



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 90106560.9

[51]Int.Cl⁵

A01N 43 / 54

[45]授权公告日 1995 年 4 月 5 日

[24]颁证日 95.1.22

[21]申请号 90106560.9

[22]申请日 90.7.31

[30]优先权

[32]89.7.31 [33]GB[31]8917476.7

[73]专利权人 国际壳牌研究有限公司

地址 荷兰海牙

[72]发明人 大卫·菲利浦·阿斯特莱思

安德留·福劳得

A01N 43 / 66

特里弗·威廉姆·牛顿

C07D239 / 34 C07D251 / 30

大卫·卡鲁姆·汉特

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商

标事务所

代理人 王 杰

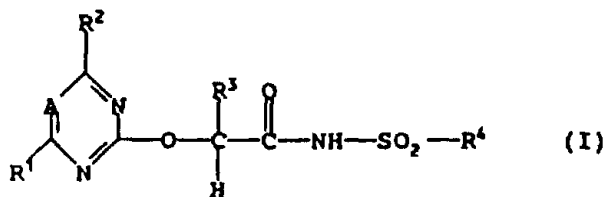
说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 用作除草剂的氨磺酰组合物

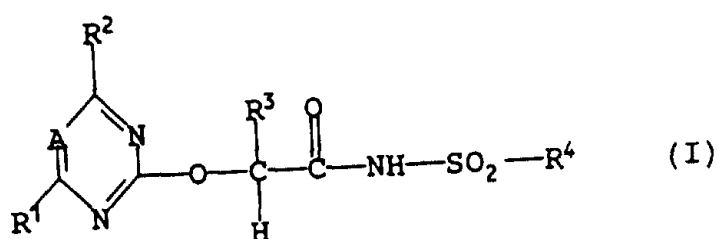
[57]摘要

一种下式所示的化合物及其制备方法与作为除草剂的应用。



权 利 要 求 书

1. 一种除草组合物，其中含有 0.5—95% (重量) 的通式 (I) 所示的化合物或其盐以及至少一种载体，



其中 A 代表氮原子或 CH 基团；

R^1 和 R^2 分别代表氟原子或 C_{1-4} 烷基或 C_{1-4} 烷氧基；

R^3 代表氢原子或 C_{1-6} 烷基，苯基或苄基；

R^4 代表 C_{1-6} 烷基，苄基，噻吩基或苯基，

其中 R^4 代表的每一个基团可不被取代，或被相同或不同的一种或二种下述基团取代，卤原子，硝基， C_{1-4} 烷基， C_{1-4} 卤代烷基， C_{1-4} 卤代烷氧基，羧基，(C_{1-4} 烷氧基)羰基。

2. 权利要求 1 所述的组合物，其中 A 代表 CH 基； R^1 和 R^2 相同并各自代表甲基或甲氧基； R^3 代表氢原子， C_{1-4} 烷基或苯基；和

R^4 代表 C_{1-4} 烷基或苯基，其中 R^4 代表的每一个基团可不被取代或被氟，氯或溴原子或硝基，甲基，三氟甲基，三氟甲氧基，或甲氧羰基取代。

3. 权利要求 1 或 2 所述的组合物的应用，其特征在于使用该组合物抑制不需要的植物的生长。

说明书

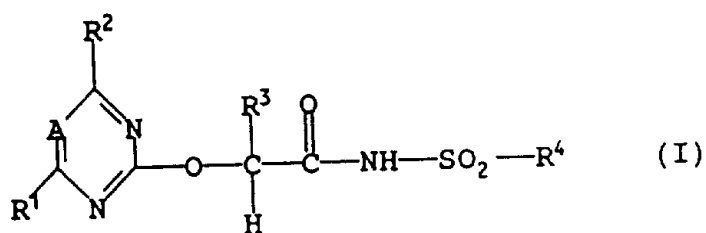
用作除草剂的氨磺酰组合物

本发明涉及氨磺酰衍生物及其制备方法与作为除草剂的用途。

氨磺酰化合物的生物活性属于公知内容。特定种类的氨磺酰衍生物适用作除草剂，而其它种类则适用作抗菌素。

目前业已发现具备适用除草特性、其结构特殊的一类氨磺酰衍生物。

本发明提供下列通式所示的化合物或其盐



其中

A代表氮原子或基团 CR^5 ；

R^1 、 R^2 和 R^5 各自分别代表氢或卤素原子、甲酰基、氰基、羧基或叠氮基、或者视具体情况被取代的烷基、烯基、炔基、环烷基、烷氧基、烯氧基、炔氧基、芳氧基、烷硫基、烯硫基、炔硫基、芳硫基、烷基羰基、烷氧羰基、氨基、氨氧基或二烷基亚氨氧基；

R^3 代表氢原子、或视具体情况而被取代的烷基、烯基、炔基、环烷基、杂环基、芳烷基或芳基；

R^4 代表视具体情况被取代的烷基、芳烷基、芳基或杂环基；

可以选用直链或支链烷基、烯基或炔基。烷基通常含有 1—12 个碳原子，以含有 1—6 个为佳，尤其是以含有 1—4 个碳原子为佳。烯基和炔基的含碳原子数适宜为 2—12，以 2—6 为佳，尤以 2—4 为佳。环烷基适宜为 3—8 元碳环。

芳基或芳烷基、芳氧基或芳硫基中的芳基部分可以是 C_{6-10} 单环或稠合碳环体系。芳基适宜含有单环体系并且以苯环为佳。

杂环基适宜为单环体系或者饱和或不饱和稠环体系，其原子数适宜为 5—10，以 5 或 6 为佳，其中 1—3 个环原子选自氧、氮和硫原子。

R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 和 R^5 所示基团可以是未被取代或被取代的。其取代基可以是常用于改善和/或开发农药的任意一种，尤其是能够保持或促进本发明化合物的除草活性、对其作用的持久性、土壤或植物的渗透性或者除草化合物任何其它必要特性产生影响的取代基。在每一个上述基团中可以存在一种或多种相同或不同的取代基。

烷基、烯基、炔基、烷氧基、烯氧基、炔氧基、烷硫基、烯硫基、炔硫基、烷基羰基、烷氧羰基或芳烷基中的烷基部分上视具体情况存在的取代基可以分别选自一种或多种下列基团：卤素原子、烷氧基、烯氧基、芳氧基、羟基、烷硫基、芳硫基、芳基、烷基磺酰基、烷基亚磺酰基、亚烷基二氧、亚烷基二硫、卤代烷基和烷氧羰基、杂环基和二烷基亚氨基、视具体情况而被取代的氨基、三烷基甲硅烷基、烷基羰基、芳基羰基、烷氧羰基、羧基、氰基、氰

硫基和视具体情况而被取代的氨基羰基。

芳基、环烷基、芳氧基或芳硫基、杂环基或芳烷基上的芳基部分上视具体情况可存在的取代基可以分别选自一种或多种下列基团：卤素原子与硝基、氰基、烷基、卤代烷基、烷氧基、卤代烷氧基、烷硫基、烷基磺酰基、一或二烷基亚磺酰氨基、芳氧基、羧基、烷氧羰基和芳烷氧羰基。

