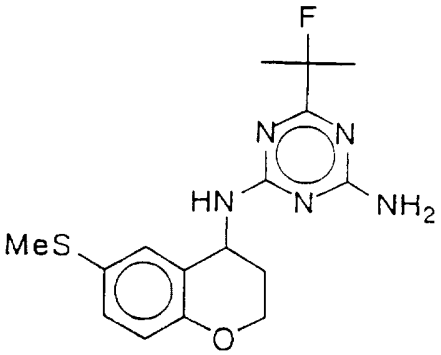
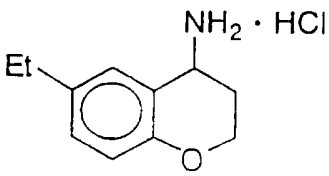
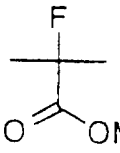
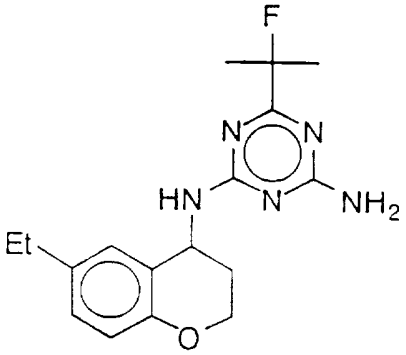
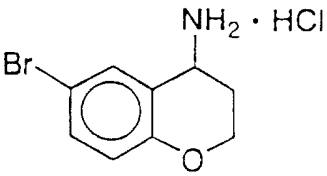
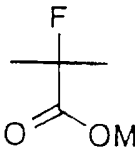
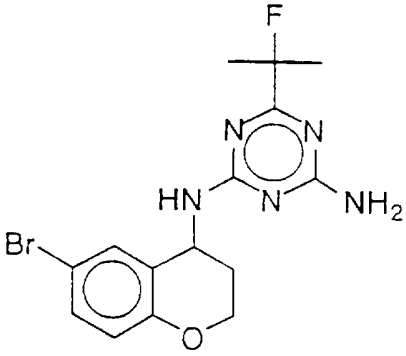
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
47				51
48				56
49				63
50				51

表２０

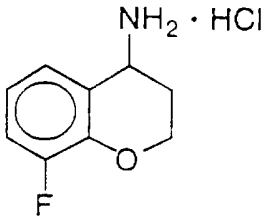
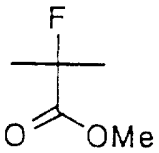
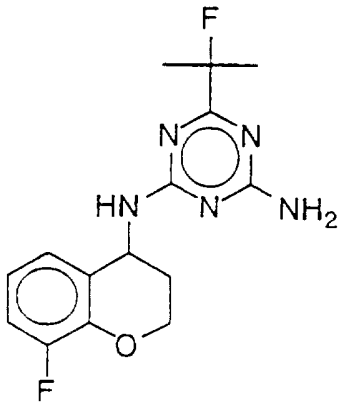
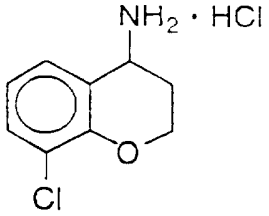
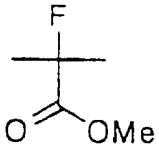
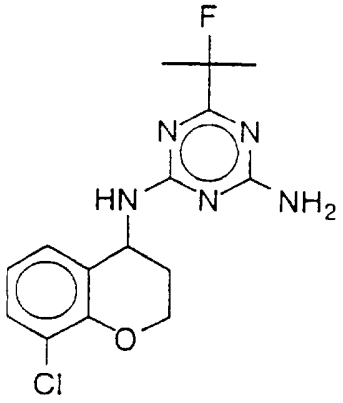
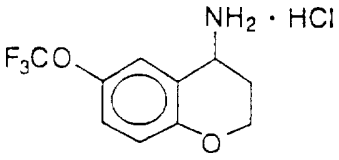
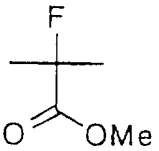
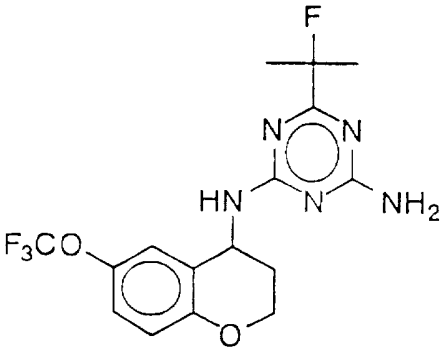
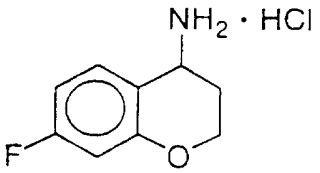
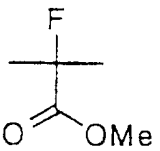
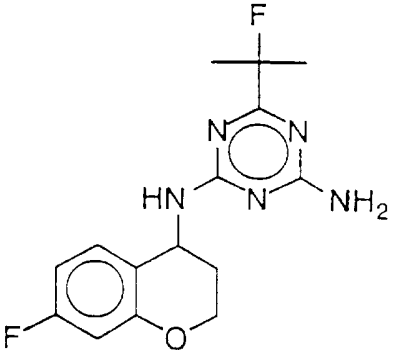
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率(%)
51				62
52				57
53				52
54				54

表２１

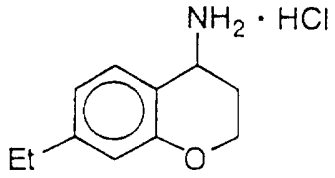
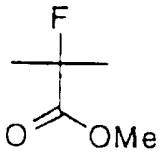
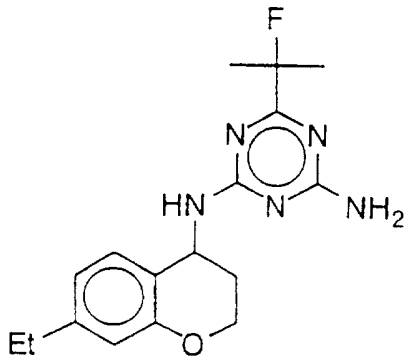
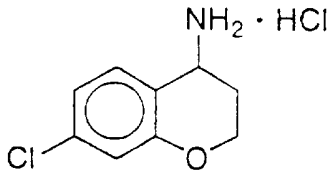
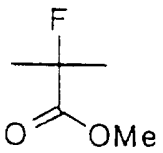
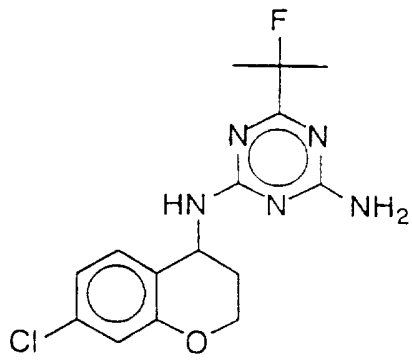
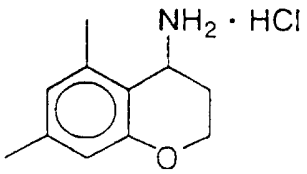
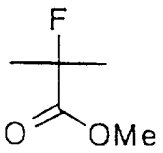
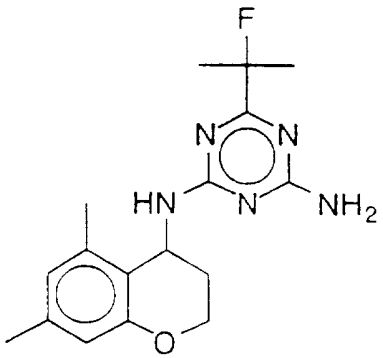
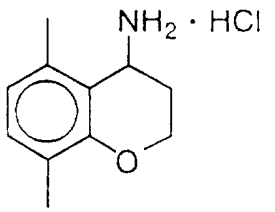
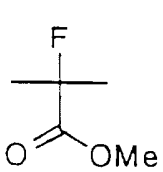
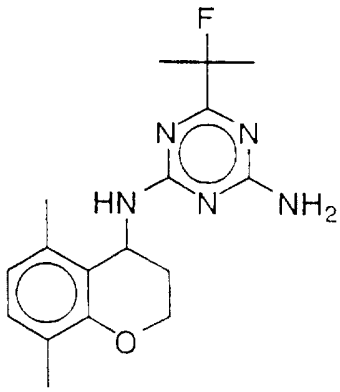
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
55				63
56				51
57				61
58				58

表２２

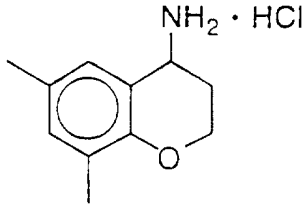
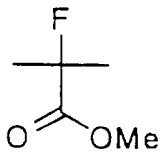
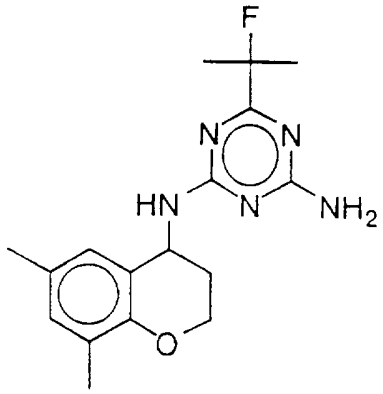
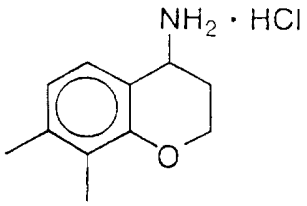
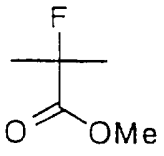
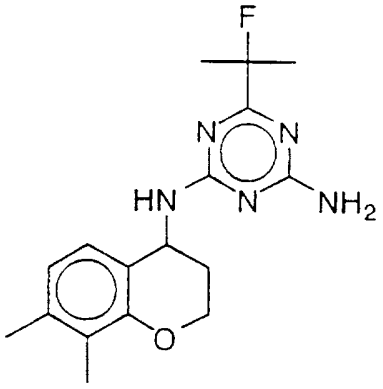
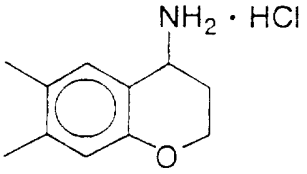
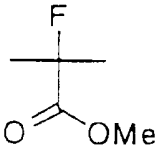
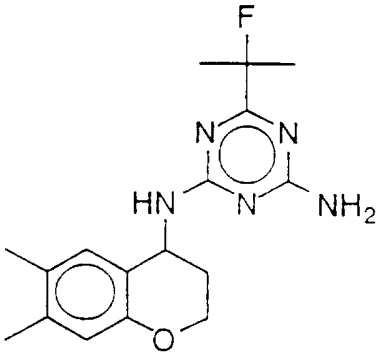
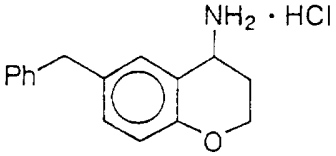
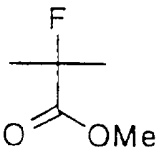
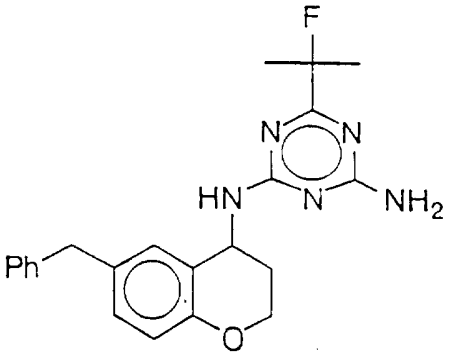
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（II）の塩	原料のエステル（IV）	得られたトリアジン誘導体（I）	収率(%)
59				61
60				60
61				57
62				60

