

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07D251/18

A01N 43/68 C07D251/50

C07D251/52



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97198723.8

[45] 授权公告日 2005 年 1 月 26 日

[11] 授权公告号 CN 1186331C

[22] 申请日 1997.9.29 [21] 申请号 97198723.8

[30] 优先权

[32] 1996.10.10 [33] DE [31] 19641692.2

[86] 国际申请 PCT/EP1997/005317 1997.9.29

[87] 国际公布 WO1998/015536 德 1998.4.16

[85] 进入国家阶段日期 1999.4.12

[71] 专利权人 拜尔公司

地址 联邦德国莱沃库森

共同专利权人 日本拜耳农药株式会社

[72] 发明人 H-J·里贝尔 S·勒尔

U·斯特尔策 渡边幸喜

M·多林格 伊藤整志 五岛敏男

柳显彦

审查员 吴顺华

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

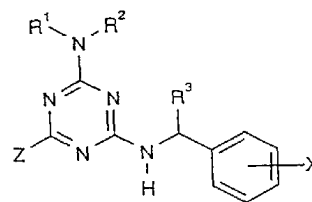
代理人 王景朝 罗才希

权利要求书 5 页 说明书 99 页

[54] 发明名称 作为除草剂的取代的 2,4 - 二氨基 - 1,3,5 - 三嗪

[57] 摘要

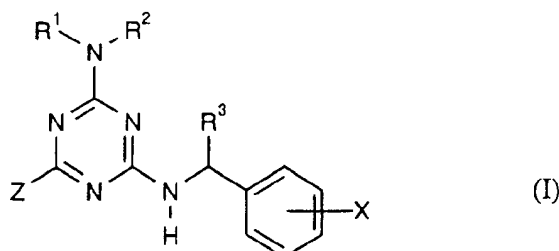
本发明涉及式(I)新的取代的 2,4 - 二氨基 - 1,3,5 - 三嗪, 其中 R¹, R², R³, X 和 Z 各自如说明书中定义, 涉及其制备方法和新的中间体, 并且涉及其作为除草剂的用途。



(I)

ISSN 1008-4274

1. 通式(I)的取代的 2, 4-二氨基-1, 3, 5-三嗪,



5 其中

R^1 代表氢,

R^2 代表氢, 或各种情况下烷基中具有 1-6 个碳原子的烷基羰基
或烷基磺酰基,

10 R^3 代表具有 1-6 个碳原子的烷基, 或者代表具有 3-6 个碳原子的
环烷基,

X 代表选自下面的取代基:

15 羟基, 氰基, 硝基, 卤素, 各种情况下任选被羟基、氰基或卤素取代
的各种情况下具有 1-6 个碳原子的烷基或烷氧基, 各种情况下任选被卤
素取代的各种情况下烷基中具有 1-6 个碳原子的烷基羰基, 烷氧羰基,
烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 各种情况下任选被羟基、氰基、
硝基、卤素、 C_1 - C_4 -烷基、 C_1 - C_4 -卤代烷基、 C_1 - C_4 -烷氧基或 C_1 - C_4 -
卤代烷氧基取代的苯基或苯氧基, 和

20

Z 代表被卤素取代的具有 1-6 个碳原子的烷基。

2. 权利要求 1 的式(I)的化合物, 特征在于

R^1 代表氢,

25

R^2 代表氢, 代表各种情况下烷基中具有 1-4 个碳原子的烷基羰
基或烷基磺酰基,

R^3 代表具有 1-4 个碳原子的烷基, 或者代表具有 3-6 个碳原子的环烷基,

5 X 代表选自下面的取代基:

羟基, 氰基, 硝基, 氟, 氯, 溴, 碘, 各种情况下任选被羟基、氰基、氟或氯取代的各种情况下具有 1-4 个碳原子的烷基或烷氧基, 各种情况下任选被氟或氯取代的各种情况下烷基中具有 1-4 个碳原子的烷基羰基, 烷氧羰基, 烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 各种情况下任选被羟
10 基、氰基、硝基、氟、氯、溴、碘、甲基、乙基、正或异丙基、正、异、仲或叔丁基、三氟甲基、甲氧基、乙氧基, 正或异丙氧基、正、异、仲或叔丁氧基、二氟甲氧基或三氟甲氧基取代的苯基或苯氧基, 和

Z 代表被氟或氯取代具有 1-4 个碳原子的烷基。

15

3. 权利要求 1 的式 (I) 的化合物, 特征在于

R^1 代表氢,

R^2 代表氢, 代表乙酰基, 丙酰基, 甲基磺酰基或乙基磺酰基,

20

R^3 代表甲基, 乙基, 正或异丙基, 或者代表环丙基, 环丁基, 环戊基或环己基,

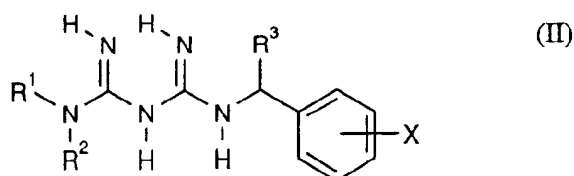
X 代表选自下面的取代基:

25 羟基, 氰基, 硝基, 氟, 氯, 溴, 各种情况下任选被羟基、氰基、氟或氯取代的甲基, 乙基, 正或异丙基, 正、异、仲或叔丁基, 甲氧基, 乙氧基, 正或异丙氧基, 各种情况下任选被氟或氯取代的乙酰基, 丙酰基, 甲氧羰基, 乙氧羰基, 甲硫基, 乙硫基, 甲基亚磺酰基, 乙基亚磺酰基, 甲基磺酰基或乙基磺酰基, 各种情况下任选被羟基、氰基、硝基、氟、氯、溴、
30 甲基、乙基、正或异丙基、正、异、仲或叔丁基、三氟甲基, 甲氧基、乙氧基、正或异丙氧基、二氟甲氧基或三氟甲氧基取代的苯基或苯氧基, 和

Z 代表被氟或氯取代的甲基, 乙基, 正或异丙基。

4. 制备权利要求 1 的式 (I) 化合物的方法, 特征在于:

- 5 (a) 通式 (II) 的取代的双胍和/或通式 (II) 的化合物的酸加合物与通式 (III) 的烷氧羰基化合物反应,

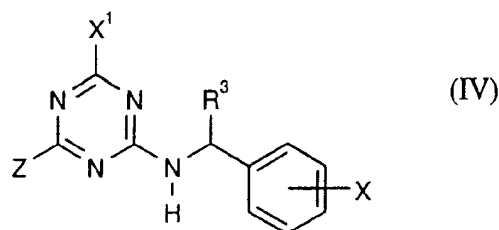


- 10 其中
R¹, R², R³ 和 X 各自如权利要求 1 定义,

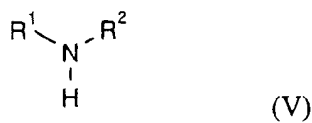


- 15 其中
Z 如权利要求 1 中所定义, 和
R' 代表具有 1-4 个碳原子的烷基,
或者

(b) 通式 (IV) 的取代的氨基三嗪与通式 (V) 的氮化合物反应,



- 20 其中 R³, X 和 Z 各自如上定义, 和
X¹ 代表卤素或 C₁-C₄-烷氧基,



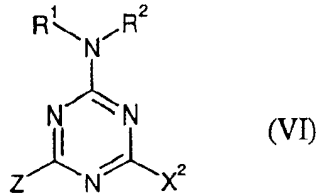
其中

R^1 和 R^2 各自如上定义,

或者

(c) 通式 (VI) 的取代的氨基三嗪与通式 (VII) 的氨基化合物反应,

5

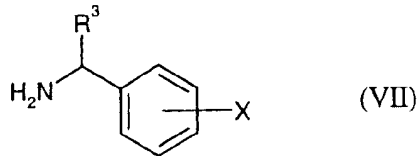


其中

R^1 , R^2 和 Z 各自如上定义, 和

X^2 代表卤素或 C_1 - C_4 -烷氧基,

10



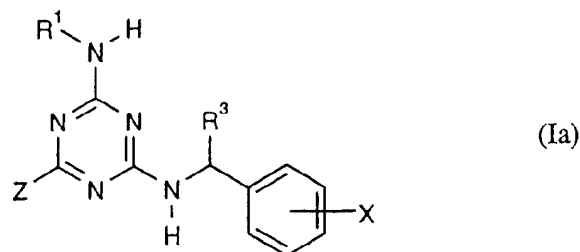
其中

R^3 和 X 各自如上定义,

或者

15

(d) 为了制备除了其中 $R^2=H$ 的式 (I) 化合物之外的那些式 (I) 化合物, 通式 (Ia) 的 2, 4-二氨基-1, 3, 5-三嗪与通式 (VIII) 的烷基化、酰化或磺酰化试剂反应,



20

其中

R^1 , R^3 , X 和 Z 各自如上定义,



其中

R^2 如上定义—除了氢—, 和

- 5 Y 代表卤素, 甲氧基, 乙氧基, 甲氧基磺酰氧基, 乙氧基磺酰氧基, 乙酰氧基或丙酰氧基。

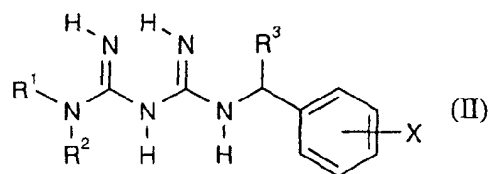
5. 除草组合物, 特征在于, 其含有至少一种权利要求 1 的式 (I) 的化合物。

- 10 6. 权利要求 1 的通式 (I) 的化合物防治不期望植物的用途。

7. 防治杂草的方法, 特征在于, 使权利要求 1 的通式 (I) 的化合物作用于杂草或其生长地域。

8. 制备除草组合物的方法, 特征在于, 将权利要求 1 的通式 (I) 的化合物与扩充剂和/或表面活性剂混合。

- 15 9. 通式 (II) 的取代的双胍及其酸加合物



其中

R^1, R^2, R^3 和 X 各自如权利要求 1 所定义,

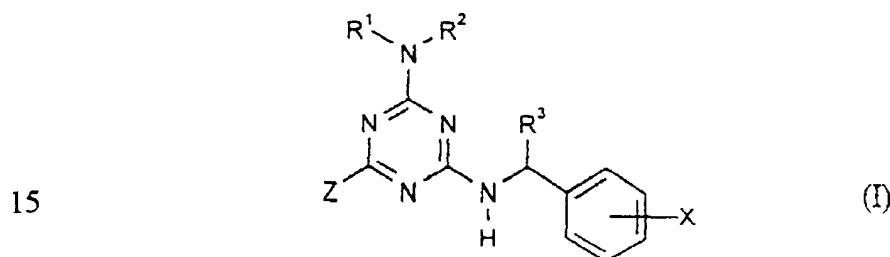
- 20 除了化合物 1-[1-(4-三氟甲基-苯基)-乙基]-双胍。

作为除草剂的取代的 2,4-二氨基-1,3,5-三嗪

5 本发明涉及新的取代的 2,4-二氨基-1,3,5-三嗪, 涉及其制备方法
和新的中间体, 以及涉及其作为除草剂的用途。

从(专利)文献中已知一些取代的 2,4-二氨基-三嗪(参见 US
3816419, US 3932167, EP 191496, EP 273328, EP 411153/W090/09378,
JP 62294669--引录在 CA 109:129062v)。但是, 迄今为止这些化合物
没有获得任何特殊的重要性。