氨基或者氨基氧基或氨基羰基中氨基部上视具体情况而存在的取代基可以适宜地分别选自烷基、烯基、芳基、烷氧基、氨基、一或二烷基氨基、芳基氨基、烷氧基烷基、卤代烷基、羟基、羟基烷基、氰基、羧基烷基或烷基羰基氨基，或者氨基构成杂环的一部分。

本发明的适宜盐类为通式 I 化合物的农业化学可接受的盐类。可以借助传统的方法由无机或有机阳离子形成盐类。这类盐适宜地包括含有由诸如钠、钾、钙和镁之类碱金属与碱土金属以及由诸如铜之类过渡金属衍生的无机阳离子的盐类、含有诸如烷基铵和烷基铕阳离子之类有机阳离子的盐类。

当取代基或取代基中某一部分为烷基时，则该烷基以含有 1 - 4 个碳原子为佳，尤以含有 1 或 2 个碳原子为佳。适宜的卤代烷基或卤代烷氧基含有 1 - 3 个卤素原子；优选的卤代烷基为三氟甲基，优选的卤代烷氧基为三氟甲氧基。作为适宜的取代基，烯基部分含有 2 - 4 个碳原子。作为取代基的芳基以苯基为佳。作为取代基的卤素原子适宜为氟、氯或溴。

A 以氮原子或基团 CH 为佳。

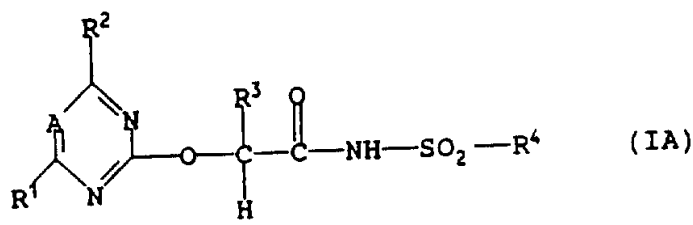
基团 R¹ 和 R² 的适宜实例包括 C₁₋₄ 烷基和 C₁₋₄ 烷氧基。

R¹ 和 R² 以分别选自甲基和甲氧基为佳。

基团 R³ 的适宜实例包括氢、视具体情况被取代的 C₁₋₆ 烷基、C₂₋₆ 烯基、C₂₋₆ 炔基、C₃₋₆ 环烷基、苯 C₁₋₄ 烷基、适宜的苄基和苯基，以及 5 或 6 元杂环。优选的基团 R³ 选自氢原子、C₁₋₄ 烷基和苯基。

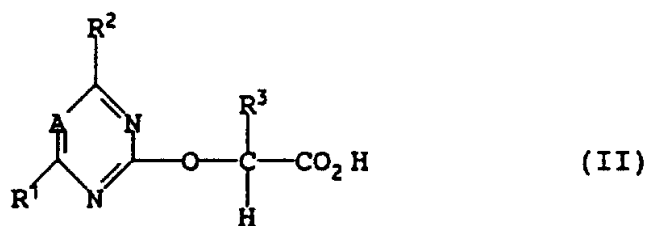
适宜的基团 R⁴ 为 C₁₋₆ 烷基或者视具体情况而被取代的苯基或苄基或噻吩基。R⁴ 以 C₁₋₄ 烷基为佳，尤以甲基、未被取代的苯基或者被一种或多种（最好是一种或二种）选自下列基团的不同取代基所取代的苯基为佳：卤素原子、硝基、C₁₋₄ 烷基、C₁₋₄ 卤代烷基、C₁₋₄ 卤代烷氧基、羧基和（C₁₋₄ 烷氧基）羰基，特别优选的取代基为氟、氯、溴、硝基、甲基、三氟甲基、三氟甲氧基和甲氧基羰基。

其中 R³ 不为氢原子的本发明化合物以具有不对称碳原子并且因而以不同的立体异构体的形式存在为宜。因此，本发明包括所有通式 I 所示化合物的单独异构体形式及其以任意比例形成的混合物。所以，本发明包括通式 I A 所示、其中 R¹、R²、R⁴ 和 A 如上所限定而 R³ 不为氢原子的化合物的 R- 和 S- 对映体及其混合物。

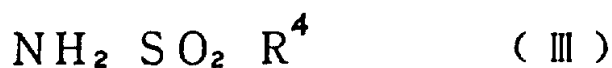


本发明还提供制备本发明化合物的方法，其中包括：

(a) 使通式 I I 所示的化合物或者相应的酯、酰基氯或酸酐与通式 (III) 所示的化合物或其盐，必要的话，在羧基活化剂存在下反应，



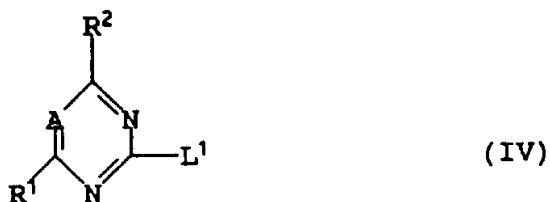
式中 A、R¹、R² 和 R³ 如上所限定



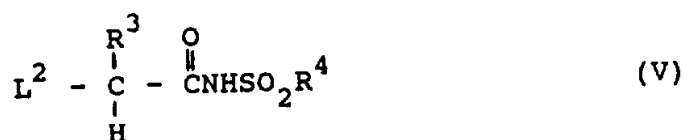
式中 R⁴ 如上所限定，

或者

(b) 使通式 (V) 所示的化合物



式中 A、R¹ 和 R² 如上所限定，L¹ 代表离去基团，与通式 (V) 所示化合物的二盐反应



式中 R³ 和 R⁴ 如上所限定，L² 代表羟基，

必要的话，将所形成的化合物转化为本发明的任意一种其它化合物。

离去基团可以是任意一种在反应条件下能够从起始物上解离下来从而促进反应在特定部位上发生的基团。

通式 I V 所示化合物的的离去基团适宜为卤素原子，例如溴、氯或碘原子，具体地说，嘧啶原料上的离去基团为烷基磺酰基如甲磺酰基。

适宜的化合物 V 的二盐为二（碱金属）盐，以二钠盐为佳。

方法（a）适宜在室温或升温（高于 20℃ 的温度）下进行。进行该反应的优选温度范围为 20—80℃；特别适宜的反应温度范围为 20—50℃。举例来说，反应物 I I 与 III 的摩尔比取值范围为 1.0—5.0，以 1.0—2.5 为佳。

反应（a）适宜在诸如烃溶剂如苯或甲苯、氯代烃如二氯甲烷或氯仿、醇类如甲醇或乙醇、醚类如乙醚、四氢呋喃、1,4-二噁烷、酮类如丙酮或丁酮、酯类如乙酸乙酯、非质子传递极性溶剂如二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺或二甲亚砷或者腈类如乙腈之类惰性有机溶剂中进行。