表２３

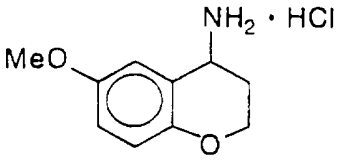
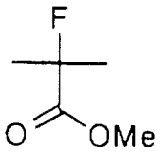
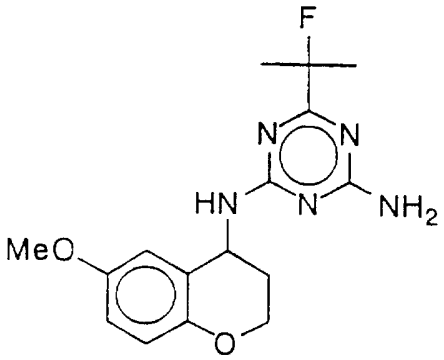
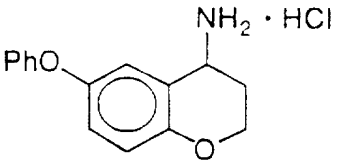
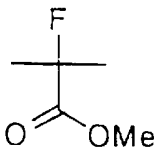
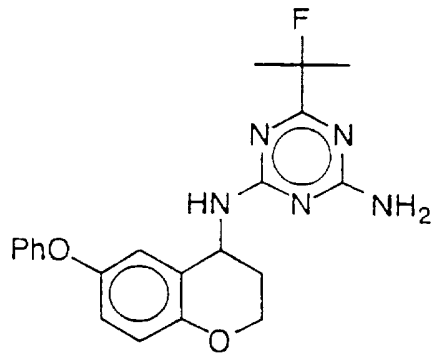
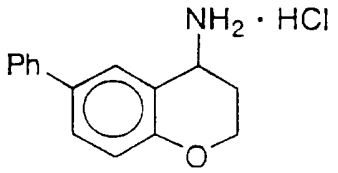
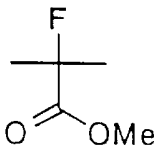
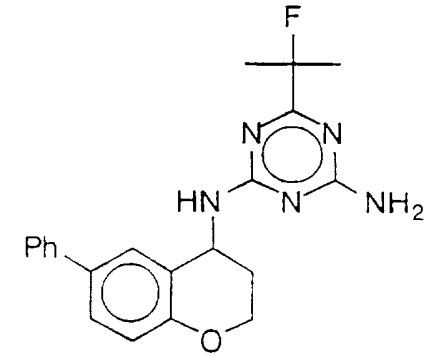
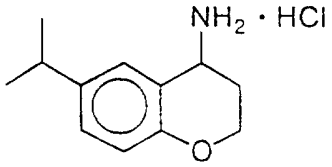
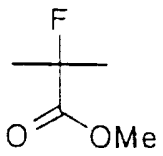
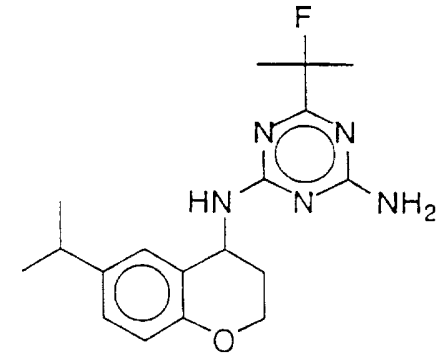
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
63				59
64				53
65				56
66				49

表２４

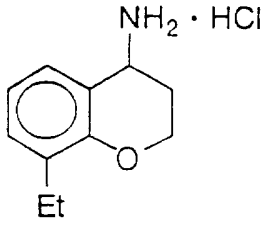
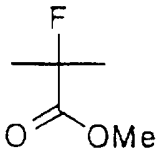
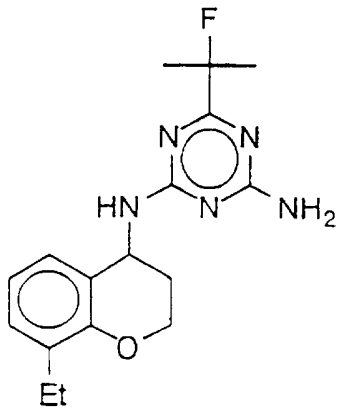
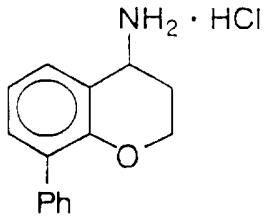
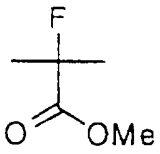
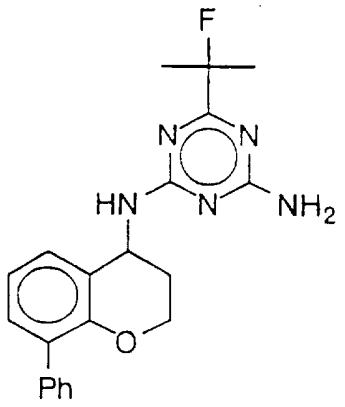
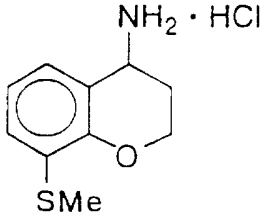
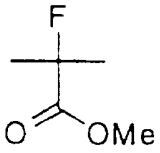
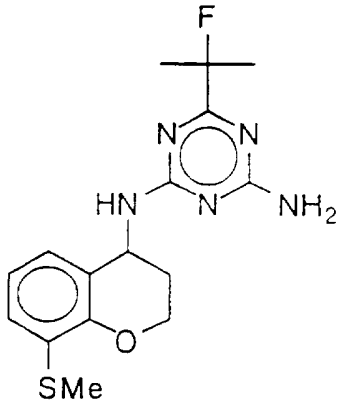
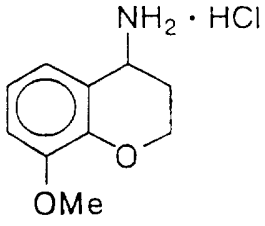
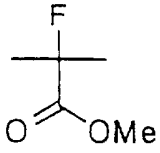
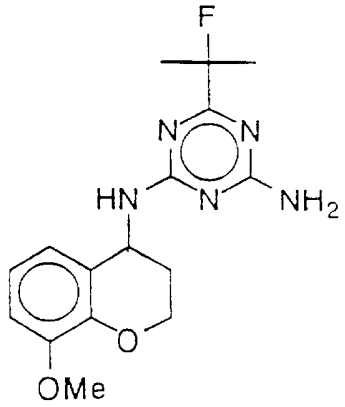
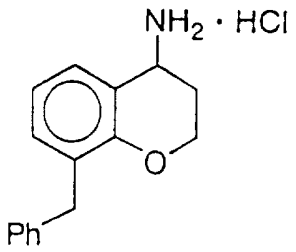
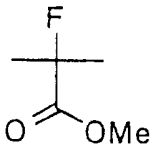
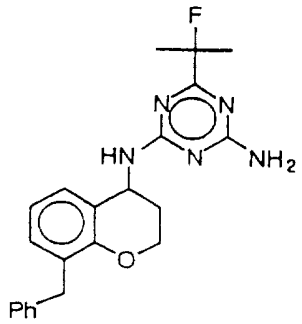
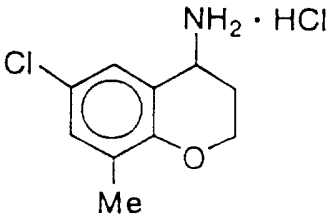
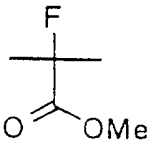
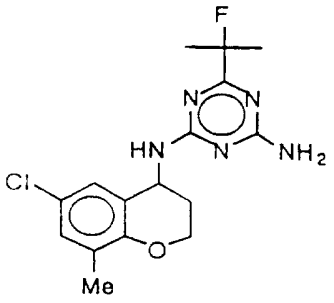
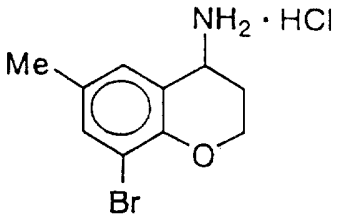
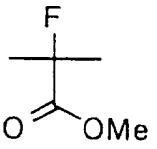
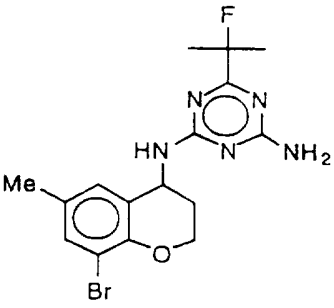
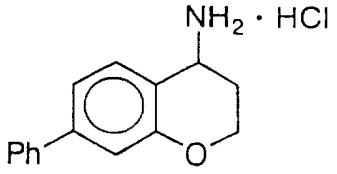
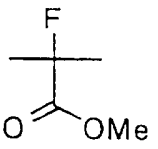
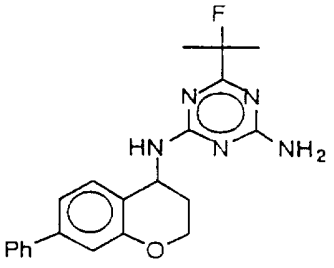
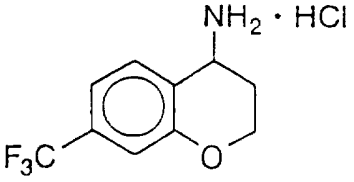
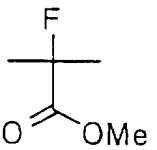
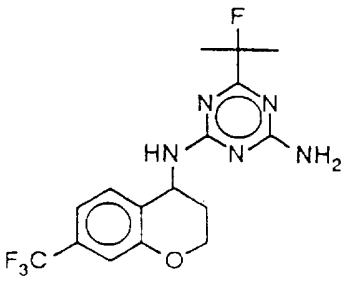
実施例NO.	原料の クロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
67				55
68				51
69				48
70				56