10 因此, 本发明提供通式(I)的新的取代的 2,4-二氨基-1,3,5-三
嗪:



其中

20 R^1 代表氢或者任选被羟基-, 氨基-, 卤素-或 C_1 - C_4 -烷氧基取代的具
有 1-6 个碳原子的烷基,

25 R^2 代表氢, 代表甲酰基, 代表各种情况下任选被氨基-, 卤素-或 C_1 -
 C_4 -烷氧基-取代的各种情况下烷基中具有 1-6 个碳原子的烷基, 烷基
羰基, 烷氧羰基或烷基磺酰基, 或者代表各种情况下任选被氨基-, 卤
素-, C_1 - C_4 -烷基-, 卤代- C_1 - C_4 -烷基-, C_1 - C_4 -烷氧基-, 卤代- C_1 - C_4 -
烷氧基-或 C_1 - C_4 -烷氧基羰基-取代的苯基羰基, 萘基羰基, 苯基磺酰
基或萘基磺酰基,

30 R^3 代表任选被氨基-, 卤素-或 C_1 - C_4 -烷氧基-取代的具有 1-6 个碳
原子的烷基, 或者代表任选被氨基-, 卤素-或 C_1 - C_4 -烷基-取代的具有
3-6 个碳原子的环烷基,

X 代表选自下面的取代基:

羟基, 氨基, 硝基, 卤素, 各种情况下任选被羟基-, 氨基-或卤素-取代的
 各种情况下具有 1-6 个碳原子的烷基或烷氧基, 各种情况下任选被
 卤素取代的各种情况下烷基中具有 1-6 个碳原子的烷基羰基, 烷氧羰
 基, 烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 各种情况下任选被羟基-, 氨
 5 基-, 硝基-, 卤素-, C₁-C₄-烷基-, C₁-C₄-卤代烷基-, C₁-C₄-烷氧基-
 或 C₁-C₄-卤代烷氧基-取代的苯基或苯氧基, 和

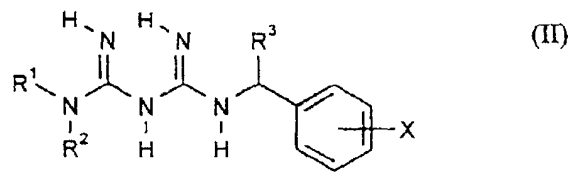
Z 代表氢, 羟基, 卤素, 代表各种情况下任选被羟基-, 氨基-, 硝基-,
 卤素-, C₁-C₄-烷氧基-, C₁-C₄-烷基-羰基-, C₁-C₄-烷氧基-羰基
 10 -, C₁-C₄-烷硫基-, C₁-C₄-烷基亚磺酰基-或 C₁-C₄-烷基磺酰基-取代
 的各种情况下烷基中具有 1-6 个碳原子的烷基, 烷氧基, 烷基羰基, 烷
 氧羰基, 烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 代表各种情况下任选被
 卤素-取代的各种情况下具有 2-6 个碳原子的链烯基或炔烃基, 或者代
 15 表任选被氨基-, 卤素-或 C₁-C₄-烷基-取代的具有 3-6 个碳原子的环
 烷基,

但是排除化合物 2-氨基-4-甲氧基-6-[1-(3-氯苯基)-乙基氨基]-
 1, 3, 5-三嗪, 2-氨基-4-甲氧基-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-
 1, 3, 5-三嗪, 2-氨基-4-氯-6-[1-(3-三氟甲基-苯基)-乙基氨基]-
 20 1, 3, 5-三嗪, 2-氨基-4-氯-6-[1-(3-硝基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-
 三嗪, 2-氨基-4-氯-6-[1-(3-氯-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪和 2-
 氨基-4-氯-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪(这些化合
 物已经从 JP62294669 中已知).

25 当进行下面的反应时得到通式(I)的新的 2, 4-二氨基-1, 3, 5-三
 嗪:

(a) 如果适当在反应助剂存在下和如果适当在稀释剂存在下, 通式(II)
 的取代的双胍和/或通式(II)化合物的酸加成物与通式(III)的烷氧
 羰基化合物反应,

30



5

其中 R^1, R^2, R^3 和 X 各自如上定义,



10 其中

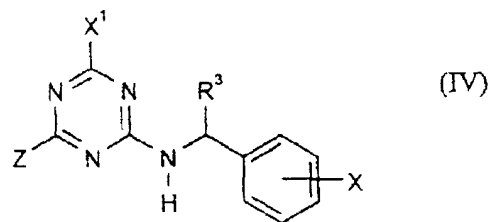
Z 如上定义, 和

R' 代表烷基,

或者

(b) 如果适当在反应助剂存在下和如果适当在稀释剂存在下, 通式 (IV)

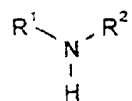
15 的取代的氨基三嗪与通式 (V) 的氮化合物反应,



20

其中 R^3, X 和 Z 各自如上定义, 和

X^1 代表卤素或烷氧基,



25

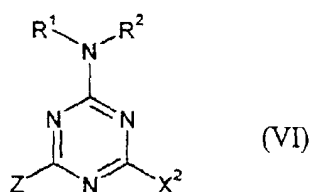
其中

R^1 和 R^2 各自如上定义,

或者

(c) 如果适当在反应助剂存在下和如果适当在稀释剂存在下, 通式 (VI)

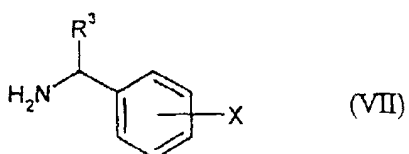
30 的取代的氨基三嗪与通式 (VII) 的氨基化合物反应,



5

其中
 R^1 , R^2 和 Z 各自如上定义, 和
 X^2 代表卤素或烷氧基,

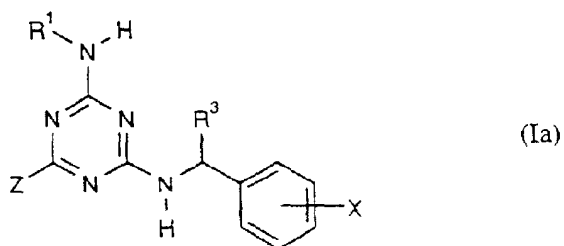
10 (接原文)



其中
 15 R^3 和 X 各自如上定义,
 或者

(d) 为了制备除了其中 $R^2=H$ 的式(I)化合物的那些化合物, 如果适当在反应助剂存在下和如果适当在稀释剂存在下, 通式(Ia)的2,4-二氨基-1,3,5-三嗪与通式(VIII)的烷基化, 酰化或磺酰化试剂反应,

20



25

其中
 R^1 , R^3 , X 和 Z 各自如上定义,



30

其中
 R^2 如上定义, 但除了氢, 和

Y 代表卤素, 烷氧基, 烷氧基磺酰基氧基或酰氧基,
并且, 如果适当, 通过常规方法对 (a), (b), (c) 或 (d) 的方法获得的通式 (I) 的化合物在上述取代基定义范围内进行进一步转化。

5 通式 (I) 的新的取代的 2, 4-二氨基-1, 3, 5-三嗪具有强的和选择性的除草活性。

本发明通式 (I) 的化合物含有至少一个不对称取代的碳原子, 因此可以以不同的对映体 (R-和 S-构型) 或者非对映异构体形式存在。本发明涉及通式 (I) 化合物的不同的可能的各个对映体或立体异构体形式, 和这些异构体化合物的混合物。

10 在所述定义中, 烃链, 例如烷基——也包括与杂原子组合例如在烷氧基或烷硫基中的情况——在各种情况下是直链或支链的。

卤素一般代表氟, 氯, 溴或碘, 优选代表氟, 氯或溴, 特别代表氟或氯。

本发明优选提供式 (I) 的化合物, 其中

15 R^1 代表氢或者代表任选被羟基-, 氟基-, 氯-, 溴-, 甲氧基-或乙氧基-取代的具有 1-4 个碳原子的烷基,

20 R^2 代表氢, 代表乙酰基, 代表各种情况下任选被氟基-, 氯-, 溴-, 甲氧基-或乙氧基-取代的各种情况下烷基中具有 1-4 个碳原子的烷基, 烷基羰基, 烷氧羰基或烷基磺酰基, 或者代表各种情况下任选被氟基-, 氯-, 溴-, 甲基-, 乙基-, 正-或异-丙基-, 正-, 异-, 仲-或叔-丁基-, 三氟甲基-, 甲氧基-, 乙氧基-, 正-或异-丙氧基-, 正-, 异-, 仲-或叔-丁氧基-, 二氟甲氧基-, 三氟甲氧基-, 甲氧羰基-或乙氧羰基-取代的苯基羰基或苯基磺酰基,

25 R^3 代表任选被羟基-, 氟基-, 氯-, 溴-, 甲氧基-或乙氧基取代的具有 1-4 个碳原子的烷基, 或者代表任选被氟基-, 氯-, 溴-, 甲基-或乙基-取代的具有 3-6 个碳原子的环烷基,

X 代表选自下面的取代基:

30 羟基, 氟基, 硝基, 氯, 溴, 碘, 各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 氯-或溴-取代的各种情况下具有 1-4 个碳原子的烷基或烷氧基, 各种情况下任选被氟-或氯-取代的各种情况下烷基中具有 1-4 个碳原子的烷基

5 羰基, 烷氧羰基, 烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 硝基-, 氟-, 氯-, 溴-, 碘-, 甲基-, 乙基-, 正-或异-丙基-, 正-, 异-, 仲-或叔-丁基-, 三氟甲基-, 甲氧基-, 乙氧基-, 正-或异-丙氧基-, 正-, 异-, 仲-或叔-丁氧基-, 二氟甲氧基-或三氟甲氧基-取代的苯基或苯氧基, 和

10 Z 代表氢, 羟基, 氟, 氯, 溴, 代表各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 硝基-, 氟-, 氯-, 甲氧基-, 乙氧基-, 乙酰基-, 丙酰基-, 甲氧羰基-, 乙氧羰基-, 甲硫基-, 乙硫基-, 甲基亚磺酰基-, 乙基亚磺酰基-, 甲基磺酰基-或乙基磺酰基-取代的各种情况下烷基中具有1-4个碳原子的烷基, 烷氧基, 烷基羰基, 烷氧羰基, 烷硫基, 烷基亚磺酰基或烷基磺酰基, 代表各种情况下任选被氟-, 氯-或溴-取代的各种情况下具有2-4个碳原子的链烯基或炔烃基, 或者代表任选被氟基-, 氟-, 氯-, 甲基-或乙基-取代的具有3-6个碳原子的环烷基,

15

但是排除化合物 2-氟基-4-甲氧基-6-[1-(3-氟苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-甲氧基-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-三氟甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-硝基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-氟-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪和 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪(这些化合物已经从 JP62294669 中已知)。