反应（a）以在诸如三乙胺之类叔胺存在下进行为佳。其它适宜的叔胺包括吡啶和 1,8-二氮杂双环（5,4,0）十一碳-7-烯。

当反应物 I I 以游离羧酸的形式存在时，其中羧基需要被活化以便进行该反应。适宜的羧基活化剂包括碘化 2-氯-N-甲基吡啶鎓、二环己基碳化二亚胺和羰基二咪唑。适宜的酸性反应物 II 通过在添加反应物 III 之前于惰性有机溶剂存在下并且在 20℃—混合物的回流温度这一温度范围内及其它室温或升温条件下采用羧基活化剂而被活化，必要的话，在此期间存在有叔胺。

方法（b）适宜在室温至反应介质的回流温度下进行，以在

100–150℃ 的温度范围为佳，举例来说，在 120℃ 下进行。反应物 IV 与 V 的摩尔比取值范围适宜为 1.0–2.5。

在反应 (b) 中，通过碱金属如金属钠或钾的作用、或者按照传统方式通过强碱如碱金属氢化物，例如氢化钠或氢化钾，碱土金属氢化物，例如氢化钙，碱金属醇盐，例如叔丁醇钾，或碱金属氢氧化物，例如氢氧化钠或氢氧化钾的作用便可以适宜地由其中 L^2 的羟基的化合物 V 制备二盐。由羟基化合物 V 转化为二盐的过程适宜就地完成。

反应 (b) 适宜在溶剂存在下进行，举例来说，典型的溶剂如方法 (a) 所述。

由方法 (a) 或 (b) 获得的通式 I 所示化合物可以借助本领域公知的方法而被转化为其它通式 I 所示的化合物，只是需要注意确保氨基磺酰基不受影响。因此，举例来说，其中 R^1 和 / 或 R^2 代表卤素原子、适宜地为氯原子的通式 I 所示化合物可以通过亲核取代而被转化为其它衍生物，例如与两当量诸如二甲胺之类的胺发生反应从而产生其中 R^1 和 / 或 R^2 为取代氨基的相应的通式 I 所示化合物。同样地，其中 R^1 和 / 或 R^2 代表卤素原子的通式 I 所示化合物可以与两当量诸如甲基硫醇钠之类烷基硫有机金属化合物反应从而产生相应的其中 R^1 和 / 或 R^2 代表诸如甲基硫之类烷基硫基的通式 I 所示化合物，或者被氢化成为相应的其中 R^1 和 / 或 R^2 为氢原子的化合物。

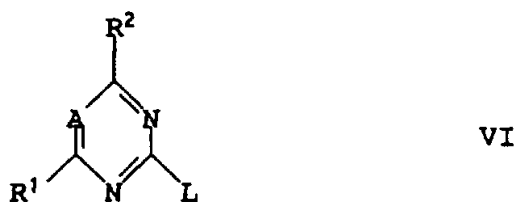
可以选用适宜的传统工艺完成酸和盐的转化反应。

可以采用立体有择反应或借助传统的拆分技术获得单一对映

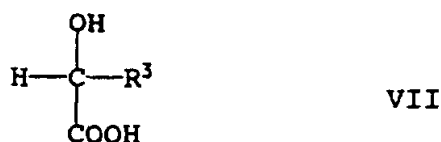
体。

必要的话，可以采用传统的工艺分离和提纯所制得的本发明化合物。

欧洲专利申请No. 90201334.1介绍了通式II所示适宜的原料羧酸及其酯以及它们的制备方法。因此可以通过使通式VI所示的化合物与通式VII所示的化合物或其酯反应制备通式II所示的原料羧酸或其酯类



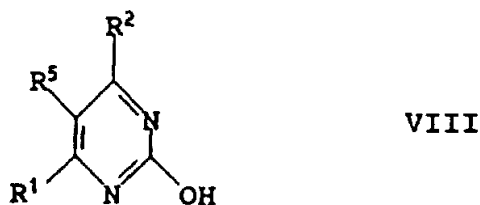
式中R¹、R²和A如上所限定，L代表离去基团，例如卤原子或烷基磺酰基，



式中R³如上所限定

或者

可以通过使通式VIII所示的化合物（最好是）与通式IX所示化合物的酯反应制备其中A代表C R⁵的化合物



式中R¹、R²、和R⁵如上所限定



式中R³如上所限定，而X代表离去基团，例如卤原子或磺酰氧基，

必要的话，还要将所形成的酯转化为另一种酯或相应的酸，或者将酸转化为另一种酸或酯。酰氯与酸酐衍生物可以由式 I I 所示化合物借助标准技术而制得。

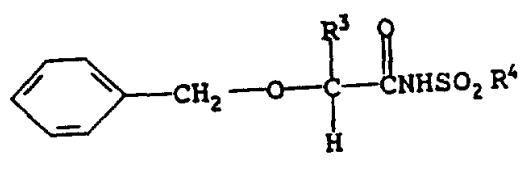
通式 III 所示的反应物可以是已知的或者可以采用文献所述的技术制备。

通式 IV 和 VI 所示的原料三嗪化合物（即其中 A 为氮原子）可以是已知的或者可以采用文献所述的技术制备。举例来说，这类化合物可以由 2, 4, 6-三氯三嗪借助下列方法制备：Dudley 等人，J. Am. Chem. Soc., 73, 2986, (1951), Koopman 等人，Rec. Trav. Chim., 79, 83, (1960), Hirt 等人，Helv. Chim. Acta, 33, 1365, (1950) Kobe 等人，Monatsh. Chem., 101, 724 (1970) 和 Ross 等人的美国专利说明书

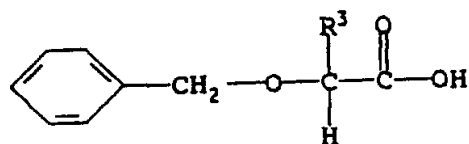
No. 3316263.

可以借助传统工艺例如在D. J. Brown, Interscience 于1962所编写的《杂环化合物》16“嘧啶”中所述方法制备通式IV和VIII所示的原料嘧啶。

通式V所示的化合物可以通过加氢反应、适宜选用与铂一或铂一碳催化剂相结合的气体氢由相应的下式所示苄氧衍生物来制备：



该苄氧基衍生物可以按照与上述反应(a)相似的方式通过适宜的下式所示2-苄氧羧酸或其活性衍生物与上述通式III所示化合物或其盐反应来制备。



通式VII所示的化合物可以是已知的或者可以借助传统方法制备。举例来说，其中R³代表芳基的化合物可以通过分别用碘化锌或亚硫酸氢钠处理具有诸如氰化钾或三甲硅氰化物之类适宜氰化物的相应的醛R³CHO随后将氰基取代基转化为酸基来制备，例如参见Schnur和Morville, J. Med. Chem. 29, 770 (1986)和美国专利说明书No. 4537623。举例来说，借助Kolsa与Miller, J. Org. Chem. 52, 4978, (1987)所述的方法以具有二段