表２５

実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
71				59
72				61
73				60
74				58
75				51

（実施例７６～９７）

実施例３２において用いた６－フルオロ－４－クロマニルアミン塩酸塩およびα－フルオロイソ酪酸メチルエステルの代わりに、それぞれ表２６～３１に示す４－クロマニルアミン塩酸塩類およびエステル類を用いた以外は実施例３２と同様に操作を行った。得られた生成物の構造と収率を表２６～３１に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表３７～４０に示す。

表２６

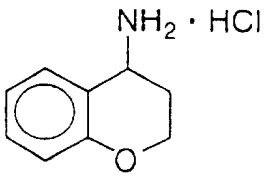
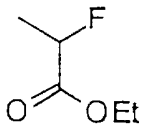
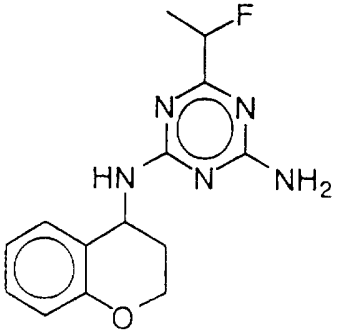
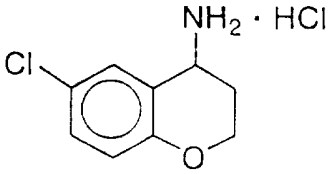
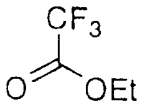
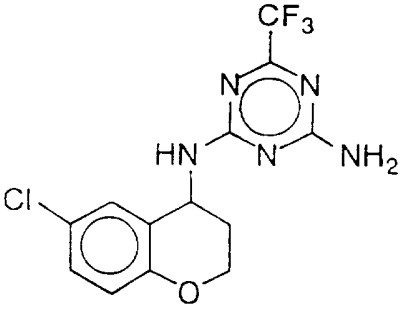
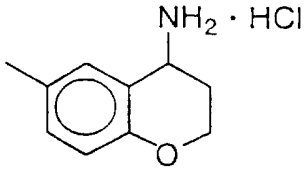
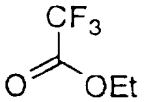
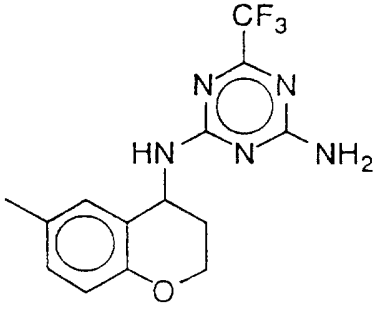
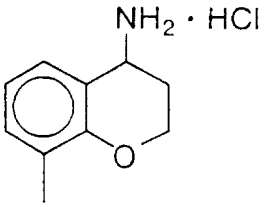
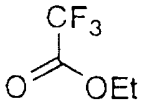
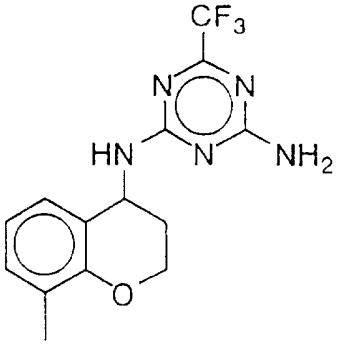
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
76				49
77				59
78				61
79				62

表２７

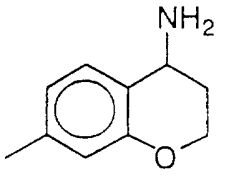
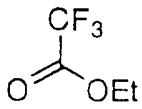
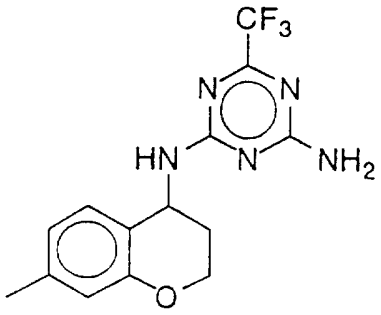
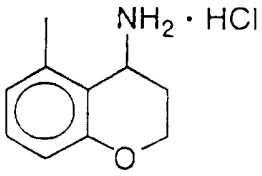
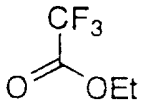
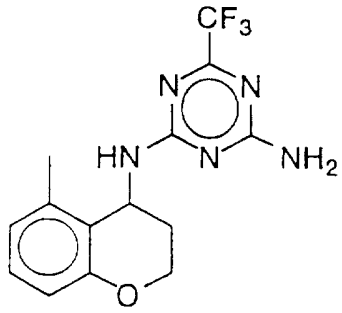
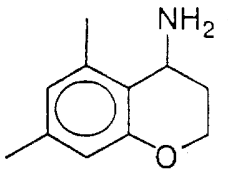
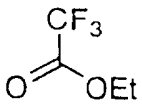
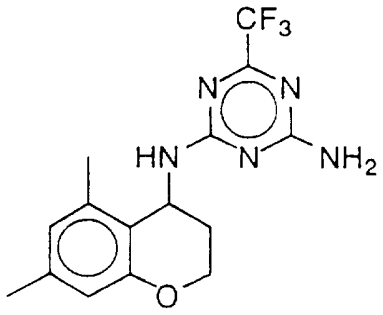
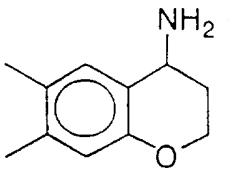
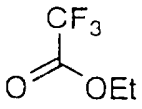
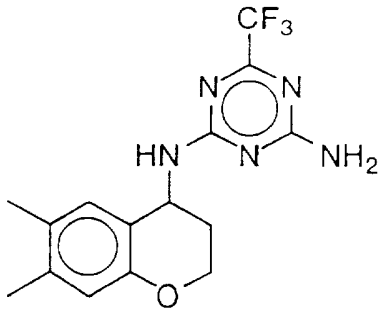
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ｉ）	収率(%)
８０				57
８１				59
８２				61
８３				60

表２８

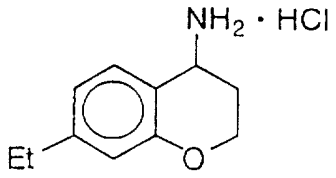
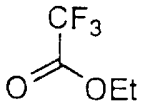
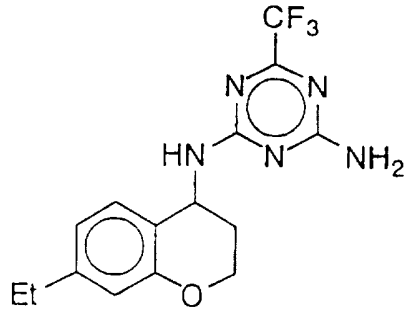
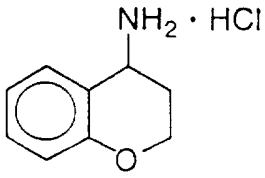
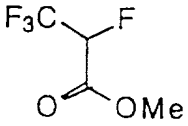
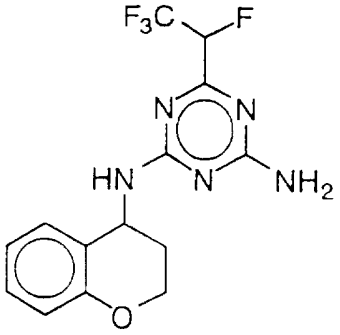
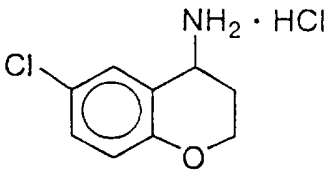
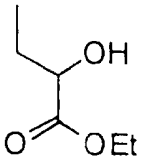
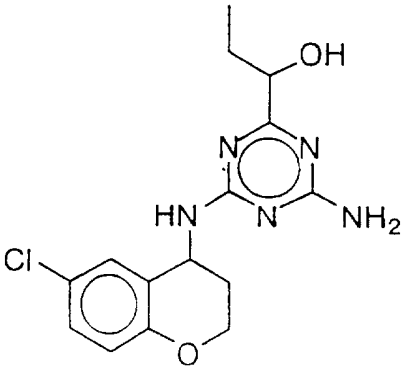
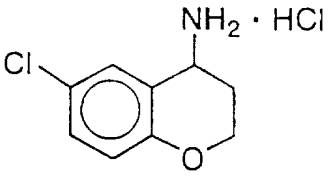
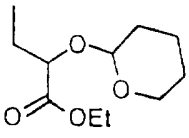
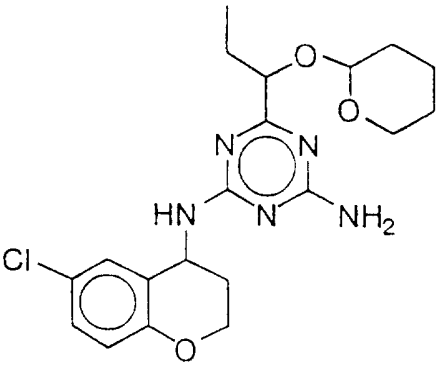
実施例NO.	原料のクロマニルアミン誘導体（Ⅱ）の塩	原料のエステル（Ⅳ）	得られたトリアジン誘導体（Ⅰ）	収率(%)
84				63
85				51
86				49
87				55