25 本发明特别涉及式(I)的化合物, 其中
 R^1 代表氢或者代表任选被羟基-, 氟基-, 氟-, 氯-, 甲氧基-或乙氧基-取代的甲基, 乙基, 正-或异-丙基,

30 R^2 代表氢, 代表甲酰基, 代表各种情况下任选被氟基-, 氟-, 氯-, 甲氧基-或乙氧基-取代的甲基, 乙基, 乙酰基, 丙酰基, 甲氧羰基, 乙氧羰基, 甲基磺酰基或乙基磺酰基, 或者代表各种情况下任选被氟基-, 氟-, 氯-, 氟-, 甲基-, 乙基-, 三氟甲基-, 甲氧基-, 乙氧基-, 二氟甲氧基-, 三氟甲氧基-, 甲氧羰基-或乙氧羰基-取代的苯基羰基或苯基磺酰基,

R³ 代表任选被羟基-, 氟基-, 氯-, 溴-, 甲氧基-或乙氧基-取代的甲基, 乙基, 正-或异-丙基, 或者代表各种情况下任选被氟基-, 氯-, 溴-, 甲基-或乙基-取代的环丙基, 环丁基, 环戊基或环己基,

5

X 代表选自下面的取代基:

羟基, 氟基, 硝基, 氯, 溴, 各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 氯-或溴-取代的甲基, 乙基, 正-或异-丙基, 正-, 异-, 仲-或叔-丁基, 甲氧基, 乙氧基, 正-或异-丙氧基, 各种情况下任选被氯-或溴-取代的乙酰基, 丙酰基, 甲氧羰基, 乙氧羰基, 甲硫基, 乙硫基, 甲基亚磺酰基, 乙基亚磺酰基, 甲基磺酰基或乙基磺酰基, 各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 硝基-, 氯-, 溴-, 甲基-, 乙基-, 正-或异-丙基-, 正-, 异-, 仲-或叔-丁基-, 三氟甲基-, 甲氧基-, 乙氧基-, 正-或异-丙氧基-, 二氟甲氧基-或三氟甲氧基-取代的苯基或苯氧基, 和

15

Z 代表氢, 羟基, 氟, 氯, 溴, 代表各种情况下任选被羟基-, 氟基-, 硝基-, 氯-, 溴-, 甲氧基-, 乙氧基-, 乙酰基-, 丙酰基-, 甲氧羰基-, 乙氧羰基-, 甲硫基-, 乙硫基-, 甲基亚磺酰基-, 乙基亚磺酰基-, 甲基磺酰基-或乙基磺酰基-取代的甲基, 乙基, 正-或异-丙基, 甲氧基, 乙氧基, 正-或异-丙氧基, 乙酰基, 丙酰基, 甲氧羰基, 乙氧羰基, 甲硫基, 乙硫基, 甲基亚磺酰基, 乙基亚磺酰基, 甲基磺酰基或乙基磺酰基, 或者代表各种情况下任选被氟-, 氯-或溴-取代的乙烯基, 丙烯基, 丁烯基, 乙炔基, 丙炔基或丁炔基,

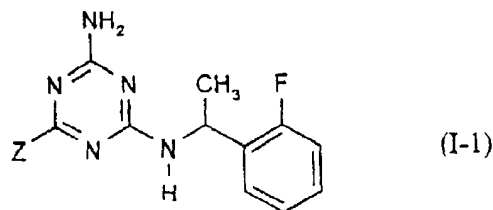
25 但是排除化合物 2-氟基-4-甲氧基-6-[1-(3-氟苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-甲氧基-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-三氟甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-硝基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-氯-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪, 和
30 2-氟基-4-氯-6-[1-(3-甲基-苯基)-乙基氨基]-1, 3, 5-三嗪(这些化合物已经从 JP62294669 中已知)。

上述一般或优选的基团的定义适用于式(I)终产物和相应地适用于各种情况下制备所需的起始物或中间体。这些基团的定义可以根据需要相互组合,即包括上述优选的范围之间的组合。

- 5 本发明式(I)的化合物的实施例列在下面的组中。这里的通式在各种情况下代表R对映体,S对映体和外消旋体。

第1组

10

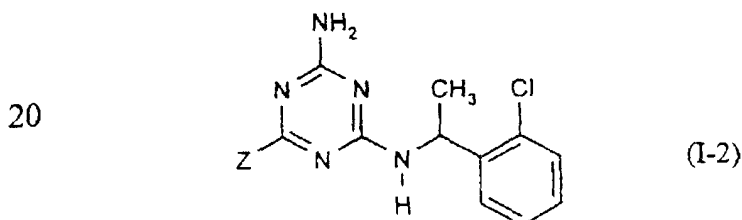


- 15 这里Z例如具有下面给出的定义:

氢, 甲基, 乙基, 正-或异-丙基, 正-、异-、仲-或叔-丁基, 氟代甲基, 二氟甲基, 三氟甲基, 氯代甲基, 二氯甲基, 氯代氯代甲基, 氯代溴代甲基, 氯代二氟甲基, 氯代二氯甲基, 溴代二氟甲基, 三氯甲基, 1-氟-乙基, 2-氟-乙基, 1-氟-乙基, 2-氟-乙基, 1-氟-1-氟-乙基, 1-氟-丙基, 2-氟-丙基, 3-氟-丙基, 1-氟-1-甲基-乙基, 2-氟-1-甲基-乙基, 1-氟-1-甲基-乙基, 1-氟-1-甲基-丙基, 1-氟-1-乙基-丙基, 1-氟-1-乙基-丙基, 1-氟-1-乙基-丙基, 1-氟-2-甲基-丙基, 1-氟-2-甲基-丙基, 1-氟-丙基, 2-氟-丙基, 3-氟-丙基, 1-氟-1-甲基-乙基, 2-氟-1-甲基-乙基, 1, 1-二氟-乙基, 1, 2-二氟-乙基, 1, 2-二氟-乙基, 2, 2, 2-三氟-乙基, 1, 2, 2, 2-四氟-乙基, 全氟乙基, 1, 1-二氟-丙基, 1, 1-二氟-丙基, 全氟丙基, 1-氟-丁基, 1-氟-丁基, 全氟戊基, 全氟己基, 1-羟基-乙基, 乙酰基, 1, 1-双-乙酰基-甲基, 1-乙酰基-1-甲氧羰基-甲基, 1-乙酰基-1-乙氧羰基-甲基, 甲氧基甲基, 1, 1-二甲氧基-甲基, 1-甲氧基-乙基, 2-甲氧基-乙基, 1, 1-二甲氧基-乙基, 乙氧基甲基, 1-乙氧基-乙基, 2-乙氧基-乙基, 2-甲氧基-1-甲基-乙基, 2-甲氧基-1-乙基-乙基, 2-乙氧基-1-甲基-乙基, 2-乙氧基-1-乙基-乙基, 甲硫基甲基, 乙基硫基甲基, 1-甲硫基-乙基, 2-甲硫基-乙基, 1-乙硫基-乙基, 2-乙硫

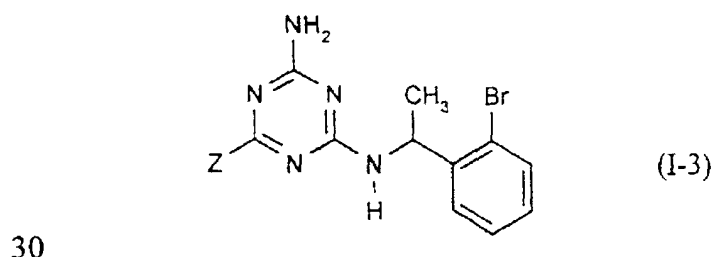
- 基乙基, 甲基亚磺酰基甲基, 乙基亚磺酰基甲基, 甲基磺酰基甲基, 乙基磺酰基甲基, 甲氧基, 乙氧基, 正-或异-丙氧基, 甲硫基, 乙硫基, 正-或异-丙硫基, 甲基亚磺酰基, 乙基亚磺酰基, 甲基磺酰基, 乙基磺酰基, 氟代甲氧基, 二氟甲氧基, 三氟甲氧基, 氟代乙氧基, 二氟乙氧基, 三氟乙氧基, 二氟甲硫基, 三氟甲硫基, 乙烯基, 1-氟-乙烯基, 2-氟-乙烯基, 1-氟-乙炔基, 2-氟-乙炔基, 1-溴-乙炔基, 2-溴-乙炔基, 1, 2-二氟-乙炔基, 1, 2-二溴-乙炔基, 1, 2-二氟-乙烯基, 2, 2-二氟-乙烯基, 2, 2-二溴-乙烯基, 1-氟-2-氟-乙烯基, 2-溴-2-氟-乙炔基, 三氟乙炔基, 烯丙基, 2-氟-烯丙基, 3-氟-烯丙基, 3, 3-二氟-烯丙基, 1-丙烯基, 异丙烯基, 1-氟-2-丙烯基, 1-氟-2-丙烯基, 1-溴-2-丙烯基, 1, 2-二氟-1-丙烯基, 1, 2-二溴-1-丙烯基, 1, 2-二氟-1-丙烯基, 1, 1-二氟-2-丙烯基, 1, 1-二溴-2-丙烯基, 1, 1-二氟-2-丙烯基, 1, 1, 3, 3, 3-五氟-2-丙烯基, 2-丁烯-1-基, 2-丁烯-2-基, 3-氟-2-丁烯基, 3-溴-2-丁烯基, 3, 3, 3-三氟-2-丁烯基, 乙炔基, 2-氟-乙炔基, 2-溴-乙炔基, 1-丙炔基, 2-丙炔基, 3, 3, 3-三氟-1-丙炔基。

第 2 组

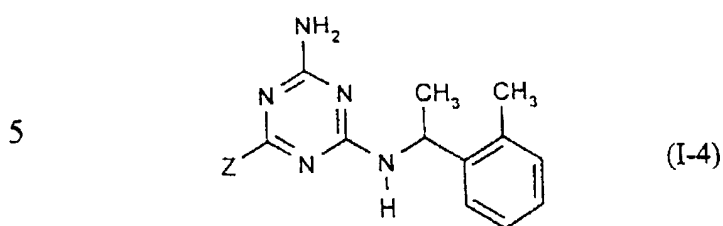


这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

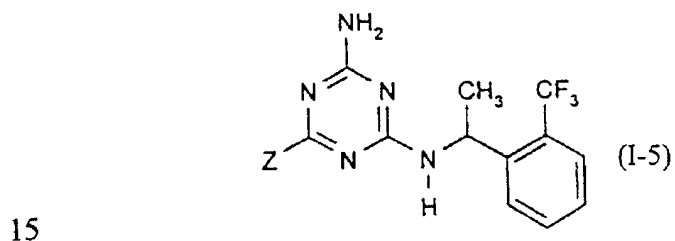
25 第 3 组



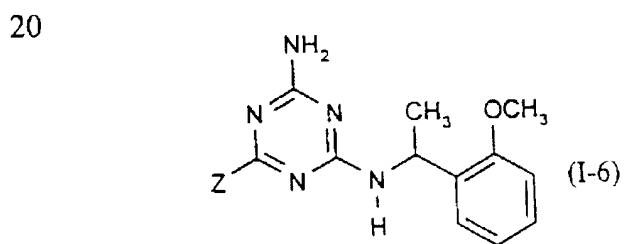
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 4 组