转化率的适宜的氨基酸为原料可以制备其中R³代表烷基的化合物。

通式 I X 所示的化合物可以借助传统工艺例如 Epstein 等人在 J. Med. Chem., 24, 481, (1981) 中所述的方法卤化相应的化合物来制备。

业已发现通式 I 所示的化合物作为除草剂能够在芽前与芽后对于不需要的物种产生宽范围的令人感兴趣的除草活性。

因此，本发明提供含有本发明化合物与载体的除草组合物。

本发明组合物中以至少含有两种载体而其中至少一种为表面活性剂为佳。

本发明还提供本发明化合物作为除草剂的用途。

此外，本发明提供一种通过用本发明化合物或组合物处理场所从而抑制不需要的植物在该场所生长的方法。举例来说，该场所可以是作物田中的土壤或植物。向场所施用的过程可以在芽前或芽后进行。举例来说，活性组分的用量为 0.01—10 kg/公顷，以 0.05—5 kg/公顷为佳。

本发明组合物中的载体是能够使配制成的活性组分便于施用到待处理场所的任何材料，例如，它可以是植物、种子或土壤，或者是便于贮存、运输或处理的材料。载体可以是固体或液体，其中包括通常为气体但是又可以被压缩成液体的材料以及任何通常被用于配制除草组合物的载体。本发明组合物以含有 0.5—95% (重) 活性组分为佳。

适宜的固体载体包括天然的与合成的陶土和硅酸盐，例如天然

的二氧化硅如硅藻土，硅酸镁如滑石，硅酸铝镁如绿坡缕石和蛭石，硅酸铝如高岭土、蒙脱石和云母，碳酸钙，硫酸钙，硫酸铵，合成的水合氧化硅和合成的硅酸钙或硅酸铝，单质如碳与硫，天然与合成树脂如苯并呋喃树脂、聚氯乙烯和苯乙烯聚合物和共聚物，固体聚氯酚，沥青，石蜡和固体肥料如过磷酸钙。

适宜的液体载体包括水、诸如异丙醇和乙二醇之类的醇类、诸如丙酮、丁酮、甲基异丁基酮和环己酮之类的酮类、醚类、诸如甲苯、苯和二甲苯之类的芳族或芳基脂族烃类、诸如煤油和轻油之类的石油馏分、诸如四氯化碳、全氯乙烯和三氯乙烷之类的氯代烃。由不同液体形成的混合物通常是适宜的。

农用组合物通常被配制成浓缩形式以便进行运输，随后于施用之前由用户将其稀释。作为表面活性剂存在的少量载体有助稀释过程的进行。因此，本发明组合物中以至少有一种载体为表面活性剂为佳。举例来说，该组合物可以含有至少两种载体，其中至少一种为表面活性剂。

表面活性剂可以是乳化剂、分散剂或润湿剂，可以是非离子型或离子型物质，适宜的表面活性剂的实例包括聚丙烯酸和木素磺酸的钠盐或钙盐，含有至少 12 个碳原子的脂肪酸或脂族胺或酰胺与环氧乙烷和/或环氧丙烷的缩合产物，甘油、山梨醇、蔗糖或季戊四醇的脂肪酸酯，这些物质与环氧乙烷和/或环氧丙烷的缩合产物，脂肪醇或烷基酚如对辛基酚或对辛基甲酚与环氧乙烷和/或环氧丙烷的缩合产物，这些缩合产物的硫酸盐或磺酸盐，含有至少 10 个碳原子的磺酸或硫酸酯的碱金属或碱土金属盐、其中以钠盐

为佳，例如十二烷基硫酸钠、仲烷基硫酸钠、磺化蓖麻油的钠盐和诸如十二烷基苯磺酸钠之类的烷芳基磺酸钠，以及环氧乙烷和环氧丙烷的共聚物和环氧乙烷的聚合物。

本发明组合物还含有其它活性组分，例如具备杀虫或杀菌特性的化合物或其它除草剂。

下列实施例供描述本发明之用。

实施例 1

2-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)氧-N-苯基磺酰基丙酰胺

(a) 2-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)氧丙酸甲酯

将处于 500 ml 丙酮之中的 2-羟基-4,6-二甲基嘧啶 (37.1 g, 0.299 mol) 加热至接近回流状态。随后借助滴液漏斗迅速地加入 50 g (0.299 mol) 2-溴丙酸甲酯并且分批添加碳酸钾 (41.3 g, 0.299 mol)。将该混合物回流过夜。滤除白色沉淀后，蒸除滤液中的丙酮并且借助闪蒸色谱法提纯液体产物粗品。获得 19.6 g (0.093 mol) 呈浅黄色油状目的产物。

产率：31% (重)

NMR δ (CDCl₃): 6.57(1H,s), 5.17(1H,q), 3.60(3H,s),
2.25 (6H,s), 1.51 (3H,s) ppm

(b) 2-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)氧丙酸

将 (a) 的产物 (16.76 g, 0.0798 mol) 溶于大约 150 ml 甲醇之中, 将大约 150 ml 10% (重) 氢氧化钠在搅拌条件下加入。于室温下经过 30 分钟后, 蒸除甲醇并且用 10% (重) 盐酸 (PH 2) 处理剩下的混合物。过滤分离由溶液中沉淀出的白色固体产物。通过用乙醚研制来进一步提纯该固体。干燥后, 由此得到的所需产物的总产率约为 100% (重), 得到 16.06 g (0.082 mol) 标题化合物。其熔点为 117 °C。

(c) 2 - (4, 6 - 二甲基嘧啶 - 2 - 基) 氧 - N - 苯基磺酰基丙酰胺

将三乙胺 (2.84 g, 0.028 mol) 加至处于无水乙腈 (100 ml) 之中的 2.00 g (0.0102 mol) (b) 的产物之中, 随后在 50 °C 下加入 3.00 g (0.0118 mol) 碘化 2 - 氯 - N - 甲基吡啶。在 50 °C 下将该混合物搅拌 30 分钟, 随后添加 3.32 g (0.0212 mol) 苯磺酰胺和 1.42 g (0.014 mol) 三乙胺并且在 50 °C 下继续将其搅拌 30 分钟。使混合物冷却至室温 (约 20 °C), 随后将其放置过夜, 并且在此期间不断地进行搅拌。蒸除乙腈, 加入 50 ml 水, 将混合物酸化至 PH 为 2, 加入 50 ml 乙醚并且将溶液剧烈地搅拌 1 小时。过滤并干燥所形成的米色固体目的产物。

获得 2.13 g 标题化合物, 产率为 62% (重), 熔点为 188 °C。

元素分析(%)

理论值: C 53.7 H 5.1 N 12.5

实测值: C 53.8 H 5.1 N 12.4

实施例 2-27

按照类似于以上实施例 1 所述的方法制备通式 I 所示的下列化合物。下列表 1 给出了分析及物理数据。表中打星号的熔点代表“分解”。实施例 12、11 和 15 所要求的核磁共振检测法于 d₆-丙酮中而不是在氘氯仿(CDCl₃)中进行。