表２９

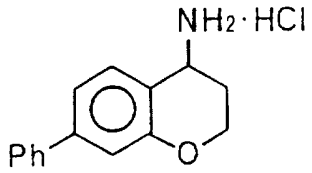
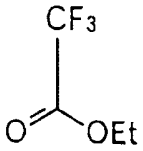
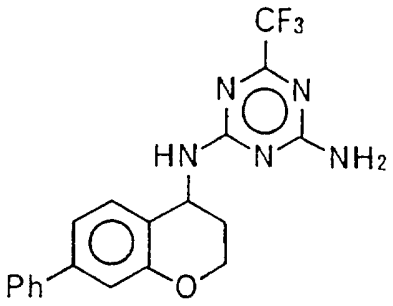
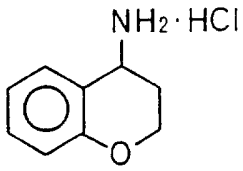
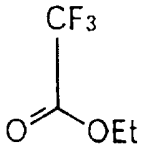
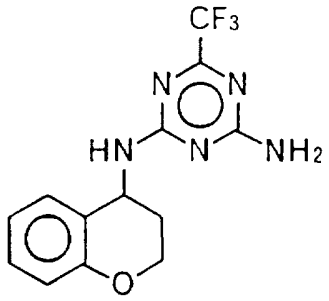
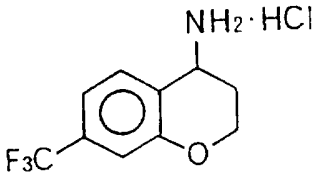
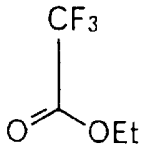
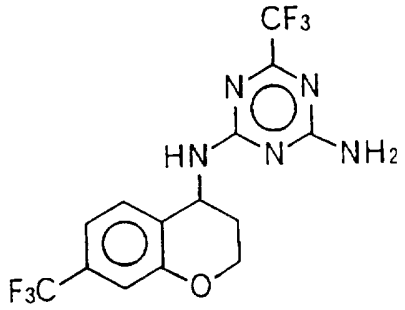
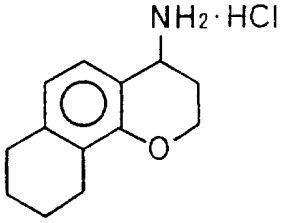
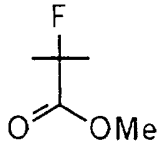
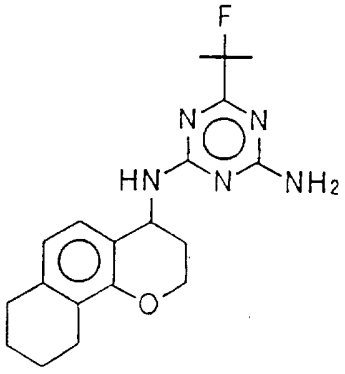
実施例No.	原料のクロマニルアミン誘導体(II)の塩	原料のエステル(IV)	得られたトリアジン誘導体(I)	収率(%)
８８				５５
８９				５１
９０				４５
９１				６４

表３０

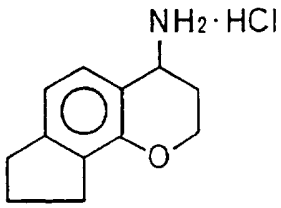
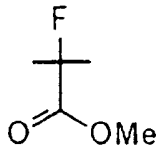
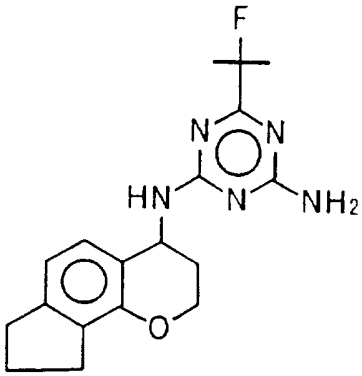
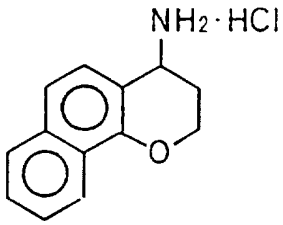
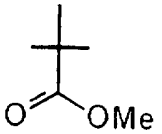
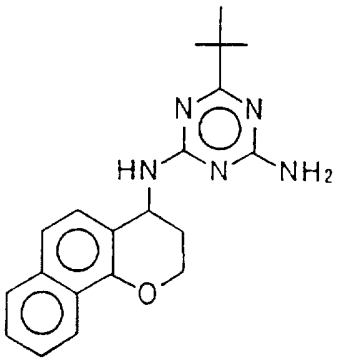
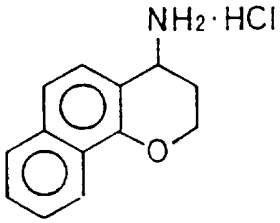
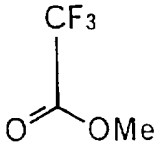
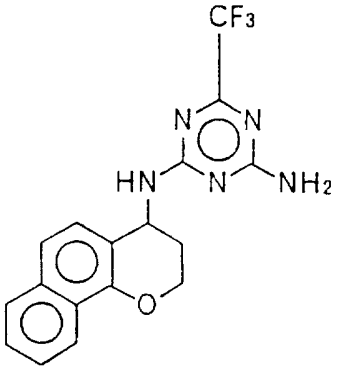
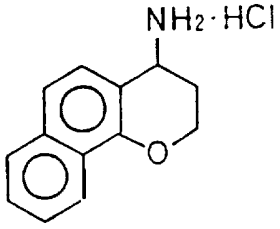
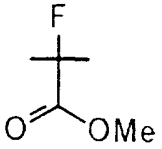
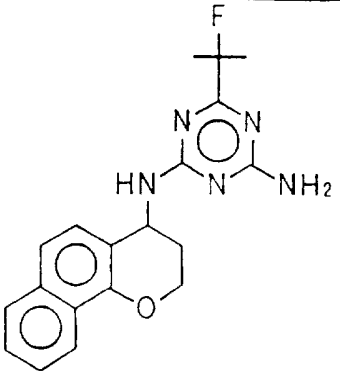
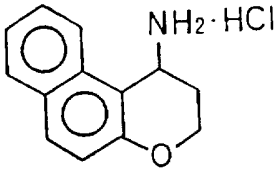
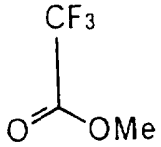
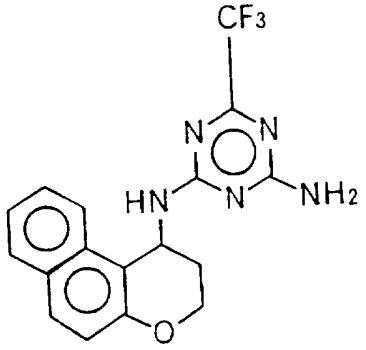
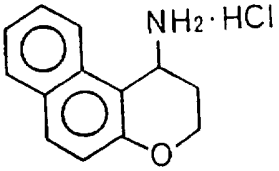
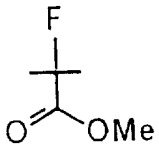
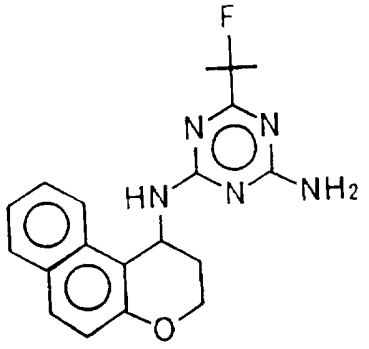
実施例 No.	原料のクロマニルアミン誘導体(II)の塩	原料のエステル(IV)	得られたトリアジン誘導体(I)	収率 (%)
92				62
93				65
94				62
95				60

表３１

実施例No.	原料のクロマニルアミン誘導体(II)の塩	原料のエステル(IV)	得られたトリアジン誘導体(I)	収率(%)
96				42
97				56

（実施例９８）

実施例４８で得られた２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（６－メチルチオ－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジン１ｇ（２．８７ｍｍｏｌ）を、酢酸エチル１５ｍｌに溶解し、ここへｍ－クロロ過安息香酸１．１ｇ（６．３８ｍｍｏｌ）を室温で加えた。反応液を室温で１２時間撹拌した後、５重量％亜硫酸ナトリウム水溶液１０ｍｌで洗浄し、酢酸エチル層を水１０ｍｌで２回洗浄した。この酢酸エチル層を、無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下に酢酸エチルを留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ｎ－ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比））により精製し、目的の２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（６－メタンスルホニル－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジン０．８９ｇ（収率

８２％）を得た。得られた生成物の構造と収率を表３２に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表４０に示す。

（実施例９９）

実施例９８において用いた２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（６－メチルチオ－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジンの代わりに、２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（８－メチルチオ－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジンを用いた以外は実施例９８と同様に操作を行い、目的の２－アミノ－４－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－６－（８－メタンスルホニル－４－クロマニル）アミノ－ｓ－トリアジンを得た。得られた生成物の構造と収率を表３２に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表４０に示す。

（実施例１００）

実施例５０で得られた２－アミノ－４－（６－ブロモ－４－クロマニル）アミノ－６－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－ｓ－トリアジン３．２ｇ（８．４ｍｍｏｌ）のＤＭＦ溶液３ｍｌにシアン化第一銅０．９ｇ（１０．０ｍｍｏｌ）を加え、４時間加熱還流した。反応混合液に飽和塩化アンモニアム水溶液を加え、濾過し、固形物を酢酸エチルで洗浄した。濾液と洗液を合わせ、有機層を酢酸エチルで抽出し、抽出液を無水硫酸ナトリウムで乾燥したのち、減圧下に溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー［シリカゲル：１５０ｇ、展開溶媒：ｎ－ヘキサン／酢酸エチル＝１／１（容量比）］により精製し、目的の２－アミノ－４－（６－シアノ－４－クロマニル）アミノ－６－（α－フルオロ－α－メチルエチル）－ｓ－トリアジン２．４ｇ（収率８７％）を得た。得られた生成物の構造と収率を表３２に示し、生成物のＩＲおよびＮＭＲデータを表４０に示す。

表３２

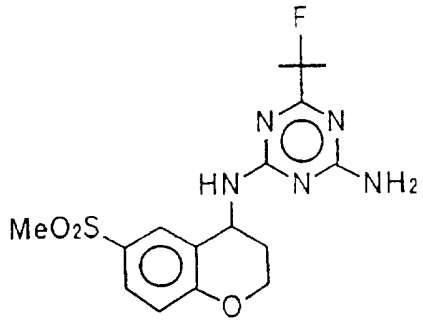
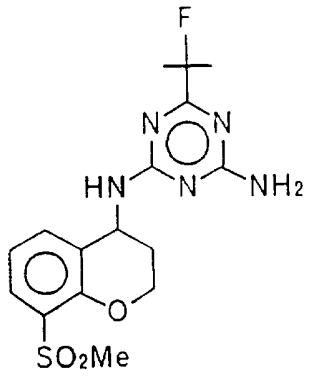
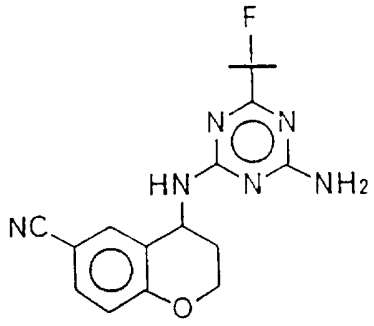
実施例 No.	得られたトリアジン化合物(I)	収率 (%)
９８		８２
９９		８６
１００		８７