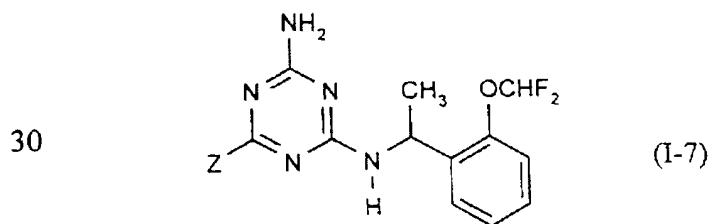
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 5 组

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

20 第 6 组

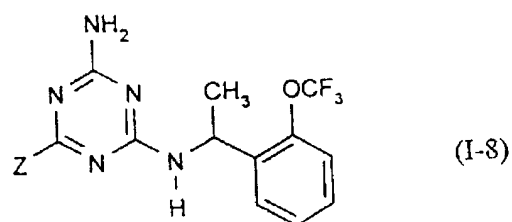
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

30 第 7 组

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 8 组

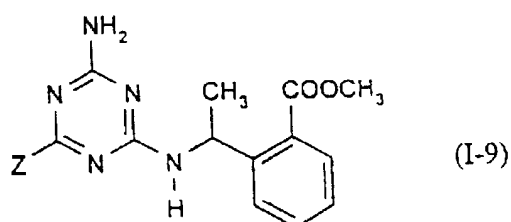
5



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 9 组

10

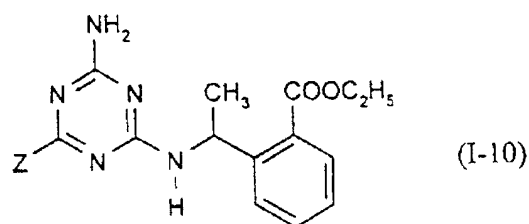


15

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 10 组

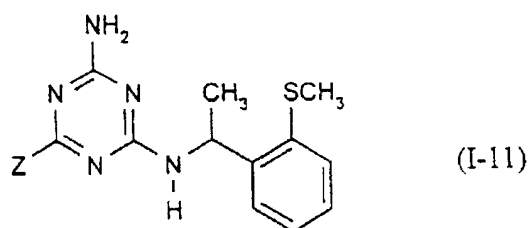
20 (接原



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

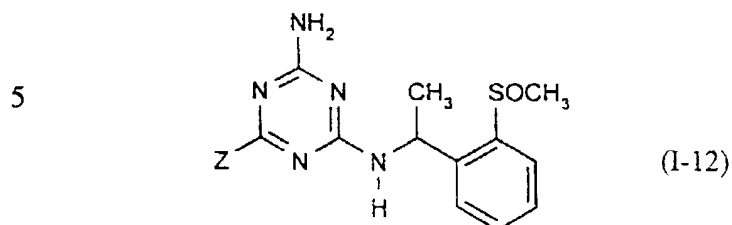
第 11 组

30



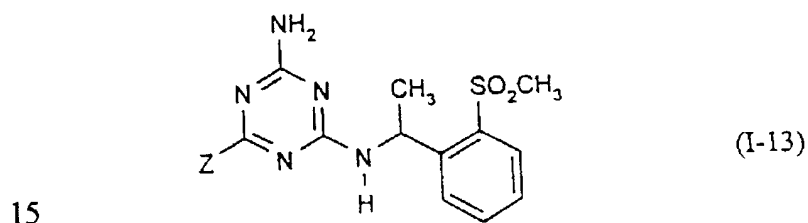
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 12 组



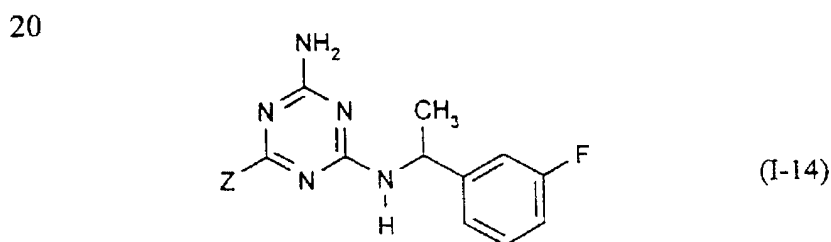
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 13 组



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

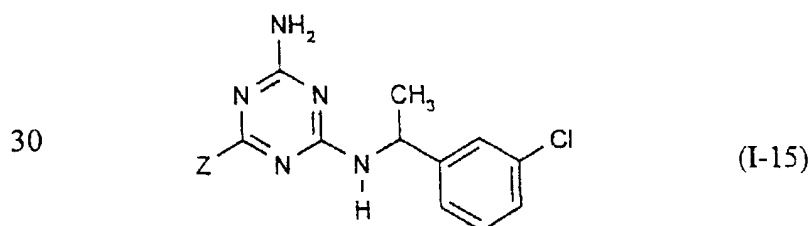
第 14 组



25

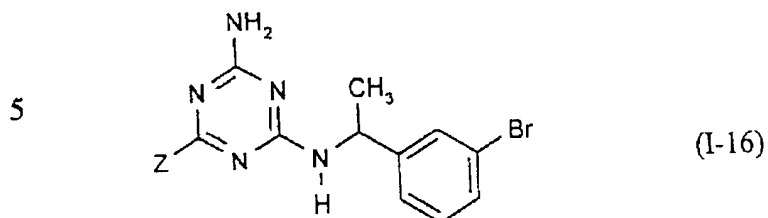
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 15 组



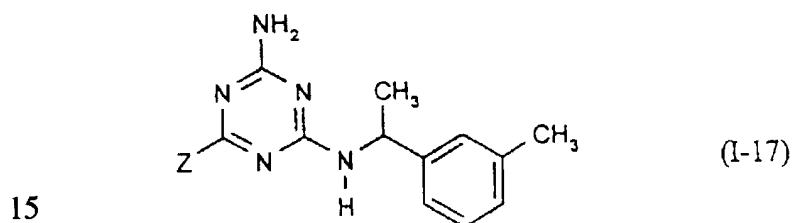
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 16 组



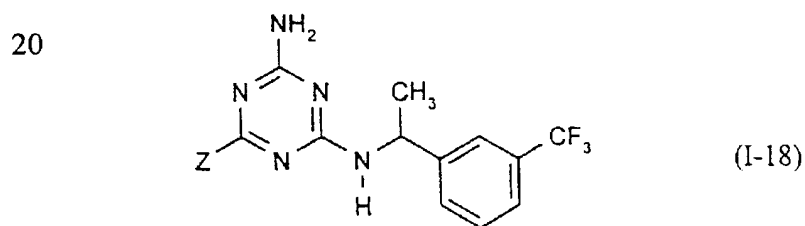
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 17 组



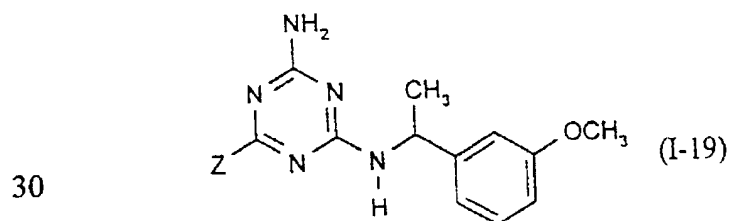
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 18 组



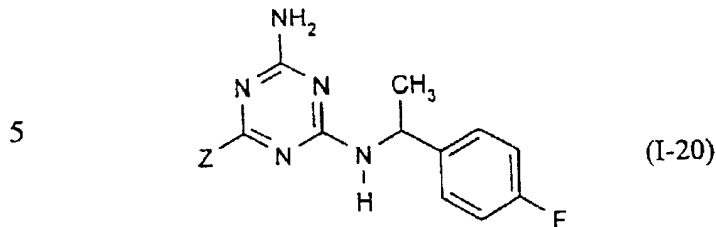
25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 19 组



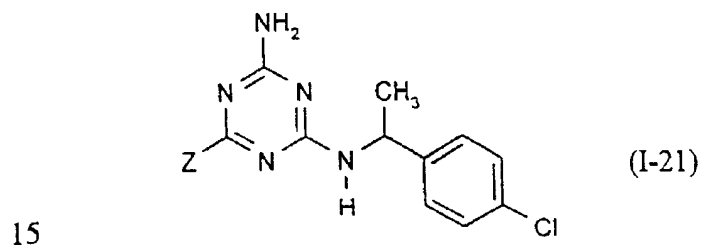
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 20 组



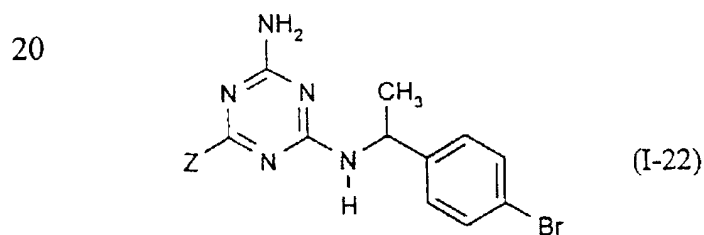
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 21 组



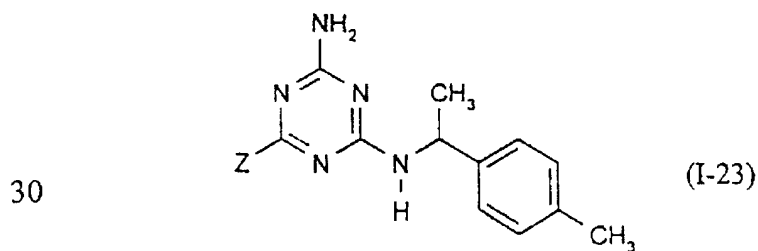
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 22 组