表 I

实例编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)		NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或	理论值	实测值
							C	H			
1	CH	CH ₃	CH ₃	H	C ₆ H ₅	194.5	52.3	4.7	52.3	4.7	13.1
1	CH	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₆ H ₅	177.5	52.3	4.6	52.3	4.6	13.2
6	CH	CH ₃	CH ₃	H	(2-Cl)C ₆ H ₄	oil	55.0	5.4	55.0	5.4	12.0
1	CH	CH ₃	CH ₃	H	(2-Cl)C ₆ H ₄	oil	54.9	5.7	54.9	5.7	12.0
							2.24	(6H,s), 4.77	(2H,s), 5.75	(1H,s), 7.25	
							6.55	(1H,s), 7.25	(2H,m), 7.42	(1H,m), 8.00	
5	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-Cl)C ₆ H ₄	188.5*	48.7	4.3	48.7	4.3	11.4
							48.9	4.6	48.9	4.6	11.4
6	CH	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	(2-Cl)C ₆ H ₄	191.8*	50.1	4.7	50.1	4.7	10.95
							49.7	4.8	49.7	4.8	10.8

表 I (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或
							C	H	N	
7	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄	134.0	1.55(3H,d), 2.23 (6H,s), 3.84(3H,s), 5.22(1H,q), 6.65 (1H,s), 7.66(3H,m), 8.33(1H,m), 9.5 (1H,broad)	1.56(3H,d), 2.31 (6H,s), 5.39(1H,q), 6.64 (1H,s), 7.3(2H,m), 8.05 (1H,m)	48.7 4.3 11.4 48.7 4.6 11.5	
8	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2,5-diCl)C ₆ H ₃	oil				
9	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(3-Cl)C ₆ H ₄	184.0				

表 I (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或 理论值
							C	H	N	
10	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-NO ₂)C ₆ H ₄	174.5	47.4	4.2	14.7	47.4 47.4
11	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2,6-diCl)C ₆ H ₃	168.5	1.48	4.4	14.8	1.48(3H,d), 2.24 (6H,s), 5.20(1H,q), 6.74(1H,s), 7.47 (3H,m)
12	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2,3-diCl)C ₆ H ₃	172.0	1.47	2.20	2.20	1.47(3H,d), 2.20 (6H,s), 5.14(1H,q), 6.73(1H,s), 7.45 (1H,t), 7.75(1H,d), 8.12(1H,d)

表 I (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%) 理论值, 实测值			NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或
							C	H	N	
13	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(4-Cl)C ₆ H ₄	75.0	1.48(3H,d), 2.30 (6H,s), 5.36(1H,q), 6.67(1H,s), 7.40 (2H,m), 7.88(2H,m)			1.54(3H,d), 2.35 (6H,s), 5.42(1H,q), 6.75(1H,s), 7.76 (1H,t), 8.46(2H,q), 8.80(1H,s)
14	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(3-NO ₂)C ₆ H ₄	165.0*				1.41(3H,d), 2.16 (6H,s), 5.12(1H,q), 6.68(1H,s), 8.10 (2H,d), 8.26(2H,d)
15	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(4-NO ₂)C ₆ H ₄	150.0				

表 I (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%) 理论值 实测值			NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或
							C	H	N	
1 2 3 4	16	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-CH ₃)C ₆ H ₄	206.0	55.0	5.5	12.0	
	17	CH	CH ₃	CH ₃	(2-CF ₃)C ₆ H ₄	105.0	55.0	5.5	11.9	
	18	CH	CH ₃	CH ₃	(2-F)C ₆ H ₄	198.0	47.6	4.0	10.4	
	19	CH	CH ₃	CH ₃	(2-Br)C ₆ H ₄	89.0	47.5	4.0	10.3	
20		CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-OCF ₃)C ₆ H ₄	155.0	51.0	4.5	11.9	
		CH	CH ₃	CH ₃			50.2	4.6	11.6	
							1.4 (3H, d)	2.2		
							(6H, s), 5.05 (1H, q),			
							6.8 (1H, s), 7.4-8.1			
							(4H, m), 12.9			
							(1H, s 宽峰)			
							45.8	3.8	10.0	
							45.4	3.7	9.9	

表 I (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔 点 (°C)	元素分析 (%)			NMR δ (CDCl ₃)/ppm 或
							C	H	N	
21	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(3-CH ₃)C ₆ H ₄	189.5	55.0	5.4	12.0	
22	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	159.5	54.7	5.7	11.7	
23	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	CH ₃	152.5	43.9	5.5	15.4	
24	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	176.0	43.1	5.5	14.4	
25	CH	CH ₃	CH ₃	iC ₃ H ₇	C ₆ H ₅	128.0	49.0	4.7	11.4	
26	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄ (R)	137.3	48.3	4.7	11.1	
27	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₃	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄ (S)	130.5	55.9	4.5	9.8	
							56.0	4.7	9.9	
							56.2	5.8	11.6	
							55.9	5.8	11.2	
							51.9	4.8	10.7	
							52.4	5.1	10.9	
							51.0	4.8	10.7	
							52.3	5.3	10.7	

实施例 28

2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氧-N-(甲基磺酰)丙酰胺

在室温(约 20 °C)下将上述实施例 1(b)制备的 2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氧丙酸(2.28 g, 0.01 mol)溶于四氢呋喃(30 ml)并且将此溶液加至 1,1-羰基二咪唑(1.70 g, 0.0105 mol)于无水四氢呋喃(130 ml)的溶液中。将该溶液回流 0.5 小时并且使其冷却。将甲基磺酰胺(0.95 g, 0.01 mol)一次全部加入该混合物并且将其搅拌 15 分钟,随后在室温(约 20 °C)下滴加处于四氢呋喃(30 ml)中的 1,8-二氮杂环(5,4,0)十一碳-7-烯(1.52 g, 0.01 mol)。短时间之后脱除四氢呋喃并且用 1M 盐酸溶液酸化残余物。用氯仿萃取产物,用水洗涤并干燥。脱除溶剂并用硅胶提纯产物,经过 3%(体积)甲醇/氯仿洗提得到固体标题化合物(1.79 g)。

产率: 50%(重量), 熔点: 178 °C。

元素分析: (%)

理论值: C 39.4 H 4.9 N 13.8

实测值: C 38.5 H 4.8 N 13.0

实施例 29-59

按照相似于实施例 28 所述的方法制备通式 I 所示的其它化合物。详细情况如下列表 I I 所示。

表 II

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)		理论值 实测值
							C	H	
I	29	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	C ₂ H ₅	157.0-158.0	50.4	5.0	11.0
	30	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	iC ₃ H ₇	168.0-168.5	51.7	5.3	10.6
	31	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄	189.0	54.2	4.3	8.6
ω	32	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	nC ₄ H ₉	153.0-154.0	52.8	5.6	10.3
	33	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	CH ₂ C ₆ H ₅	170.0	56.9	4.8	9.5
I	34	CH	OCH ₃	C ₆ H ₅	(2-Cl)C ₆ H ₄	156.0-157.0	51.8	3.9	9.1
	35	CH	OCH ₃	CH ₂ C ₆ H ₅	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄	146.0	55.1	4.6	8.4
							55.5	4.8	8.7