表３３ ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H-NMR*2
３２	１５５５	1.65(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-5.40(1H, m, $\underline{CH}$-N), 5.40-6.00(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３３	１５７０	1.59(3H, dd, J=24.6, 6.7Hz, $\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.70-6.60(5H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$, CHF), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３４	１５８０	2.05-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.30(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３５	１５８０	2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.90-5.80(5H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$, $\underline{CH}$F), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３６	１５７０	0.85-1.15(3H, m, $\underline{CH_3}$), 1.35-2.40(10H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$, $\underline{CH_2}$-CH_3, THP), 3.20-4.40(5H, m, $O\underline{CH_2}$, $O\underline{CH}$, THP), 4.60-5.80(5H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$, THP), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３７	１５７０	0.98(3H, t, J=7.5Hz, $\underline{CH_3}$), 1.67(1H, s, $\underline{OH}$), 1.80-2.30(4H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$, $\underline{CH_2}$-CH_3), 4.15-4.45(3H, m, $O\underline{CH_2}$, $\underline{CH}$-OH), 5.00-5.60(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３８	１５７０	1.26(9H, s, t-Bu), 2.05-2.25(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.70(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.10(3H, m, Ar)
３９	１５３５	1.57(6H, d, J=21.3Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 1.95-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.20-5.55(1H, m, $\underline{CH}$-N), 6.10-6.55(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.60-7.35(4H, m, Ar)
４０	１５６０	1.41(3H, d, J=7.7Hz, OCH-$\underline{CH_3}$), 1.61(6H, d, J=22.0Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$) 2.00-2.50(2H, m, $OCH\underline{CH_2}$), 2.23(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.00-4.50(1H, m, $O\underline{CH}$), 4.90-5.25(1H, m, $\underline{CH}$-N), 5.20-5.75(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.60-7.15(3H, m, Ar)
４１	１５４０	1.33(3H, s, $OC\underline{CH_3}$), 1.42(3H, s, $OC\underline{CH_3}$), 1.60(6H, d, J=22.0Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.19(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.40(2H, m, $OC\underline{CH_2}$), 5.20-5.55(1H, m, $\underline{CH}$-N), 6.10-6.50(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.50-7.20(3H, m, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法

*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３４　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H-NMR*2
４２	１５８０	1.66(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$) 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.05-5.70(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.76(1H, d, J=8.6Hz, Ar) 7.13(1H, dd, J=8.6, 2.7Hz, Ar), 7.26(1H, d, J=2.7Hz, Ar)
４３	１５８０	1.25(9H, s, t-Bu), 1.61(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.05-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.95-6.55(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.75(1H, d, J=9.5Hz, Ar), 7.10-7.30(2H, m, Ar)
４４	１５７０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 1.90-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.23(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.95-6.15(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.71(1H, d, J=8.1Hz, Ar), 6.98(1H, d, J=8.1Hz, Ar), 7.03(1H, s, Ar)
４５	１５８０	1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.18(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.80(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.77(1H, dd, J=7.6, 7.3Hz, Ar), 7.05(1H, d, J=7.6Hz, Ar), 7.09(1H, d, J=7.3Hz, Ar)
４６	１５８０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.28(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.90(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.65(1H, s, Ar), 6.70(1H, d, J=7.7Hz, Ar), 7.13(1H, d, J=7.7Hz, Ar)
４７*3	１５７０	1.55(6H, d, J=21.4Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 1.95-2.20(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.18(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.40(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 5.90-6.80(3H, m, CH-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.55-6.80(2H, m, Ar), 7.02(1H, d, J=7.0Hz, Ar)
４８	１５７０	1.65(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.41(3H, s, $S\underline{CH_3}$), 4.10-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.10(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.77(1H, d, J=8.6Hz, Ar), 7.17(1H, dd, J=8.6, 2.3Hz, Ar), 7.23(1H, d, J=2.3Hz, Ar)
４９	１５８０	1.18(3H, t, J=7.5Hz, $\underline{CH_3}$-$\underline{CH_3}$), 1.65(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.54(2H, q, J=7.5Hz, $\underline{CH_2}$-CH_3), 4.05-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.74(1H, d, J=7.5Hz, Ar), 7.02(1H, dd, J=7.5, 2.1Hz, Ar), 7.06(1H, d, J=2.1Hz, Ar)
５０	１５７０	1.65(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.05-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70(1H, d, J=8.8Hz, Ar), 7.26(1H, dd, J=8.8, 2.4Hz, Ar), 7.39(1H, d, J=2.4Hz, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法
*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*3溶媒：重アセトン、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３５　ＩＲ・ＮＭＲデー

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H－ＮＭＲ*2
５１	１５８０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.20-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.10(3H, m, Ar),
５２	１５８０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.25-4.50(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.81(1H, dd, J=7.7, 7.1Hz, Ar), 7.19(1H, d, J=7.1Hz, Ar), 7.27(1H, d, J=7.7Hz, Ar)
５３	１５７０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.05-6.05(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.81(1H, d, J=8.8Hz, Ar), 7.06(1H, d, J=8.8Hz, Ar), 7.14(1H, s, Ar)
５４	１５８０	1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.45-6.70(2H, m, Ar), 7.10-7.30(1H, m, Ar)
５５	１５６０	1.20(3H, t, J=7.6Hz, CH_2-$\underline{CH_3}$), 1.67(6H, d, J=21.3Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.59(2H, q, J=7.6Hz, $\underline{CH_2}$-CH_3), 4.00-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.40(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 5.30-5.60(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.68(1H, s, Ar), 6.72(1H, d, J=7.3Hz, Ar), 7.17(1H, d, J=7.3Hz, Ar)
５６	１５６０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.30(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.80-7.30(3H, m, Ar),
５７	１５６０	1.62(6H, d, J=21.7Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.17(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.23(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.40(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.00-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.90-5.30(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 5.80-6.30(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.50(1H, s, Ar), 6.69(1H, s, Ar)
５８	１５８０	1.62(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$) 1.90-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.16(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.19(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 3.85-4.50(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.95-6.10(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.65(1H, d, J=7.7Hz, Ar), 6.98(1H, d, J=7.7Hz, Ar)
５９	１５７０	1.65(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$) 2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.16(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.21(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.10-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.80(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.88(2H, s, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法
*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３６　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H-NMR*2
６０	１５８０	1.63(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 1.95-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.11(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.23(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.30(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.69(1H, d, J=7.9Hz, Ar), 6.99(1H, d, J=7.9Hz, Ar)
６１	１５６５	1.64(6H, d, J=21.7Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.45(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.13(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.19(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.00-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.70(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.62(1H, s, Ar), 7.00(1H, s, Ar)
６２	１５７０	1.63(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 1.90-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 3.86(2H, s, $\underline{CH_2}$-Ph), 4.05-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.73(1H, d, J=8.2Hz, Ar), 6.90-7.30(7H, m, Ar)
６３	１５８０	1.65(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 3.73(3H, s, $O\underline{CH_3}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.76(3H, s, Ar)
６４	１５６０	1.60(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.40(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.75-7.40(8H, m, Ar)
６５	１５６０	1.64(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.90(1H, d, J=8.6Hz, Ar), 7.25-7.60(7H, m, Ar)
６６	１５６０	1.19(6H, d, J=6.8Hz, $\underline{CH_3}$-CH-$\underline{CH_3}$), 1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.81(1H, sept, J=6.8Hz, CH_3-$\underline{CH}$-CH_3), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.76(1H, d, J=9.1Hz, Ar), 7.04(1H, d, J=9.1Hz, Ar), 7.09(1H, s, Ar)
６７	１５８０	1.18(3H, t, J=7.6Hz, CH_2-$\underline{CH_3}$), 1.62(6H, d, J=21.9Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.60(2H, q, J=7.6Hz, $\underline{CH_2}$-CH_3), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.40(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.80(1H, dd, J=7.5, 7.3Hz, Ar), 6.95-7.20(2H, m, Ar)
６８	１５７０	1.65(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.94(1H, dd, J=8.0, 7.0Hz, Ar), 7.10-7.60(7H, m, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法