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

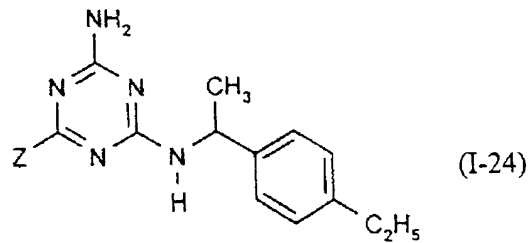
第 23 组



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 24 组

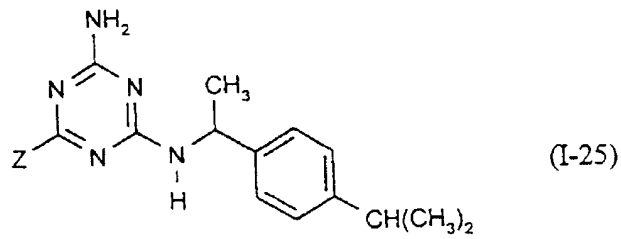
5



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 25 组

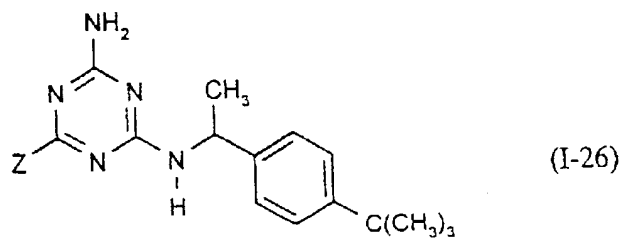
15



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 26 组

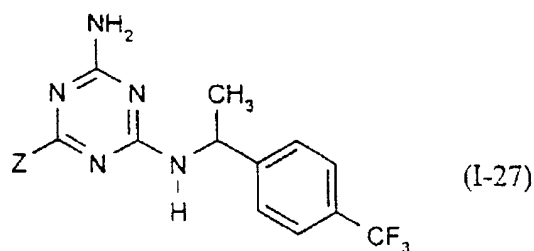
20



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 27 组

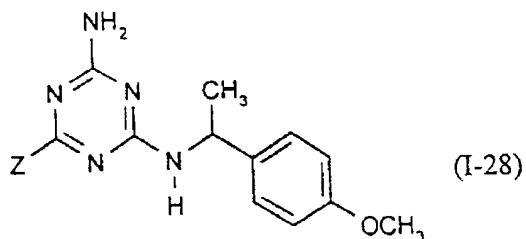
30



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 28 组

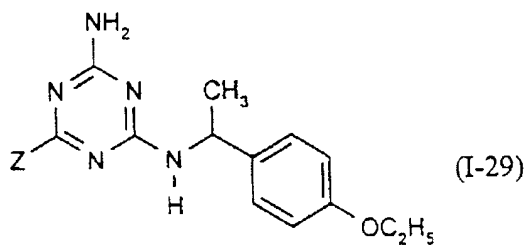
5



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 29 组

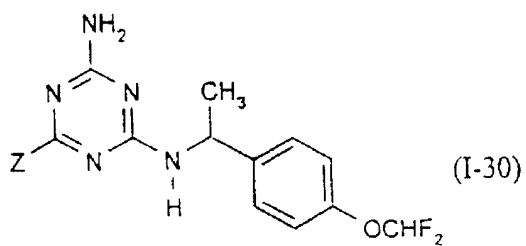
15



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 30 组

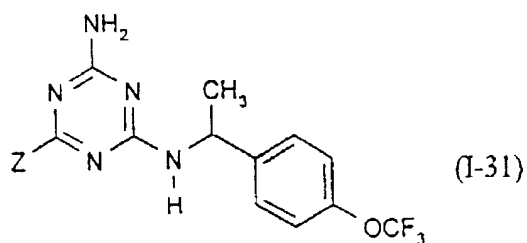
20



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 31 组

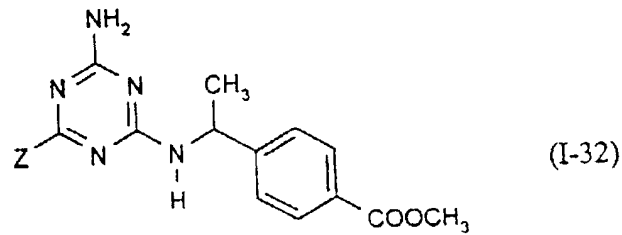
30



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 32 组

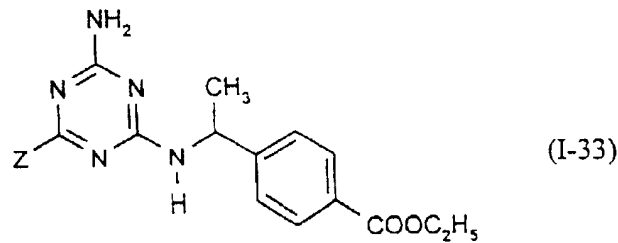
5



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 33 组

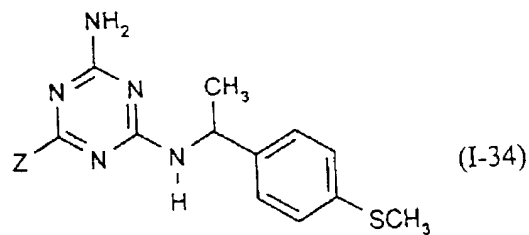
15



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 34 组

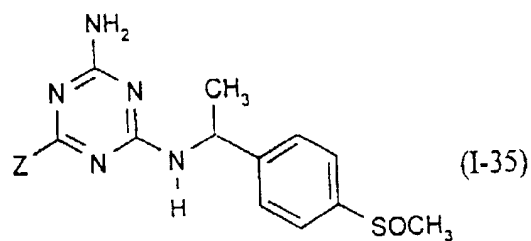
20



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

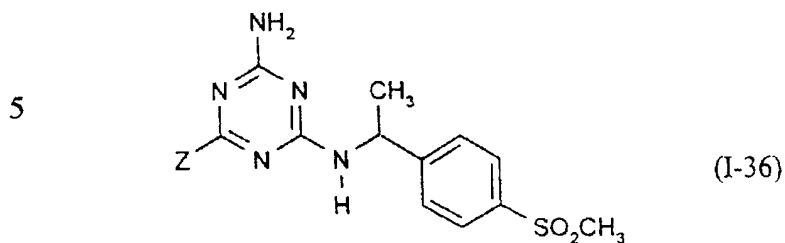
第 35 组

30



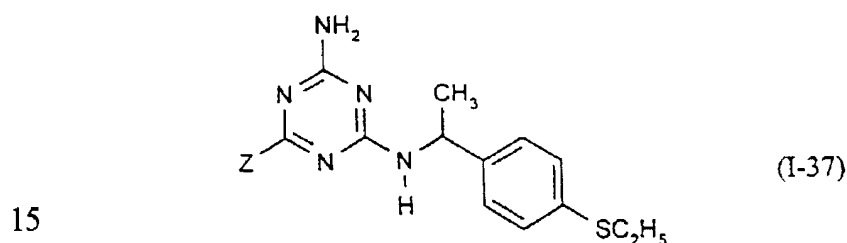
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 36 组



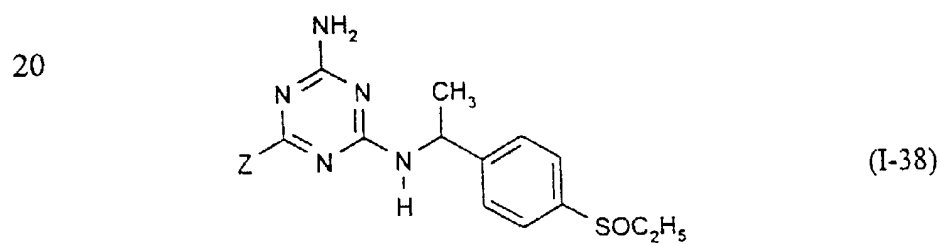
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 37 组



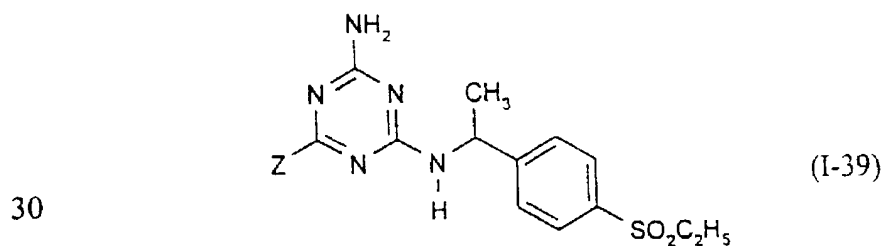
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 38 组



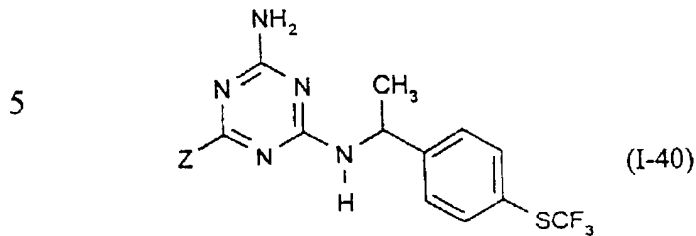
25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 39 组



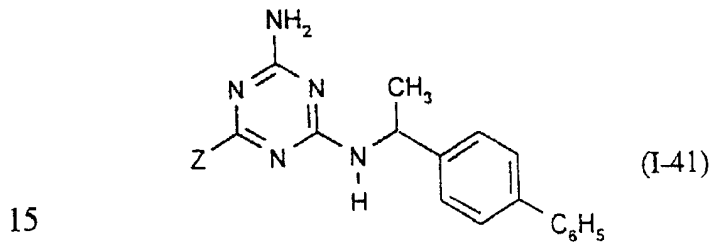
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 40 组



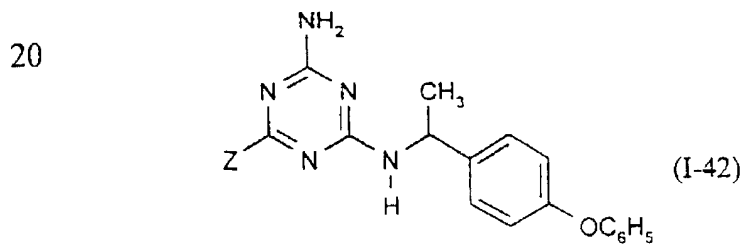
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 41 组



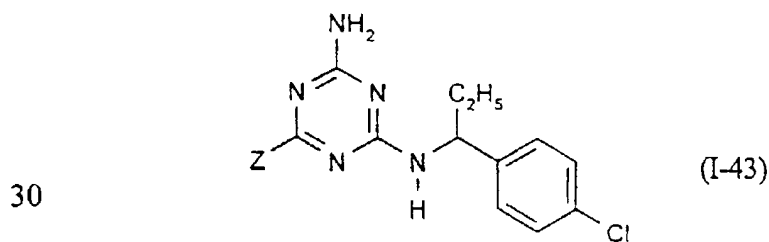
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 42 组



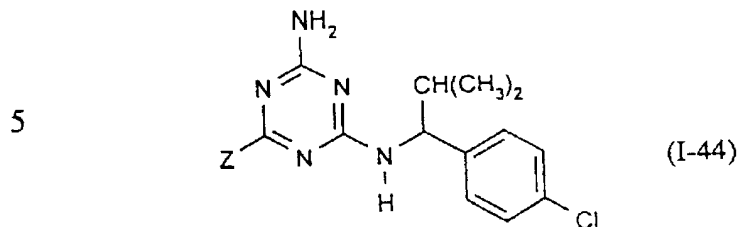
25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 43 组



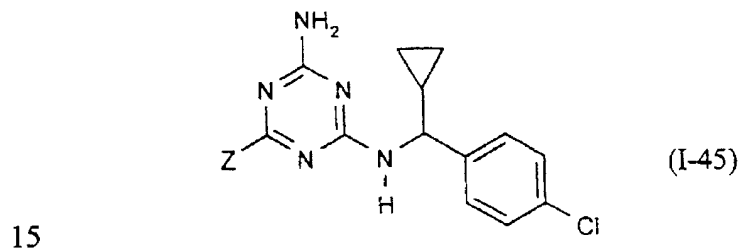
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 44 组