NMR δ(d₆-丙酮)
ppm

表 II (续)

买施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			N
							C	H	N	
36	CH	OCH ₃	OCH ₃	CH ₂ C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	179.0-181.0	56.9	4.8	9.5	
37	CH	OCH ₃	OCH ₃	CH ₂ C ₆ H ₅	CH ₃	147.0-148.0	56.5	4.3	9.3	
38	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	(4-CH ₃)C ₆ H ₄	165.0	50.4	5.0	11.0	
39	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	(4-NO ₂)C ₆ H ₄	169.0	50.8	5.2	11.3	
40	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	(4-Cl)C ₆ H ₄	166.0	56.9	4.8	9.5	
							56.3	4.8	9.6	
							50.6	3.8	11.8	
							49.0	4.3	11.5	
							37.5(6H,s),	5.61(1H,s),		
							5.88(1H,s),	7.28(3H,m),		
							7.30(2H,d),	7.57(2H,d),		
							7.64(2H,d)			

1
2
4
1

表 II (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			理论值
							C	H	N	
41	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₂ C ₆ H ₅	CH ₃	96.0-98.0	55.0	5.5	12.0	
42	CH	CH ₃	CH ₃	CH ₂ C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	150.0	54.6	5.4	11.8	
43	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₃ H ₇	CH ₃	187.0	61.3	5.1	10.2	
44	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₃ H ₇	C ₆ H ₅	169.0-171.0	61.1	5.2	9.9	
45	N	OCH ₃	OCH ₃	iC ₃ H ₇	C ₆ H ₅	162.1	43.3	5.7	12.6	
46	CH	OCH ₃	OCH ₃	tC ₄ H ₉	CH ₃	153.0-154.0	44.2	5.7	12.2	
47	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₄ H ₉	CH ₃	163.0	51.7	5.3	10.6	
							51.6	5.3	10.7	
							48.5	5.1	14.1	
							49.7	5.3	14.1	
							45.0	6.1	12.1	
							45.0	6.1	12.2	
							45.0	6.1	12.1	
							45.4	6.2	12.4	

1
2
3
1

表 II (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			理论值
							C	H	N	
48	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₄ H ₉	C ₆ H ₅	53.0-55.0	52.8	5.6	10.3	
49	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₄ H ₉	(4-OCF ₃)C ₆ H ₄	129.0-130.0	53.2	5.9	9.9	
50	CH	OCH ₃	OCH ₃	nC ₄ H ₉	CH ₃	167.0-168.0	46.3	4.5	8.5	
51	CH	OCH ₃	OCH ₃	nC ₄ H ₉	C ₆ H ₅	126.0-128.0	46.2	4.5	8.6	
52	CH	OCH ₃	OCH ₃	nC ₄ H ₉	(2-CO ₂ CH ₃)C ₆ H ₄	137.0	45.0	6.1	12.1	
53	CH	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	167.0-169.0	44.8	5.7	11.8	
54	CH	OCH ₃	OCH ₃	iC ₃ H ₇	C ₂ H ₅	158.0	52.8	5.6	10.3	
							52.3	5.5	10.3	
							51.4	5.4	9.0	
							51.4	5.4	9.0	
							46.0	5.9	14.6	
							45.3	5.8	14.3	
							45.0	6.1	12.1	
							45.4	6.1	12.2	

表 II (续)

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%)			NMR δ (d ₆ -丙酮) ppm	理论值
							C	H	N		
55	CH	OCH ₃	OCH ₃	nC ₄ H ₉	iC ₃ H ₇	134.0	48.0	6.7	6.7	11.2	
56	CH	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	nC ₄ H ₉	143.0-145.0	48.1	6.7	6.7	11.0	
57	N	OCH ₃	OCH ₃	tC ₄ H ₉	CH ₃	153.5	45.0	6.1	6.1	12.1	
58	CH	OCH ₃	OCH ₃	tC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉	132.0	46.2	6.4	6.4	11.2	
59	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅		155.0	41.3	5.7	5.7	16.1	
							41.9	6.2	6.2	16.1	
							49.4	7.0	7.0	10.8	
							49.7	7.1	7.1	11.0	
							49.7	3.9	3.9	9.7	
							49.9	3.9	3.9	9.6	

1 27 1

实施例 6 0

2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氧-N-苯基磺酰基丙酰胺

将 0.12 g (0.0048 mol) 氢氧化钠于室温 (约 20 °C) 下加至磺酰基磺酰胺 $\text{HO}(\text{CH}_3)\text{CONHSO}_2\text{C}_6\text{H}_5$ (0.50 g, 0.0022 mol, 处于 50 ml 二甲基甲酰胺中) 并且在干燥气氛中将其搅拌 40 分钟。然后添加 0.5 g (0.0022 mol) 4,6-二甲氧基-2-甲磺酰基嘧啶, 这样便产生泡腾现象。将反应混合物加热至 120 °C 并且在此温度保持 1 小时。此后, 蒸除二甲基甲酰胺, 用水稀释剩余的液体并且将其酸化至 $\text{PH} = 2$, 随后用乙醚萃取产物。经过干燥与浓缩, 借助闪蒸柱色谱法采用 5% (体积) 甲醇/氯仿进行提纯得到褐色油状标题化合物 (0.23 g, 0.0006 mol)。

产率: 28% (重)

元素分析 (%)

理论值: C 49.0 H 4.6 N 11.4

实测值: C 48.1 H 5.0 N 11.0

实施例 6 1

2-(4,6-二甲氧基三嗪-2-基)氧-N-苯基磺酰基丙酰胺

将 2-羟基-N-苯基磺酰基丙酰胺 (1.50 g, 0.0066 mol) 溶于无水二噁烷中。于室温下加入氢氧化钠并

且将该混合物搅拌 1 小时。将该溶液加热至 50 °C，历时 20 分钟。将 2-氯-4,6-二甲氧基三嗪 (1.15 g, 0.0066 mol) 加至二钠盐的溶液中并且将该混合物回流 2 小时。

蒸除二噁烷并且将残余物溶于水中，用乙酸乙酯进行萃取。随后将水层酸化至 PH=2，用乙酸乙酯萃取。用 MgSO₄ 干燥萃取液并且蒸除溶剂，得到黄色油状标题化合物 (0.83 g, 0.0023 mol)。

产率：34% (重)