*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３７　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H－ＮＭＲ*2
６９	１５８０	1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.43(3H, s, $S\underline{CH_3}$), 4.20-4.50(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.75-7.15(3H, m, Ar)
７０	１５８０	1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 3.88(3H, s, $O\underline{CH_3}$), 4.20-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.10(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.75-6.95(3H, m, Ar)
７１	１５７０	1.63(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 3.93(2H, s, $\underline{CH_2}$-Ph), 4.10-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.10(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.77(1H, dd, J=7.6, 7.3Hz, Ar), 6.96(1H, dd, J=7.6, 2.3Hz, Ar), 7.11(1H, dd, J=7.3, 2.3Hz, Ar), 7.15-7.30(5H, m, Ar)
７２	１５８０	1.65(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.25(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.15(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 7.01(1H, d, J=2.7Hz, Ar), 7.09(1H, d, J=2.7Hz, Ar)
７３	１５６０	1.64(6H, d, J=22.1Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.05-2.45(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.22(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.20-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 7.02(1H, s, Ar), 7.25(1H, s, Ar)
７４	１５６０	1.68(6H, d, J=21.7Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.10-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-5.80(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 7.00-7.65(8H, m, Ar)
７５	１５７０	1.65(6H, d, J=21.7Hz, $\underline{CH_3}$-CF-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.95-7.50(3H, m, Ar)
７６	１５８０	1.60(3H, dd, J=23.9, 8.1Hz, $\underline{CH_3}$-CHF), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.80-5.90(5H, m, $\underline{CHF}$, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.40(4H, m, Ar)
７７	１５８０	2.05-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.77(1H, d, J=8.4Hz, Ar), 7.15(1H, dd, J=8.4, 2.6Hz, Ar), 7.20(1H, d, J=2.6Hz, Ar)
７８*4	１５７０	2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.24(3H, s, $\underline{CH_3}$-Ar), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.95-5.40(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.72(1H, d, J=9.1Hz, Ar), 7.01(1H, d, J=9.1Hz, Ar), 7.03(1H, s, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法
*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*4溶媒：重クロロホルム＋重メタノール、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３８　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm^{-1})*1 s-トリアジン	^1H－ＮＭＲ*2
79*4	1580	2.00-2.30(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.18(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.40(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.10-5.35(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.79(1H, dd, J=8.2, 7.6Hz, Ar), 7.06(1H, d, J=7.6Hz, Ar), 7.06(1H, d, J=8.2Hz, Ar).
80*4	1580	2.05-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.28(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.10-4.30(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.05-5.35(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.66(1H, s, Ar), 6.71(1H, d, J=7.6Hz, Ar), 7.10(1H, d, J=7.6Hz, Ar)
81*3	1570	1.95-2.25(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.19(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 4.15-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.05-5.35(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.55-6.80(2H, m, Ar), 6.70-7.50(3H, m, $\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 7.04(1H, d, J=7.7Hz, Ar)
82	1550	2.18(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.27(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.35(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.05-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-5.30(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.51(1H, s, Ar), 6.58(1H, s, Ar)
83	1560	1.90-2.60(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.23(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 2.25(3H, s, Ar-$\underline{CH_3}$), 3.90-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.95-5.25(1H, m, $\underline{CH}$-NH), 6.70(1H, s, Ar), 6.95(1H, s, Ar)
84	1560	1.20(3H, t, J=7.6Hz, CH_2-$\underline{CH_3}$), 2.00-2.40(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 2.57(2H, q, J=7.6Hz, $\underline{CH_2}$-CH_3), 3.95-4.45(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 5.00-6.20(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.67(1H, s, Ar), 6.72(1H, d, J=7.3Hz, Ar), 7.10(1H, d, J=7.3Hz, Ar)
85	1580	2.10-2.40(2H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$), 4.10-4.35(2H, m, $O\underline{CH_2}$), 4.90-5.90(5H, m, $\underline{CH}$F, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.70-7.35(4H, m, Ar)
86	1580	0.93(3H, t, J=7.3Hz, $\underline{CH_3}$), 1.40-2.30(5H, m, $\underline{OH}$, $OCH_2\underline{CH_2}$, $\underline{CH_2}$-CH_3), 4.10-4.30(3H, m, $O\underline{CH_2}$, $\underline{CH}$-OH), 4.90-6.00(4H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$), 6.72(1H, d, J=8.6Hz, Ar), 7.09(1H, dd, J=8.6, 2.4Hz, Ar), 7.18(1H, d, J=2.4Hz, Ar)
87	1570	0.85-1.15(3H, m, $\underline{CH_3}$), 1.40-2.30(10H, m, $OCH_2\underline{CH_2}$, $\underline{CH_2}$-CH_3, THP), 3.20-4.40(5H, m, $O\underline{CH_2}$, $O\underline{CH}$, THP), 4.60-5.90(5H, m, $\underline{CH}$-$\underline{NH}$, $\underline{NH_2}$, THP), 6.72(1H, d, J=8.6Hz, Ar), 7.10(1H, dd, J=8.6, 2.4Hz, Ar), 7.22(1H, d, J=2.4Hz, Ar)

*1臭化カリウム錠剤法
*2溶媒：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*3溶媒：重アセトン、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*4溶媒：重クロロホルム＋重メタノール、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表３９　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(cm⁻¹)*1 sートリアジン	¹Ｈ－ＮＭＲ*2
８８	１５７０	2.10-2.40(2H,m,OCH₂CH₂),4.10-4.40(2H,m,OCH₂), 5.10-5.45(1H,m,CH-NH),5.50-6.00(3H,m,CH-NH,NH₂) 7.00-7.60(8H,m,Ar)
８９	１５７０	1.95-2.30(2H,m,OCH₂CH₂),4.15-4.40(2H,m,OCH₂), 5.10-5.50(1H,m,CH-NH), 6.60-7.40(4H,m,Ar)
９０	１５７０	2.20-2.45(2H,m,OCH₂CH₂),4.15-4.50(2H,m,OCH₂), 5.10-6.00(4H,m,CH-NH,NH₂) 7.00-7.50(3H,m,Ar)
９１	１５７０	1.63(6H,d,J=22.14Hz,CH₃-CF-CH₃), 1.65-1.90(4H,m,-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-) 2.05-2.25(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 2.50-2.80(4H,m,-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-) 4.15-4.35(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 5.00-6.00(4H,m,-NH-CH-,-NH₂) 6.63(1H,d,J=7.83Hz,Ar) 7.00(1H,d,J=7.83Hz,Ar)
９２	１５７０	1.63(6H,d,J=22.14Hz,CH₃-CF-CH₃), 1.95-2.30(4H,m,-O-CH₂-CH₂-,-CH₂-CH₂-CH₂-) 2.70-3.00(4H,m,-CH₂-CH₂-CH₂-) 4.15-4.35(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 5.00-6.00(4H,m,-NH-CH-,-NH₂) 6.77(1H,d,J=7.83Hz,Ar) 7.05(1H,d,J=7.83Hz,Ar)
９３	１５５０	1.28(9H,s,t-Bu) 2.15-2.40(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 4.25-4.55(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 5.00-5.60(4H,m,-NH-CH-,-NH₂) 7.25-7.55(4H,m,Ar) 7.65-7.80(1H,m,Ar) 8.10-8.30(1H,m,Ar)
９４	１５９０	2.10-2.40(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 4.20-4.65(2H,m,-O-CH₂-CH₂-) 5.20-6.00(4H,m,-NH-CH-,-NH₂) 7.25-7.35(2H,m,Ar) 7.40-7.60(2H,m,Ar) 7.70-7.85(1H,m,Ar) 8.10-8.30(1H,m,Ar)

*1　臭化カリウム錠剤法
*2　重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

表４０　ＩＲ・ＮＭＲデータ

実施例番号	ＩＲ(ｃｍ⁻¹)*1 sートリアジン	^{1}H－ＮＭＲ*2
９５	１５７０	1.65(6H,d,J=22.05Hz,CH_3-CF-CH_3), 2.15-2.35(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 4.20-4.60(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 5.15-6.00(4H,m,-NH-CH-,-NH_2) 7.32(2H,s-Ar) 7.41-7.59(2H,m,Ar) 7.65-7.85(1H,m,Ar) 8.10-8.25(1H,m,Ar)
９６*3	１５６５	2.10-2.50(2H,m,-O-CH_2-CH_2) 4.25-4.65(2H,m,-O-CH_2-CH_2) 5.40-6.00(4H,m,-NH-CH-,-NH_2) 6.90-7.20(1H,m,Ar) 7.25-7.65(2H,m,Ar) 7.65-8.00(3H,m,Ar)
９７*3	１５４０	1.63(6H,d,J=22.08Hz,CH_3-CF-CH_3), 2.05-2.45(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 4.25-4.60(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 5.50-6.60(4H,m,-NH-CH-,-NH_2) 6.80-7.20(1H,m,Ar) 7.25-7.60(2H,m,Ar) 7.60-8.05(3H,m,Ar)
９８*4	１５６０	1.65(6H,d,J=21.9Hz,CH_3-CF-CH_3),2.10-2.40(2H,m,OCH_2CH_2), 3.05(3H,s,SO_2-CH_2),4.25-4.45(2H,m,OCH_2), 5.20-5.40(1H,m,-CH-NH),7.00(1H,d,J=8,6Hz,Ar), 7.72(1H,dd,J=8.6 2.2Hz,Ar),7.90(1H,d,J=2,2Hz,Ar)
９９	１５６０	1.65(6H,d,J=21.9Hz,CH_3-CF-CH_3),2.15-2.40(2H,m,OCH_2CH_2), 9.22(9H,s,SO_2-CH_2),4.30-4.55(2H,m,OCH_2), 5.15-6.00(4H,m,-CH-NH,-NH_2),7.04(1H,dd,J=7.7,7.7Hz,Ar), 7.57(1H,dd,J=7.7, 1.8Hz,Ar),7.90(1H,dd,J=7.7, 1.8Hz,Ar)
１００	１５７０	1.65(6H,d,J=22.14.Hz,CH_3-CF-CH_3), 2.10-2.30(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 4.25-4.40(2H,m,-O-CH_2-CH_2-) 5.20-6.10(4H,m,-NH-CH-,-NH_2) 6.87(1H,d,J=8.37Hz,Ar) 7.45(1H,dd,J=8.37,1.98Hz,Ar) 7.61(1H,d,J=1.98Hz,Ar)

*1　臭化カリウム錠剤法
*2：重クロロホルム、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*3：重アセトン、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）
*4：重クロロホルム＋メタノール、内部標準：テトラメチルシラン（ＴＭＳ）

[除草剤実施例]

（１）除草剤の調製

担体としてタルク（商品名：ジークライト）９７重量部、界面活性剤としてアルキルアリールスルホン酸（商品名：ネオペレックス、花王アトラス（株）製）１．５重量部、およびノニオン型とアニオン型の界面活性剤（商品名：ソルポール８００Ａ、東邦化学工業（株）製）１．５重量部を均一に粉砕混合して、水和剤用担体を得た。

この水和剤用担体９０重量部と上記実施例１～３、５～１３、１５、１６、３２～９０、９８および９９で得られた本発明化合物（実施例Ｎｏを本発明化合物Ｎｏとする。）１０重量部を均一に粉砕混合して、それぞれ除草剤を得た。

（２）茎葉処理試験

畑地土壌を充填した１／５０００アールワグネルポットにオナモミ、イチビ、アメリカアサガオ、オオイヌタデ、チョウセンアサガオ、アオゲイトウ、イヌホウズキの雑草種子およびワタの種子を播種し、覆土後、温室内で育成し、これら植物の１～２葉期に上記（１）で得た所定量の所定の除草剤を水に懸濁し、２００リットル／ヘクタール相当の液量で茎葉部へ均一にスプレー散布した。その後温室内で育成し、処理後２０日目に除草効果および作物への薬害を判定した。結果を表４１～４４に示す。