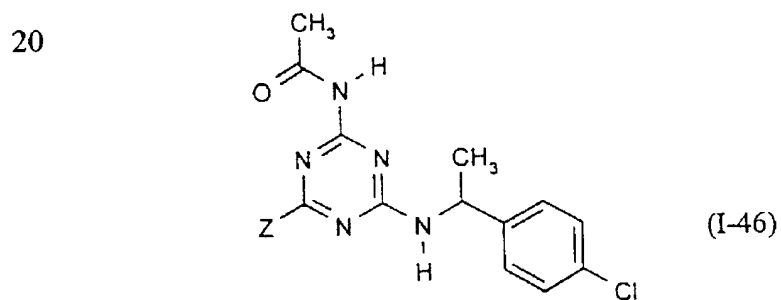
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 45 组

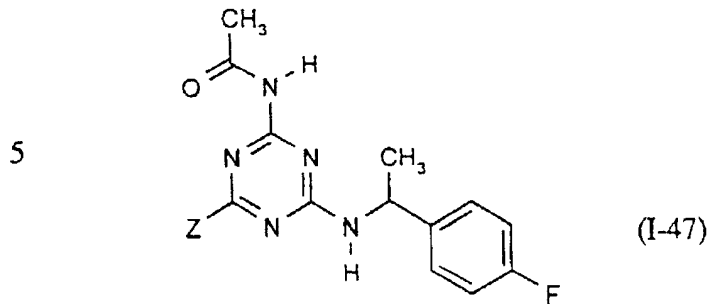


这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

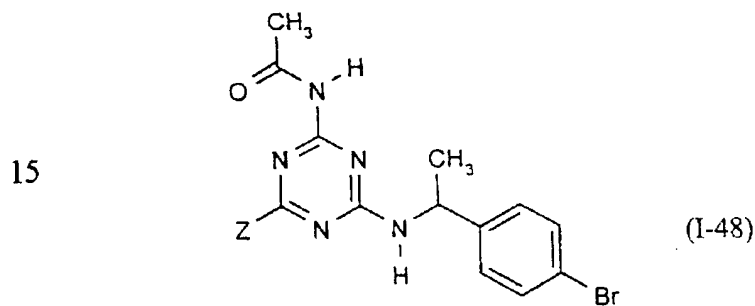
第 46 组



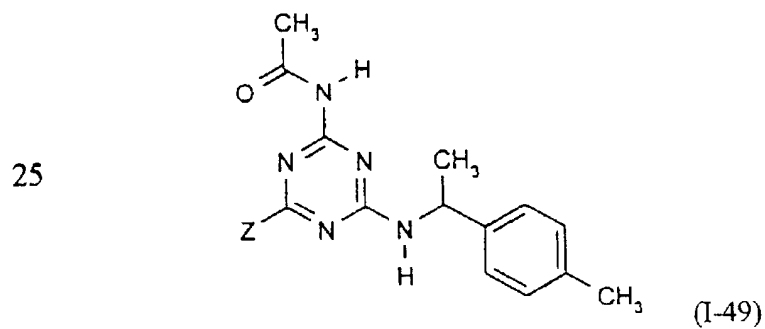
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 47 组

10 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 48 组

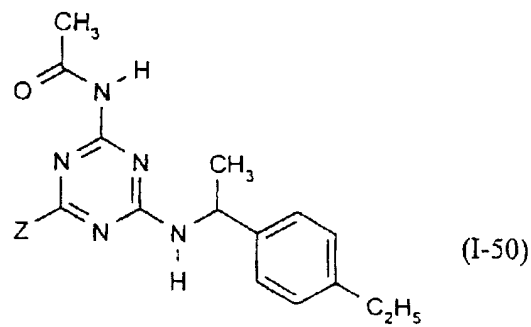
20 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 49 组

30 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 50 组

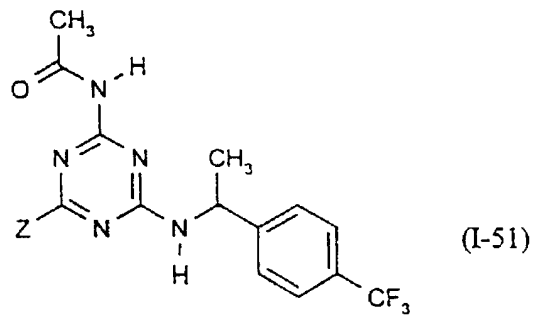
5



10 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 51 组

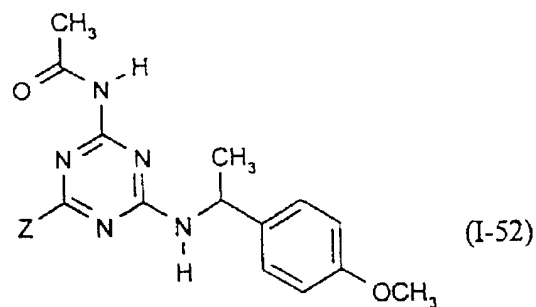
15



20 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 52 组

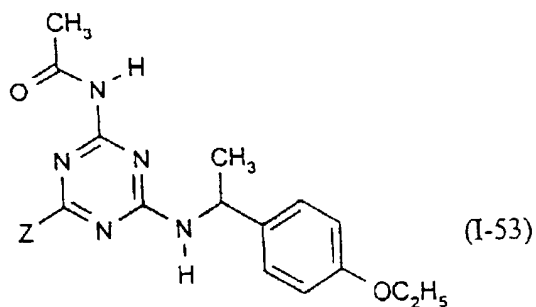
25



30 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 53 组

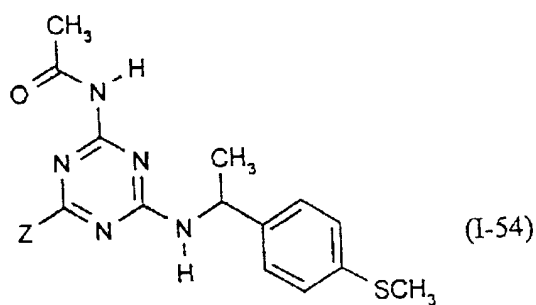
5



10 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 54 组

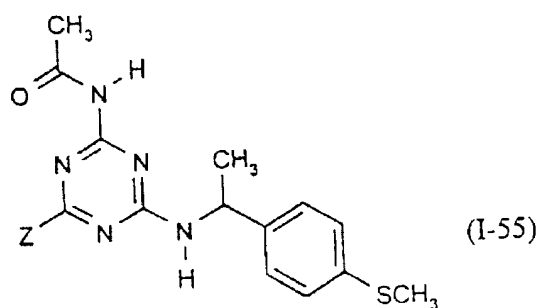
15



20 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

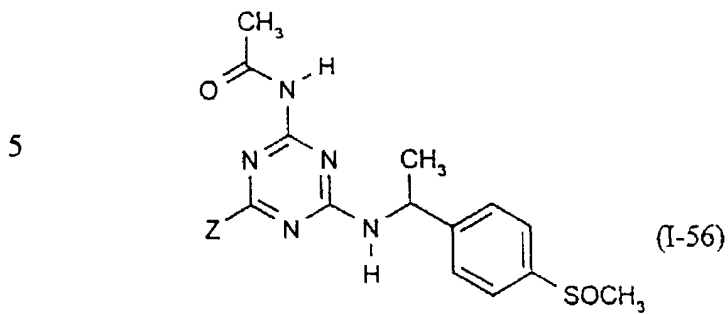
第 55 组

25

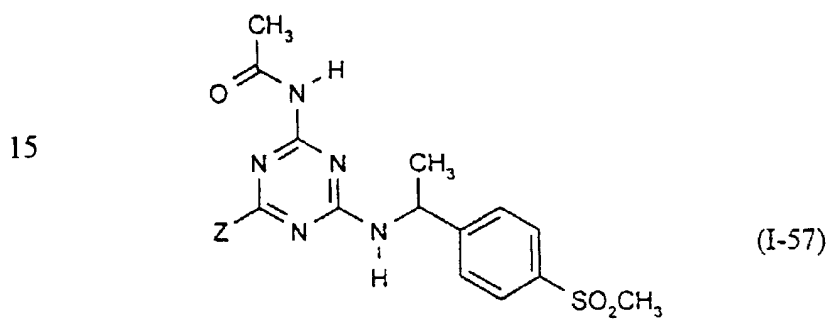


30

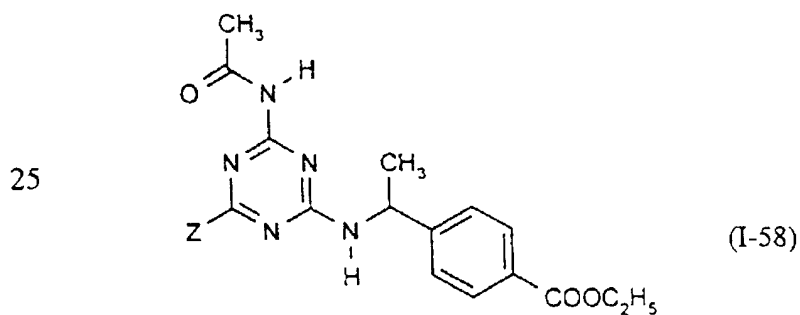
这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 56 组

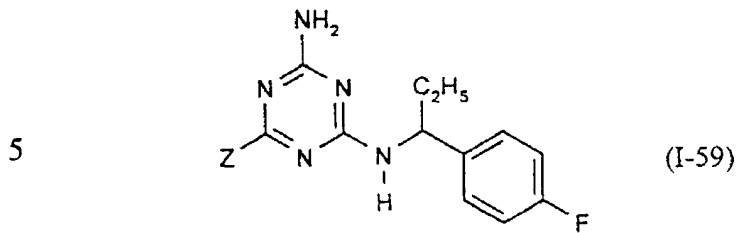
10 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 57 组

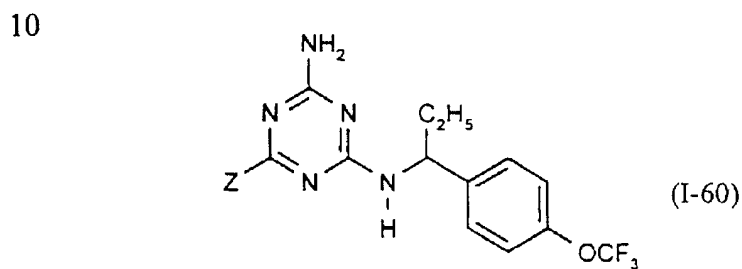
20 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 58 组