实施例 62-66

按照类似于实施例 61 所述的方法制备通式 I 所示的其它化合物。其详细情况如下列表 III 所示。

表 III

NMR δ (d₆-丙酮) / ppm

实施例 编号	A	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	熔点 (°C)	元素分析 (%) 理论值, 实测值	C	H	N
62	CH	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	195.0		60.5	4.8	10.6
63	CH	OCH ₃	Cl	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	198.0		60.1	5.1	10.3
64	CH	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	CH ₃	115.0-140.0		52.6	3.7	9.7
65	CH	OCH ₃	Cl	C ₆ H ₅	CH ₃	133.0-135.0		52.1	4.0	9.5
66	N	OCH ₃	OCH ₃	C ₆ H ₅	CH ₃	119.0-120.0		2.32(6H,s), 6.08(1H,s), 7.35(3H,m), 3.17(3H,s), 6.15(1H,s), 7.45(3H,m), 7.98(1H,s)	2.90(3H,br s), 6.83(1H,s), 7.61(2H,m), 3.98(3H,s), 6.62(1H,s), 7.65(2H,m)	3.97(6H,s), 7.44(3H,m), 10.96(1H,br s)

实施例 6 7

除草活性

为了估评本发明化合物的除草活性，采用有代表性范围的植物进行试验：玉米（*Zea mays*）、水稻（*Oryza sativa*）、稗草（*Echinochloa crusgalli*）、燕麦（*Avena sativa*）、亚麻子（*Linum usitatissimum*）、芥菜（*Sinapsis alba*）、糖用甜菜（*Beta vulgaris*）和大豆（*Glycine max*）。

试验分为芽前试验与芽后试验两类。芽前试验包括将化合物的液体制剂喷施到新近播种上述物种的种子的土壤上。芽后试验则包括两种即土壤浸润与叶面喷施。在土壤浸润试验中，生长有上述物种幼苗的土壤被含有本发明化合物的液体制剂浸润，而在叶面喷施试验中幼苗上喷施有这类制剂。

用于试验的土壤为配制好的园艺壤土。

用于试验的制剂由试验化合物于含有 0.4%（重）烷基酚/环氧乙烷缩合物（以商标 TRITON X-155 出售）的丙酮中所形成的溶液来配制。用水稀释这些丙酮溶液并且在土壤喷施和叶面喷施试验中以相应于每公顷 5 或 1 kg 活性物质、以体积表示 600 升活性物质的剂量施用所得到的制剂，而在土壤浸润试验中，其剂量为相对于每公顷 10 kg 活性材料，以体积表示约为 3000 升。

在芽前试验中选用未经处理的播种土壤作为对照物，在芽后试

验中选用生长有籽苗且未经处理的土壤作为对照物。

于向叶面与土壤喷施试验化合物后的第十二天、于用试验化合物浸润土壤后的第十三天，通过肉眼观察其除草效果。观察结果分等级 0 — 9 进行记录。等级 0 表明未经处理的对照物的生长情况，等级 9 表明死亡。在这一线性取值范围内每增大一个等级大约相当于增加效果 10%。

试验结果如下列表 N 所示，其中化合物与上述实施例编号相对应。星号表示未获得结果；未用数字标示之处表明等级为 0。

表 N

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha										剂量										叶面喷施										芽前									
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S							
1	7	7	6	7	4	8	8	5	2	4	6	6	6	8	9	2	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	2							
	1							1		1	4	3	1	8	7		3	2	5	2	1	6	5																	
2								8	6	3	5			2	8	7	6																							
								1						6		2																								
3	2		4		2	8	7	2	5	2		2	2	8	8	2	1	5	5	3																				
								1			1	2	7	6		2																								
4								8	4		5			3		8	4	2	3	4	5																			
								1						7	2																									
5	7	7	7	3	2	8	5	2	5	5	2	7	4	4	8	8	6	7	8	8	4	3	7	8	3															
								1	2		5	1		8	7	4	5	7	7	1																				

表 IV (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha				剂量 kg/ha	叶面喷施				芽前			
	Mz R	BG O	L M	SB S		Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S
11	2 3 4	2 4	7 3	3 3	5 5	4		5 4	4 3	4 4	7 4	6 6	
					1	3	6	2 2	1 1	1 1	5 5	2 2	
12		3 5			5 5	2	3 7	3 2			5 5		
					1		5				3 3		
13		2 6 5			5 5	2	3 7 4	3			6 6		
					1		5 2				6 6		
14		6 3			5 5	2	3 7 5	2 2		2 2	5 5		
					1		6 4 1	1 1		1 1	4 4		
15	4 6	8 3			5 2	6	3 8 3	2 1	6 6	2 1	7 5		
					1	3	7	1 1	2 2	2 2	4 4		

1
3
5
1

表 IV (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha					剂量 kg/ha	叶面喷施					芽前												
	Mz	R	BG	O	L		M	SB	S	10	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S					
16	2	4	5	3	2	7	5	3	5	5	3	2	3	7	5	2	4	4	6	2	2	7	3	
							1				1		7	2		2	1	2	1			7	1	
17	2	2			3	7	2	2	5	5	2		2	6	2	3			3			6	2	
							1						5									4		
18	5	5	7	3	2	8	7		5	3	2	7	5	3	8	7	3	7	8	8	4	7	7	2
							1				2	1	5	2	8	6	1	4	4	7	2	7	5	
19	4	7	4	2	8	2	2		5	5	7	3	3	8	7	4	7	6	7	2		8	6	
							1				2	1	1	8	4	2	2		3	1		8	2	
20	2	1	2		3	8	5	4	5	5	2		4	8	6	4	4	4	3		2	8	3	
							1				1		7	2	1							7	1	

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha				剂量 kg/ha				叶面喷施				芽前											
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
21	6	6	8	8	7	4	5	4	3	7	3	2	8	6	5	7	7	7	7	7	8	8	6	6
				1			1	1		2	1	8	4	2	5	3		5	3	5		8	4	4
22				2		4	5	2		2	3	8	4								3			
							1	1				7	3											
23	7	6	8	7	3	9	8	5	6	3	7	6	3	8	7	5	8	8	8	6	4	7	4	7
							1	3		5	3	1	8	7	3	7		6	7	3		7	7	7
24	4	4	8	4	7	9	8	5	4	2	3	2	4	8	7	8	6	6	7	5	8	8	8	7
							1	1		1	1	1	8	7	7	2		5	5	7		8	8	6

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润, 10/kg/ha				剂量 kg/ha	叶面喷施				芽前			
	Mz R	BG O	L M	SB S		Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S
26	8 8 8	4 3 8	5 6	5 7 8	5	8 8 7	7 8 8	8 8 8	8 8 8	9 9 9	6 8 7	8 7	
				1 3 7	1	7 6 7	8 8 8	7 5 8	8 3 6	8 7 7	6 7 6	7 6	
27	8 8 7	5 6 8	6 7	5 5 8	5	8 8 6	7 8 8	8 8 8	8 8 8	9 5 7	7 7 7	7 7	
				1 3 8	1	8 5 7	8 8 8	8 5 6	8 2 5	8 5 7	5 7 5	3 3	
28													
29	6 5 6	3 2 8	6	5 1	5	1 5 8	8 7 5	5 8 3	3 7 6	3 3 3	6 3	3	
				1	1	2 7 6	2 3 6	1 2 2	2 2	2 2	2 2	2 2	
30	2 4 6	2 4 8	5	5 3	5	3 5 8	8 2 5	3 5 4	5 7 6	4 4 4	6 4	4	
				1 2	1	2 1 7	5 2 3	1 3 1	7 4 4	5 7 7	7 4	4	