なお、除草効果および作物薬害は下記の基準に従って表示した。

（基準）

除草効果	残草重無処理比（％）
0	８１～１００
1	６１～８０
2	４１～６０
3	２１～４０
4	１～２０
5	0

作物薬害	残草重無処理比（％）

−	１００
±	９５～９９
＋	９０～９４
＋＋	８０～８９
＋＋＋	０～７９

ここで、残草重無処理比＝（処理区の残草重／無処理区の残草重）×１００で求めた。

表４１：茎葉処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	オオイヌタデ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	イヌホウズキ	
化合物２	１０００	5	5	4	5	5	−	5	−
化合物５	〃	5	5	5	5	5	5	5	±
化合物６	〃	2	3	5	5	5	5	5	±
化合物７	〃	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物８	〃	5	5	5	5	5	5	5	+
化合物９	〃	2	5	5	5	5	5	5	−
化合物10	〃	5	5	5	5	5	5	5	±
化合物11	〃	5	2	5	5	5	5	5	−
化合物12	〃	5	5	5	5	5	5	5	+
化合物13	〃	5	5	2	5	5	5	5	−
化合物15	〃	5	5	3	5	5	4	5	−
化合物16	〃	4	5	5	5	5	5	5	+

表４２ 茎葉処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	オオイヌタデ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	イヌホウズキ	
化合物 32	1000	5	5	5	5	5	5	5	±
化合物 33	〃	5	5	3	5	5	5	5	±
化合物 34	〃	5	5	2	5	5	5	5	−
化合物 35	〃	5	5	2	5	5	5	5	−
化合物 36	〃	3	3	2	3	3	3	3	−
化合物 37	〃	4	5	3	4	4	5	5	−
化合物 38	〃	3	4	4	5	5	5	5	±
化合物 39	〃	4	3	5	5	5	4	4	−
化合物 40	〃	4	2	2	5	5	2	3	−
化合物 42	〃	4	5	4	5	5	5	5	±
化合物 44	〃	2	3	3	5	5	5	5	−
化合物 45	〃	3	5	5	5	5	5	5	±
化合物 46	〃	5	5	5	5	5	5	5	+
化合物 48	〃	3	3	2	5	2	2	2	−
化合物 49	〃	3	4	2	5	2	2	5	−
化合物 50	〃	5	5	5	5	3	5	5	−
化合物 51	〃	3	3	2	4	2	5	5	−
化合物 52	〃	4	4	2	5	4	5	5	±
化合物 53	〃	5	4	2	5	3	4	5	−
化合物 54	〃	5	5	4	5	5	5	5	−

表４３　茎葉処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	オオイヌタデ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	イヌホウズキ	
化合物55	1000	3	3	3	5	4	4	5	±
化合物56	〃	5	5	2	5	5	4	5	−
化合物59	〃	5	4	3	5	5	2	5	±
化合物60	〃	4	3	3	5	5	4	5	−
化合物61	〃	4	5	3	5	4	3	3	−
化合物62	〃	2	5	3	4	2	3	4	−
化合物63	〃	5	3	3	5	4	4	5	±
化合物64	〃	3	4	4	4	3	3	4	−
化合物65	〃	4	4	4	5	4	3	5	±
化合物66	〃	2	3	2	3	3	5	4	−
化合物67	〃	4	4	3	4	4	5	4	−
化合物69	〃	3	3	3	4	3	2	4	−
化合物70	〃	3	2	2	4	3	5	5	−
化合物72	〃	5	4	4	5	5	3	5	−
化合物73	〃	3	5	2	5	5	5	5	−
化合物74	〃	3	3	3	3	2	3	3	−
化合物75	〃	3	3	2	5	4	4	3	−
化合物76	〃	5	5	4	5	5	4	5	−
化合物77	〃	3	2	2	5	5	5	5	−
化合物78	〃	3	3	4	5	4	4	5	−
化合物79	〃	2	2	3	5	5	5	5	±

表４４　茎葉処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	オオイヌタデ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	イヌホウズキ	
化合物80	1000	3	4	3	5	5	5	5	−
化合物82	〃	5	2	2	4	2	2	5	−
化合物83	〃	3	4	3	5	5	3	5	−
化合物85	〃	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物86	〃	3	2	3	5	5	5	4	−
化合物88	〃	3	3	3	3	2	3	3	−
化合物89	〃	2	2	2	5	4	5	5	−
化合物90	〃	2	2	2	5	4	5	4	−
化合物99	〃	3	3	3	4	5	4	5	−

表４１～４４の結果から、本発明のトリアジン誘導体を含有する除草剤は、茎葉処理において、ワタに薬害を与えることなく、広範な畑地雑草を低薬量で防除できることが明らかになった。なかでも化合物２、７、９、１３、１５、３４、３５、３７、５０、５４、６１、６２、７３、７６および８５は、ワタに対して高い安全性を示す一方、ワタと同じアオイ科雑草であるイチビに対しては高い除草効果を示し、特に優れた属間選択性を有することがわかる。

（３）畑地土壌処理試験

畑地土壌を充填した１／５０００アールワグネルポットにオナモミ、イチビ、アメリカアサガオ、チョウセンアサガオ、アオゲイトウ、エノコログサ、メヒシバの雑草種子およびワタの種子を播種し、覆土後、上記（１）で得た所定量の所定の除草剤を水に懸濁して土壌表面に均一に散布した。その後、温室内で育成し、処理後２０日目に除草効果および作物への薬害を判定した。結果を表４５～４８に示す。

なお、除草効果および作物薬害は（２）茎葉処理試験において記述した基準に従って表示した。

表４５：畑地土壌処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	エノコログサ	メヒシバ	
化合物１	３０００	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物２	〃	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物３	〃	5	5	5	5	5	5	5	＋
化合物５	〃	3	5	2	5	5	5	5	＋
化合物８	〃	3	5	5	5	5	5	5	±
化合物10	〃	5	5	5	5	5	5	5	＋
化合物12	〃	5	5	5	5	5	5	5	＋
化合物13	〃	3	5	5	5	5	5	5	−
化合物15	〃	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物16	〃	5	5	5	5	5	5	5	＋

表４６　畑地土壌処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	エノコログサ	メヒシバ	
化合物32	3000	5	5	5	5	5	5	5	+
化合物33	〃	5	5	5	5	5	5	5	±
化合物34	〃	3	5	4	5	5	5	2	−
化合物35	〃	5	5	5	5	5	5	5	−
化合物36	〃	3	4	3	3	3	3	4	−
化合物37	〃	3	5	3	3	5	3	4	−
化合物38	〃	5	4	5	5	5	4	5	−
化合物39	〃	5	5	3	5	5	5	4	±
化合物40	〃	5	2	2	5	5	5	5	−
化合物41	〃	3	2	2	3	3	3	3	−
化合物42	〃	5	5	5	5	5	5	5	+
化合物43	〃	3	3	3	3	4	3	3	−
化合物44	〃	5	5	4	5	5	5	5	−
化合物45	〃	3	5	3	5	5	4	5	±
化合物46	〃	5	5	4	5	5	5	5	−
化合物47	〃	4	4	3	4	5	3	3	−
化合物48	〃	5	5	3	5	5	5	5	−
化合物49	〃	5	5	3	5	5	5	5	−
化合物50	〃	5	5	3	5	5	5	5	−
化合物51	〃	5	5	4	5	5	5	5	+

表４７　畑地土壌処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	エノコログサ	メヒシバ	
化合物52	3000	5	5	3	5	5	5	5	−
化合物53	〃	3	5	3	5	5	2	5	−
化合物54	〃	5	5	4	4	5	3	3	−
化合物55	〃	4	5	4	5	5	5	5	±
化合物56	〃	3	4	3	4	5	5	5	−
化合物57	〃	3	3	3	5	5	3	3	−
化合物58	〃	3	3	3	4	5	3	3	−
化合物59	〃	3	5	3	5	5	5	5	−
化合物60	〃	3	5	3	4	5	5	5	−
化合物61	〃	3	5	3	5	5	5	5	±
化合物62	〃	3	3	3	4	4	4	4	−
化合物63	〃	3	3	4	4	5	5	5	±
化合物64	〃	3	5	4	5	5	5	5	±
化合物65	〃	4	5	4	4	5	5	4	−
化合物66	〃	4	3	4	4	3	3	3	−
化合物67	〃	3	4	3	4	5	4	4	−
化合物68	〃	3	4	3	4	5	4	4	−
化合物69	〃	4	3	3	4	4	4	4	−
化合物70	〃	3	5	3	5	5	5	4	±
化合物71	〃	3	5	3	5	5	5	5	−

表４８ 畑地土壌処理試験

除草剤の有効成分	薬量 g/ha	除草効果							ワタ薬害
		オナモミ	イチビ	アメリカアサガオ	チョウセンアサガオ	アオゲイトウ	エノコログサ	メヒシバ	
化合物72	3000	3	3	3	4	4	4	3	−
化合物73	〃	4	5	4	5	5	5	5	−
化合物74	〃	3	3	3	3	3	3	3	−
化合物75	〃	3	3	3	4	5	4	3	−
化合物76	〃	5	5	5	5	5	5	5	＋
化合物77	〃	4	4	3	4	5	3	3	−
化合物78	〃	3	5	5	5	5	5	5	±
化合物79	〃	3	4	5	5	5	4	4	−
化合物80	〃	3	5	4	5	5	5	5	−
化合物81	〃	2	3	3	4	3	3	3	−
化合物82	〃	5	4	4	4	5	3	3	−
化合物83	〃	3	3	3	3	5	3	4	−
化合物84	〃	4	5	3	5	5	5	5	−
化合物85	〃	4	3	3	3	5	3	3	−
化合物86	〃	3	5	3	5	5	5	5	−
化合物87	〃	3	3	3	3	5	3	3	−
化合物88	〃	3	3	3	3	3	3	3	−
化合物89	〃	5	5	4	5	5	5	5	−
化合物90	〃	3	3	3	4	5	3	3	−
化合物98	〃	5	3	5	3	5	3	3	±
化合物99	〃	3	3	3	3	4	3	3	−

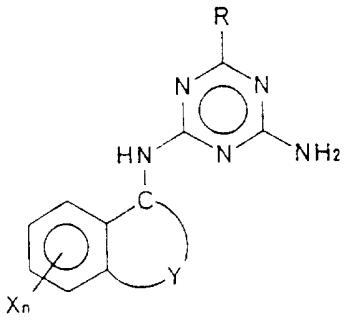
表４５～４８の結果から、本発明のトリアジン誘導体を含有する除草剤は、畑地土壌処理において、ワタに薬害を与えることなく、広範な畑地雑草を低薬量で防除できることが明らかになった。なかでも化合物１、２、１３、１５、３４、３５、３７、４４、４６、４８、４９、５０、５２、５３、５４、５９、６０、６５、７１、７３、８０、８４、８６および８９は、ワタに対して高い安全性を示す一方、ワタと同じアオイ科雑草であるイチビに対しては高い除草効果を示し、特に優れた属間選択性を有することがわかる。