30 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

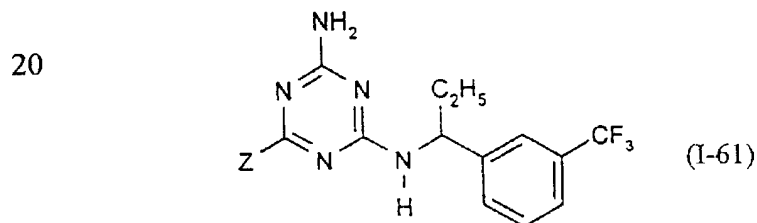
第 59 组

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

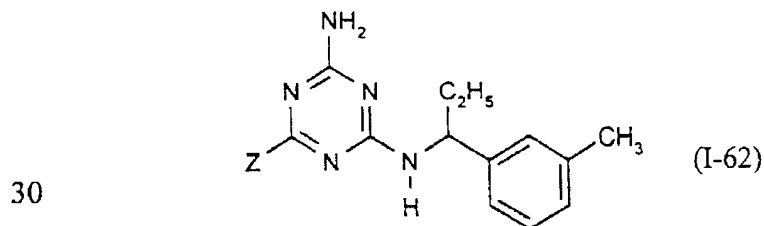
第 60 组

15

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 61 组

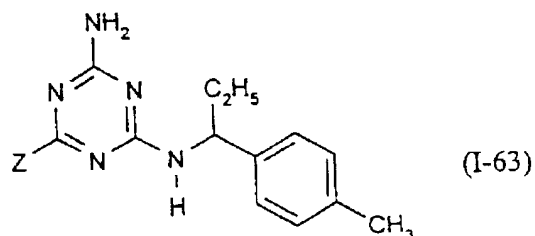
25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 62 组

这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 63 组

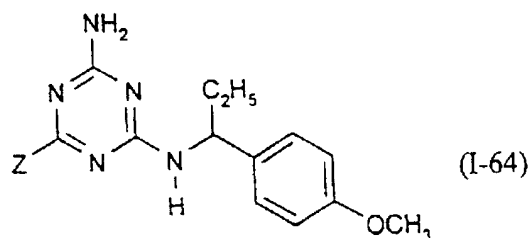
5



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

10 第 64 组

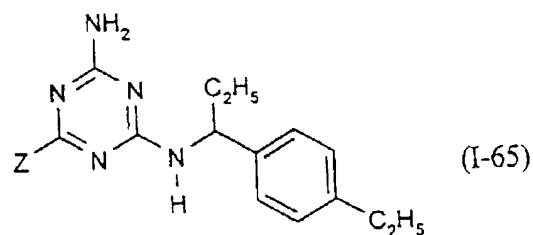
15



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 65 组

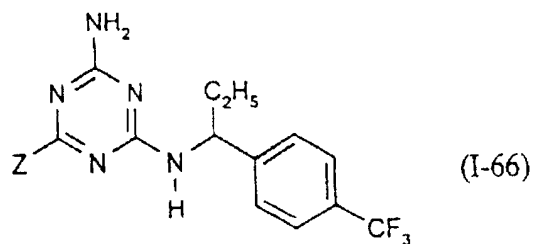
20



25 这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

第 66 组

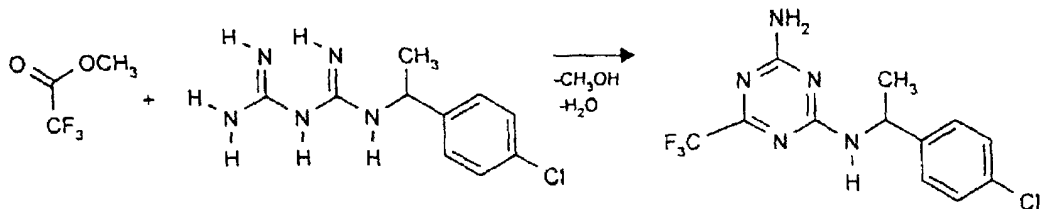
30



这里 Z 具有例如上面第 1 组中给出的定义。

使用例如 1-[1-(4-氯-苯基)-乙基]双胍和三氟乙酸甲酯为起始物, 则本发明方法 (a) 的反应过程可以通过下面的反应式来详细说明:

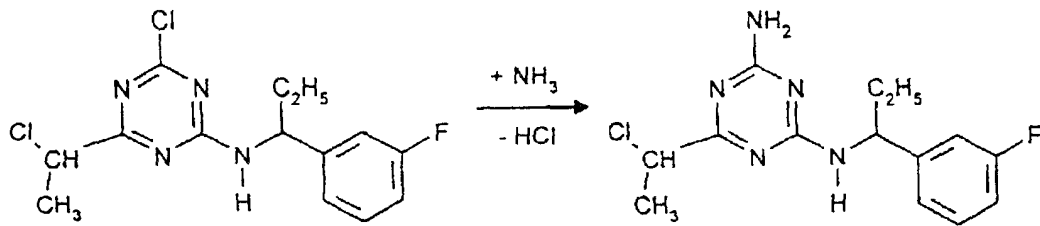
5



10

使用例如 2-氯-4-[1-(3-氟-苯基)-丙基氨基]-6-(1-氯-乙基)-1,3,5-三嗪和氨为起始物, 则本发明方法 (b) 的反应过程可以通过下面的反应式来详细说明:

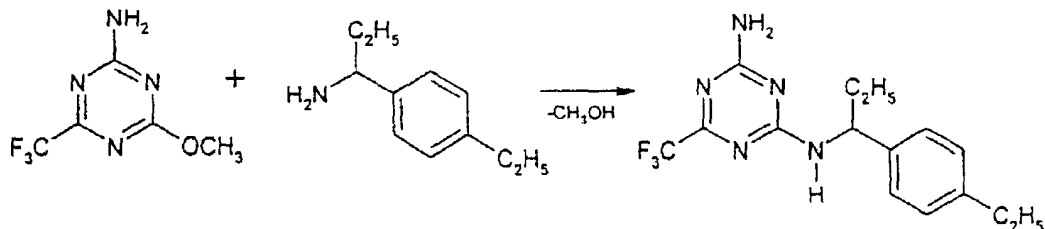
15



20

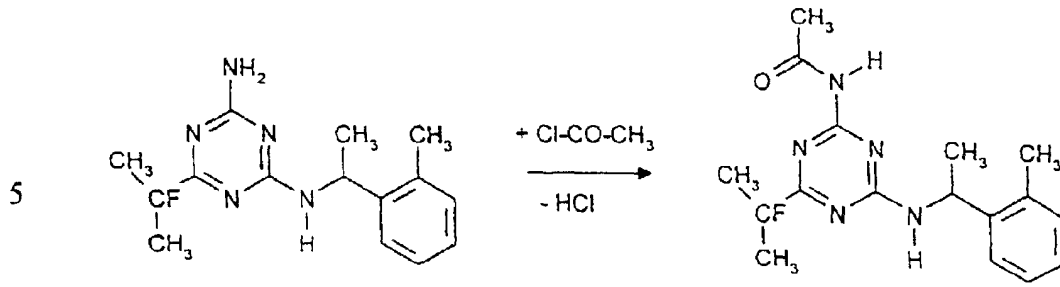
使用例如 2-氨基-4-甲氧基-6-三氟甲基-1,3,5-三嗪和 1-(4-乙基-苯基)-丙基胺为起始物, 则本发明方法 (c) 的反应过程可以通过下面的反应式来详细说明:

25



30

使用例如 2-氨基-4-(1-氯-1-甲基-乙基)-6-[1-(2-甲基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪和乙酰氯为起始物, 则本发明方法 (d) 的反应过程可以通过下面的反应式来详细说明:



式(II)提供了在制备式(I)的化合物的本发明方法(a)中用作起
10 始物的取代的双胍的一般定义。在式(II)中, R^1 , R^2 , R^3 和 X 各自优选
地或特别地具有上文已经指出的, 与描述本发明式(I)化合物相关的,
作为优选的或特别优选的 R^1 , R^2 , R^3 和 X 的那些定义。

式(II)的取代的双胍的例子--其中各种情况下优选给出外消旋
15 体, R-对映体和 S-对映体--可以提到的是:

1-(1-(2-氟-苯基)-乙基)-, 1-(1-(3-氟-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-
氟-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-氯-苯基)-乙基)-, 1-(1-(3-氯-苯基)-
乙基)-, 1-(1-(4-氯-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-溴-苯基)-乙基)-,
1-(1-(3-溴-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-溴-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-
20 硝基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(3-硝基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-硝基-
苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-甲基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(3-甲基-苯
基)-乙基)-, 1-(1-(4-甲基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-三氟甲基-苯
基)-乙基)-, 1-(1-(3-三氟甲基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-三氟甲基
-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-甲氧基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(3-甲氧基-
25 苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-甲氧基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-二氟甲氧
基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-二氟甲氧基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-
二氟甲氧基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-三氟甲氧基-苯基)-乙基)-,
1-(1-(3-三氟甲氧基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-三氟甲氧基-苯基)-
乙基)-, 1-(1-(2-甲氧羰基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-乙氧羰基-苯
30 基)-乙基)-, 1-(1-(4-甲氧羰基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-乙氧羰基-
苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-甲硫基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-甲硫基-
苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-甲基亚磺酰基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(4-甲

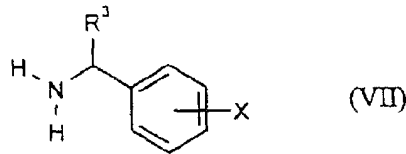
基亚磺酰基-苯基)-乙基)-, 1-(1-(2-甲基磺酰基-苯基)-乙基)-和
1-(1-(4-甲基磺酰基-苯基)-乙基)-双胍。

式(II)的化合物的合适的酸加成物是与质子酸的加成产物, 例如
5 与盐酸, 氢溴酸, 硫酸, 甲磺酸, 苯磺酸和对甲苯磺酸。

除了 1-[1-(4-三氟甲基-苯基)-乙基]-双胍(参见 US 3860648)
外的通式(II)的起始物迄今为止还没有在文献中公开; 除了 1-[1-
(4-三氟甲基-苯基)-乙基]-双胍外, 式(II)的起始物作为新的物质
是本申请主题的一部分。

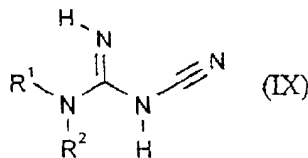
10

如果适当在反应助剂例如氯化氢存在下, 和如果适当在稀释剂例
如正癸烷或 1,2-二氯-苯存在下, 在 100°C 和 200°C 之间的温度下, 当
通式(VII)的取代的苯基烷基胺--和/或通式(VII)的化合物的酸加成
物, 例如盐酸盐--与通式(IX)的氰基胍反应时, 得到通式(II)的取代
15 的双胍,



20

其中
R³ 和 X 各自如上定义,



25

其中
R¹ 和 R² 各自如上定义(参见 US 3860648, 制备实施例)。

30

需要用作本发明目的的前体的式(VII)的取代的苯基烷基胺是已
知的和/或可以通过本身已知的方法制备(参见 DE 2442845; DE

4038356; EP 490175, US 5300437; J. Am. Chem. Soc. 105(1983), 1578-1584; 四面体:Asymmetry 4(1993), 209-2100; Biotechnol. Tech. 10(1996), 335-338--引述在 CA 125:58008).