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha			剂量 kg/ha			叶面喷施						芽前											
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
31	7	7	7	7	4	8	6	5	5	3	7	6	6	8	8	5	7	7	7	7	6	7	8	7
								1	2	1	6	4	3	7	6	5	4	3	4	5	3	7	7	5
32			2			7	4		5	2			3	8	5	3	5	4	5	4	4	7	8	4
								1					6	3	1	1	1	1	2	1		2	4	1
33			2			6	3		5	2	2	1	3	7	6	4	3	3	3	2	6	5	5	2
								1					7	4	2						2	3	1	
34			3			6	5	4	5	4	5	2	5	8	8	6	4	4	6		5	5	6	3
								1	2	2	1	1	6	3	3				2		2	1	2	1
35			2	3	4	2		6	4	4	5	3	2	7	3	6	8	4	3	7	3	4	6	6
								1	1	1	4	1	2	6	4	3	1		5	1		2	4	

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha				剂量 kg/ha	叶面喷施				芽前			
	Mz R	BG O	L M	SB S		Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S
41			8 3		5			3 2 8 5					6
					1			2 1 7 2					2
42		3 3 8 4			5 2		4	8 3 3			2 7 3 4		
					1			7 1			1 5		
43	7 7 8 7	6 8 8 7			5 7 7 7	8 7 7 8	8 9 9 9	6 8 6 8	7 8 7 8	9 9 9 9	7 8 7 8	6 7 8 6	
					1 6 7 7	7 6 8 7	5 6 8 8	7 5 6 7	6 8 7 6	8 8 6 6	6 6 7 6	7 6 6 6	
44	1 8 6 6	3 8 4 4			5 6 7 5	4 8 5 5	5 5 5 5	5 5 5 5	6 7 5 4	6 7 6 7	5 8 5 8	2 5 2 2	
					1 3 2			7 3 2 1			2 3 1 7	2 2 2 2	
45		3 3 2			5 4 3 5	6 5 7 5	5 5 5 5	5 5 5 5	6 5 5 7	6 5 5 5	5 5 5 5	5 5 5 5	*
					1 1 3 5	6 3 6 *			4 3 5 6	3 5 6 2	2 2 2 5	2 5 5 5	

表 IV (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha			剂量 kg/ha			叶面喷施						芽前					
	Mz R	BG O	L M	SB S	kg/ha	Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S	
46	7	7	8	7	5	8	6	8	6	7	9	8	8	8	*	8	8	8
47	3	6	6	5	5	5	5	7	6	6	8	8	6	6	7	8	6	6
48	7	7	5	2	7	7	7	7	5	3	5	8	7	5				
49	6	4	2	5	6	5	6	5	5	2	6	3	6	3	6	7	6	3
50	4	8	8	6	4	8	8	6	5	2	7	8	3	5	9	8	4	4
					1	6	8	1	3	8	7	3	5	3	3	8	6	6

表 IV (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha				剂量 kg/ha	叶面喷施				芽前			
	Mz R	BG O	L M	SB S		Mz R	BG O	L M	SB S	Mz R	BG O	L M	SB S
51	4 8 8 7	6 8 7 6	5 3 7 8	6 6 6 6	5	3 7 8 6	6 6 8 6	8 8 8 8	6 4 6 4	9 8 9 8	6 6 8 8	7 8 7 8	
			1		1	5 7 1 3	8 6 2 2	6 2 2 3	6 7 5 7	7 7 7 7			
52	4 7 7 6	5 8 7 6	5 3 7 2	6 6 5 8	5	3 7 2 5	8 8 8 8	6 8 7 9	6 6 2 6	6 7 7 7			
			1		1	4 1 7 6	4 4 3 6	5 5 6 5	6 6 2 6	6 6 2			
53		7 5			5	5 2	9 6						
			1		1	1	7 5						
54	7 8 8 7	8 8 8 7	5 4 8 8	7 8 8 7	5	4 8 8 7	8 9 8 8	5 7 8 5	8 8 8 8	8 8 8 8	7 7 8 8	7 7	
			1		1	4 7 7 5	7 8 8 3	3 5 3 5	3 4 3 4	* 4 *			
55	7 6 5 6	8 8 8 4	5 3 5 6	4 7 9 8	5	3 5 6 4	7 9 8 5	7 7 6 7	8 8 8 8	8 8 8 8	2 2 8 8	2 2	
			1		1	1 3 4 1	5 8 7 5	3 5 3 5	5 5 8 7	5 5 8 7			

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润, 10/kg/ha			剂量 kg/ha			叶面喷施						芽前												
	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	
56						6	4	5						4	6										
								1					2												
57	8	7	7	8	7	9	8	7	5	8	7	9	8	8	8	8	8	9	8	8	9	8	8	8	8
									1	3	4	8	7	7	8	7	7	9	5	8	7	7	8	3	7
58	8	7	9	7	8	9	8	8	5	5	6	8	6	7	9	8	7	7	8	8	8	8	8	8	5
									1	3	5	7	2	6	8	8	6	5	5	7	6	6	8	6	2
59	2	5	5	3	5	8	5	3	5	2				1	8	7	6	5	6	3	8	8	8	6	
									1					8	5	1								7	7
60	*	*	*	*	*	*	*	*	5			4		3	8	7	3	3	6	6	2	5	7	7	
									1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

表 N (续)

化合物 编号	土壤湿润			剂量			叶面喷施						芽前													
	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	
61	2		2		2	7	4		5	7	4	7	5	7	7	7	7	*	*	*	*	*	*	*	*	*
									1	7	4	7	5	6	7	7	7	7	7	7	6	3	4	6	3	3
62	2	4	4		7	5	4		5	2	2	3	3	2	8	7	4		4	5	4		7	6	8	
									1			1			7	4	3		1	2	1		3	2	2	
63	4	6	5		2	7	6	3	5	4		5	4	6	8	8	6	4	4	4	6	2	5	7	6	
									1	1		2	3	4	7	7	4	1	2	2			2	4	2	
64	7	7	7		7	6	2		5	4	6	8	7	3	8	8	5	7	9	9	7	2	7	7	3	
									1	1	3	7	5		7	7	2	4	8	7	5		6	6	3	
65	*	*	*	*	*	*	*	*	5	2		6	2	2	7	4	3	6	6	7	3	2	5	5		
									1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	

表 N (续)

化合物 编号	土壤浸润 10/kg/ha			剂量 kg/ha			叶面喷施			芽前													
	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S	Mz	R	BC	O	L	M	SB	S							
66									5	4	7	5		7	3	2	4	5	4	2	2	2	3
									1			1		6									