産業上の利用可能性

本発明のトリアジン誘導体は、ワタに対する薬害がなく、ワタと同じアオイ科雑草であるイチビを含む広範な畑地雑草を低薬量で選択的に防除することができ、ワタ畑用除草剤の有効成分として極めて有用である。

請 求 の 範 囲

1. 一般式（I）



（I）

[式中、Xはハロゲン原子、ヒドロキシル基、シアノ基、C_1～C_6アルキル基、C_1～C_4アルコキシ基、C_1～C_4アルキルチオ基、C_1～C_4アルキルスルホニル基、C_1～C_6ハロアルキル基、C_1～C_4ハロアルコキシ基、フェニル置換C_1～C_4アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示し、Xが複数ある場合、複数のXはたがいに同一でも異なっていてもよく、また、隣接する2つのXがベンゼン環中の炭素－炭素結合とともに飽和もしくは不飽和の五員環または六員環を形成していてもよい。nは0または1～4の整数を示す。

Rは

(1)C_1～C_6アルキル基、または

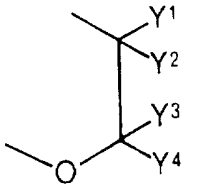
(2)i)ハロゲン原子、

ii)ヒドロキシル基、

iii)アルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基

からなる群から選ばれる1種または2種の置換基を1～13個有する置換C_1～C_6アルキル基を示す。

Yは1～8個のC_1～C_4アルキル基で置換されていてもよいC_2～C_4アルキレン基または式（a）



(a)

（Y^1～Y^4はそれぞれ独立して水素原子またはC_1～C_4アルキル基である）
で表される２価の基を示す。］
で表されるトリアジン誘導体。

２．　XがC_1～C_4アルキル基またはハロゲン原子である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

３．　Xがメトキシ基、メチルチオ基、メチルスルホニル基、トリフルオロメチル基、トリフルオロメトキシ基、フェノキシエチル基、フェニル基およびフェノキシ基からなる群から選ばれる請求項１に記載のトリアジン誘導体。

４．　nが１または２の整数である請求項２に記載のトリアジン誘導体。

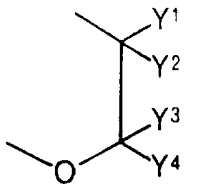
５．　nが２であるとき、２個のXはそれぞれ独立してC_1～C_6アルキル基またはハロゲン原子である請求項４に記載のトリアジン誘導体。

６．　nが０である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

７．　Yが１個のC_1～C_4アルキル基で置換されたプロピレン基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

８．　Yがメチル基で置換されたプロピレン基である請求項７に記載のトリアジン誘導体。

９．　Yが、式（a）



(a)

（Y^1～Y^4はそれぞれ独立して水素原子またはC_1～C_4アルキル基である）
で表される２価の基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

１０．　Y^1～Y^4がそれぞれ独立して水素原子またはメチル基である請求項９に記載のトリアジン誘導体。

１１．　RがC_1～C_6アルキル基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

１２．　Rがフッ素原子、塩素原子または臭素原子で置換されたC_1～C_6アルキル基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

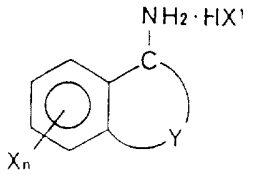
１３．　Ｒが－ＣＦ$_3$基、－ＣＣｌ$_3$基、－ＣＨ$_2$Ｆ基、－ＣＨ$_2$Ｃｌ基、－ＣＨ$_2$Ｂｒ基、－Ｃ$_2$Ｆ$_5$基、－ＣＨ$_2$ＣＨ$_2$Ｆ基、－ＣＨＦ（ＣＨ$_3$）基、－ＣＨＣｌ（ＣＨ$_3$）基、－ＣＨＢｒ（ＣＨ$_3$）基、－ＣＨＦ（ＣＦ$_3$）基、－ＣＦ（ＣＨ$_3$）$_2$基、－ＣＣｌ（ＣＨ$_3$）$_2$基、－ＣＢｒ（ＣＨ$_3$）$_2$基、－ＣＨＦ（ＣＨ$_2$ＣＨ$_3$）基、－ＣＨＣｌ（ＣＨ$_2$ＣＨ$_3$）基および－ＣＨＢｒ（ＣＨ$_2$ＣＨ$_3$）基からなる群から選ばれる請求項１２に記載のトリアジン誘導体。

１４．　Ｒがヒドロキシル基で置換されたＣ$_1$～Ｃ$_6$アルキル基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

１５．　Ｒが－ＣＨ$_2$ＯＨ基、－Ｃ$_2$Ｈ$_4$ＯＨ基、－ＣＨ（ＯＨ）ＣＨ$_3$基、－ＣＨ（ＯＨ）Ｃ$_2$Ｈ$_5$基、－Ｃ（ＣＨ$_3$）$_2$ＯＨ基および－Ｃ（ＣＨ$_3$）$_2$ＣＨ$_2$ＯＨ基からなる群から選ばれる請求項１４に記載のトリアジン誘導体。

１６．　Ｒが、酸素原子を含むヘテロ環基と酸素原子との結合基で置換された置換Ｃ$_1$～Ｃ$_6$アルキル基である請求項１に記載のトリアジン誘導体。

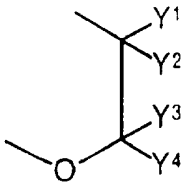
１７．　一般式（II）



（II）

［式中、Ｘはハロゲン原子、ヒドロキシル基、シアノ基、Ｃ$_1$～Ｃ$_6$アルキル基、Ｃ$_1$～Ｃ$_4$アルコキシ基、Ｃ$_1$～Ｃ$_4$アルキルチオ基、Ｃ$_1$～Ｃ$_4$アルキルスルホニル基、Ｃ$_1$～Ｃ$_6$ハロアルキル基、Ｃ$_1$～Ｃ$_4$ハロアルコキシ基、フェニル置換Ｃ$_1$～Ｃ$_4$アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示し、Ｘが複数ある場合、複数のＸはたがいに同一でも異なっていてもよく、また、隣接する２つのＸがベンゼン環中の炭素－炭素結合とともに飽和もしくは不飽和の五員環または六員環を形成していてもよい。ｎは０または１～４の整数を示す。

Ｙは１～８個のＣ$_1$～Ｃ$_4$アルキル基で置換されていてもよいＣ$_2$～Ｃ$_4$アルキレン基または式（a）

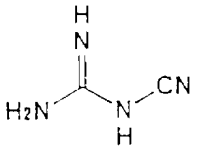


(a)

(Y^1～Y^4はそれぞれ独立して水素原子またはC_1～C_4アルキル基である)

で表される2個の基を示し、X^1はハロゲン原子を示す。]

で表される化合物と、式(III)



(III)

で表されるシアノグアニジンとを反応させ、次いで一般式(IV)

$RCOOR^1$ (IV)

(式中、Rは、

(1)C_1～C_6アルキル基、または

(2)i)ハロゲン原子、

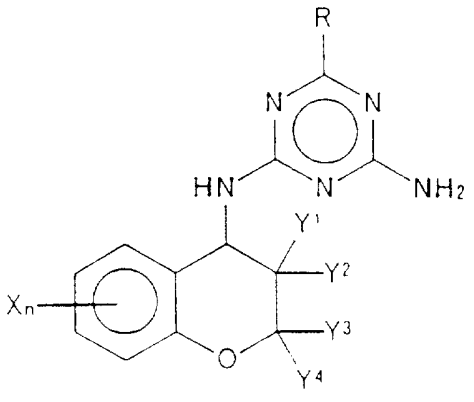
ii)ヒドロキシル基、

iii)アルキル部分にヘテロ原子を含有してもよいC_1～C_8アルコキシ基

からなる群から選ばれる1種または2種の置換基を1～13個有する置換C_1～C_6アルキル基を示し、

R^1はC_1～C_4アルキル基を示す。)

で表されるエステル類と反応させることを特徴とする、一般式(I)



(I)

（式中、Ｘ、ｎ、ＹおよびＲは前記定義のとおりである。）
で表されるトリアジン誘導体の製造方法。

１８．　請求項１に記載の一般式（Ｉ）で表されるトリアジン誘導体またはその塩を有効成分として含有する除草剤。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP96/01799

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int. Cl^6 C07D251/18, 405/12, A01N43/68

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int. Cl^6 C07D251/18, 405/12, A01N43/68

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAS ONLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 63-51379, A (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), March 4, 1988 (04. 03. 88)(Family: none)	1 - 18
Y	JP, 63-238071, A (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), October 4, 1988 (04. 10. 88)(Family: none)	1 - 18
Y	JP, 48-26786, A (Kakenyaku Kako Co., Ltd.), April 9, 1973 (09. 04. 73) & DE, 2226474, A	1 - 17
Y	JP, 48-28486, A (Kakenyaku Kako Co., Ltd.), April 14, 1973 (14. 04. 73)(Family: none)	1 - 17

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
September 19, 1996 (19. 09. 96)	October 1, 1996 (01. 10. 96)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ９６／０１７９９

A.　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Ｉｎｔ．Ｃｌ°　Ｃ０７Ｄ２５１／１８，４０５／１２，Ａ０１Ｎ４３／６８

B.　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Ｉｎｔ．Ｃｌ°　Ｃ０７Ｄ２５１／１８，４０５／１２，Ａ０１Ｎ４３／６８

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

ＣＡＳ　ＯＮＬＩＮＥ

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
Ｙ	ＪＰ，６３－５１３７９，Ａ（出光興産株式会社）、４．３月．１９８８（０４．０３．８８）（ファミリーなし）	１－１８
Ｙ	ＪＰ，６３－２３８０７１，Ａ（出光興産株式会社）、４．１０月．１９８８（０４．１０．８８）（ファミリーなし）	１－１８
Ｙ	ＪＰ，４８－２６７８６，Ａ（科研薬化工業株式会社）、９．４月．１９７３（０９．０４．７３）＆ＤＥ，２２２６４７４，Ａ	１－１７
Ｙ	ＪＰ，４８－２８４８６，Ａ（科研薬化工業株式会社）、１４．４月．１９７３（１４．０４．７３）（ファミリーなし）	１－１７

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
１９．０９．９６	０１．１０．９６

国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官（権限のある職員）	４Ｃ	７０１９
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	佐野整博　印		
	電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４５２		