5 式(IX)的氨基脒是用于合成的已知的化合物。

式(III)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(a)中也用作起始物的烷氧羰基化合物的一般定义。在式(III)中,Z优选地或特别地具有上文已经指出的,与描述本发明式(I)化合物相关的,作为优选的或特别优选的Z的定义;R'优选代表具有1-4个碳原子的烷基,特别代表甲基或乙基。

式(III)的起始物是用于合成的已知的化合物。

式(IV)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(b)中要用作起始物的取代的氨基三嗪的一般定义。在式(IV)中, R^3 , X和Z优选地或特别地具有上文已经指出的,与描述本发明式(I)化合物相关的,作为优选的或特别优选的 R^3 , X和Z的定义; X^1 优选代表氟,氯,溴或C₁-C₄-烷氧基,特别代表氟,氯,甲氧基或乙氧基。

通式(IV)的起始物是已知的和/或可以通过本身已知的方法制备(参见 EP 300313)。

20 式(V)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(b)中也用作起始物的氮化合物的一般定义。在式(V)中, R^1 和 R^2 各自优选地或特别地具有上文已经指出的,与描述本发明式(I)化合物相关的,作为优选的或特别优选的 R^1 和 R^2 的定义。

通式(V)的起始物是用于合成的已知的化合物。

25 式(VI)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(c)中要用作起始物的取代的氨基三嗪的一般定义。在式(VI)中, R^1 , R^2 和Z优选地或特别地具有上文已经指出的,与描述本发明式(I)化合物相关的,作为优选的或特别优选的 R^1 , R^2 和Z的定义; X^2 优选代表氟,氯,溴或C₁-C₄-烷氧基,特别代表氟,氯,甲氧基或乙氧基。

30 通式(VI)的起始物是已知的和/或可以通过本身已知的方法制备(参见 W095/11237)。

式(VII)提供了在本发明方法(c)中也用作起始物的氨基化合物的一般定义。在式(VII)中, R^3 和 X各自优选地或特别地具有上文已经指出的, 与描述本发明式(I)化合物相关的, 作为优选的或特别优选的 R^3 和 X的定义。

5

通式(VII)的起始物是已知的和/或可以通过本身已知的方法制备(参见 DE 2442845; DE 4038356; EP 490175, US 5300437; J. Am. Chem. Soc. 105(1983), 1578-1584; 四面体:Asymmetry4(1993), 2095-2100; Biotechnol. Tech. 10(1996), 335-338--引述在
10 125:58008)。

式(Ia)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(d)中要用作起始物的 2,4-二氨基-1,3,5-三嗪的一般定义。在式(Ia)中, R^1 , R^3 , X和 Z各自优选地或特别地具有上文已经指出的, 与描述本发明式(I)化
15 合物相关的, 作为优选的或特别优选的和 R^1 , R^3 , X和 Z的定义。

作为新的化合物, 通式(Ia)的起始物也是本申请主题的部分; 它们可以通过本发明方法(a), (b)或(c)来制备。

式(VIII)提供了在制备式(I)化合物的本发明方法(d)中也用作起始物的烷基化、酰化或磺酰化试剂的一般定义。在式(VIII)中, R^2 优选地或特别地具有上文已经指出的, 与描述本发明式(I)化合物相关的, 作为优选的或特别优选的 R^2 的定义; Y优选代表氟, 氯, 溴, 碘, 甲氧基, 乙氧基, 甲氧基磺酰基氧基, 乙氧基磺酰基氧基, 乙酰氧基或
25 丙酰氧基。

通式(VIII)的起始物是用于合成的已知的化合物。

如果适当, 制备式(I)的化合物的本发明方法使用反应助剂进行。方法(a), (b), (c)和(d)的合适的反应助剂是常规无机或有机碱或者酸受体。它们优选包括碱土金属或碱金属乙酸盐, 氨基化物, 碳酸盐, 碳酸氢盐, 氢化物, 氢氧化物或烷氧化物, 例如乙酸钠, 乙酸钾或乙酸
30 钙, 氨基化锂, 氨基化钠, 氨基化钾或氨基化钙, 碳酸钠, 碳酸钾或碳酸钙, 碳酸氢钠, 碳酸氢钾或碳酸氢钙, 氢化锂, 氢化钠, 氢化钾或氢化钙,

氢氧化锂, 氢氧化钠, 氢氧化钾或氢氧化钙, 甲醇钠, 乙醇钠, 正-或异-丙醇钠, 正-、异-、仲-或叔-丁醇钠, 甲醇钾, 乙醇钾, 正-或异-丙醇钾, 正-、异-、仲-或叔-丁醇钾, 还有碱性有机氮化合物, 例如三甲胺, 三乙胺, 三丙胺, 三丁胺, 乙基-二异丙基胺, N, N-二甲基环己基胺, 二环己基胺, 乙基二环己基胺, N, N-二甲基苯胺, N, N-二甲基苄基胺, 吡啶, 2-甲基-、3-甲基-、4-甲基-、2, 4-二甲基-、2, 6-二甲基-、3, 4-二甲基-和 3, 5-二甲基-吡啶, 1, 4-二氮杂双环[2.2.2]-辛烷 (DABCO), 1, 5-二氮杂双环[4.3.0]-壬-5-烯 (DBN) 或 1, 8-二氮杂双环[5.4.0]-十一-7-烯 (DBU).

10

如果适当, 进行本发明方法 (a), (b), (c) 和 (d) 的合适的稀释剂是惰性有机溶剂。它们特别包括脂肪族、脂环族或芳香族的任选卤化的烃, 例如汽油, 苯, 甲苯, 二甲苯, 氯苯, 二氯苯, 石油醚, 己烷, 环己烷, 二氯甲烷, 氯仿, 四氯化碳; 醚类, 例如乙醚, 二异丙基醚, 二噁烷, 四氢呋喃或乙二醇二甲基醚或乙二醇二乙基醚; 酮类, 例如甲基异丙基酮或甲基异丁基酮; 腈类, 例如乙腈, 丙腈或丁腈; 酰胺类, 例如 N, N-二甲基甲酰胺, N, N-二甲基乙酰胺, N-甲基-N-甲酰苯胺, N-甲基-吡咯烷酮或六甲基磷酰三胺; 酯类, 例如乙酸甲酯, 乙酸乙酯, 乙酸正-或异-丙酯, 乙酸正-、异-或叔-丁酯; 亚砷类, 例如二甲亚砷; 醇类, 例如甲醇, 乙醇, 正-或异-丙醇, 正-、异-、仲-或叔-丁醇, 乙二醇单甲基醚, 乙二醇单乙基醚, 二甘醇单甲基醚, 二甘醇单乙基醚, 它们与水的混合物或者纯水。

15
20

进行本发明方法 (a), (b), (c) 和 (d) 时, 反应温度可以在相当宽的范围内变化。一般情况下, 反应在 0℃ 和 300℃ 之间的温度下进行, 优选在 10℃ 和 250℃ 之间的温度下进行。

25

本发明方法 (a), (b), (c) 和 (d) 一般在大气压下进行。但是也可以在高压或低压下进行本发明方法——一般在 0.1 至 10 巴之间。

在实施本发明方法时, 一般以大约等摩尔量使用起始物。但是, 也可以以相对大的过量使用其中之一起始物组分。反应一般在合适的稀释剂中在反应助剂存在下进行, 并且反应混合物一般在需要的温度下搅拌数小时。通过常规方法进行后处理(参见制备实施例)。

30

本发明活性化合物可以用作脱叶剂,干燥剂,杀稻草剂,特别是作为杀杂草剂。从广义上说,所谓杂草应被理解是在其所不期望的地点生长的所有植物。本发明物质是作为灭生性除草剂还是选择性除草剂主要取决于使用的量。

与例如下面的植物相关,可以使用本发明活性化合物:

双子叶杂草种类:芥属(Sinapis),独行菜属(Lepidium),猪殃殃属(Galium),繁缕属(Stellaria),母菊属(Matricaria),春黄菊属(Anthemis),辣子草(Galinsoga),藜属(Chenopodium),荨麻属(Urtica),千里光属(Senecio),苋属(Amaranthus),马齿苋属(Portulaca),苍耳属(Xanthium),旋花属(Convulvulus),甘薯属(Ipomoea),蓼属(Polygonum),田菁(Sesbania),豚草属(Ambrosia),菊属(Cirsium),飞廉属(Carduus),苦苣菜属(Sonchus),茄属(Solanum),焊菜属(Rorippa),水松叶属(Rotala),母草属(Lindernia),野苘麻属(Lamium),婆婆纳属(Veronica),苘麻属(Abutilon),刺果(Emex),曼陀罗属(Datura),堇菜属(Viola),鼬瓣花属(Galeopsis),罂粟属(Papaver),矢车菊属(Centaurea),车轴草属(Trifolium),毛茛属(Ranunculus)和蒲公英属(Taraxacum).

双子叶作物种类:棉属(Gossypium),大豆属(Glycine),Beta,胡萝卜属(Daucus),菜豆属(Phaseolus),豌豆属(Pisum),茄属(Solanum),亚麻属(Linum),甘薯属(Ipomoea),巢菜属(Vicia),烟草属(Nicotiana),番茄属(Lycopersicon),花生(Arachis),芥属(Brassica),莴苣属(Lactuca),香瓜属(Cucumis),和臭瓜(Cucurbita).

单子叶杂草种类:稗属(Echinochloa),狗尾草属(Setaria),黍属(Panicum),马唐属(Digitaria),梯牧属(Phleum),早熟禾属(Poa),羊茅属(Festuca),蟋蟀菜属(Eleusine),臂形草属(Brachiaria),黑麦草属(Lolium),雀麦属(Bromus),燕麦属(Avena),莎草属(Cyperus),蜀黍属(Sorghum),冰草属(Agropyron),Cynodon,雨久花

属 (Monchoria), 飘拂草属 (Fimbristylis), 慈姑 (Sagittaria), 荸荠属 (Eleocharis), 薹草 (Scirpus), 雀稗草 (Paspalum), Ischaemum, 尖瓣花属 (Sphenoclea), 龙爪茅属 (Dactyloctenium), 剪股颖属 (Agrostis), 看麦娘属 (Alopecurus), Apera 和 Phalaris.

5

单子叶作物种类: 稻属 (Oryza), 玉米属 (Zea), 小麦属 (Triticum), 大麦属 (Hordeum), 燕麦属 (Avena), 黑麦属 (Secale), 蜀黍属 (Sorghum), 黍属 (Panicum), 甘蔗 (Saccharum), 菠萝 (Ananas), 天门冬属 (Asparagus) 和葱属 (Allium).

10

但是本发明活性化合物的用途不受这些种类的限制, 而是以相同的方式扩展到其它植物。

15

根据浓度, 本发明化合物适于例如在工业场所和铁道, 有或没有树木的路或广场上全部控制杂草。这些化合物同样被用来在多年生种植植物场所, 草坪, 运动场和牧场控制杂草, 所述多年生种植植物场所例如树林, 装饰性种植的树, 果园, 葡萄园, 柠檬园, 坚果园, 香蕉种植园, 咖啡种植园, 茶种植园, 橡胶种植园, 油棕种植园, 可可种植园, 软果种植植物和蛇麻草田, 以及用来在年生种植植物场所选择性控制杂草。

20

本发明式 (I) 化合物特别适用于在芽前和芽后在单子叶和双子叶农作物中选择性控制单子叶和双子叶杂草。

25

活性化合物可以配制成常规制剂, 例如溶液、乳液、可湿性粉末、悬浮液、粉剂、细粉剂、糊剂、可溶性粉末、颗粒剂、混悬乳油、和浸有活性化合物的天然和合成材料, 以及包裹在聚合物中的细微胶囊。

这些型剂是用已知的方式生产的, 例如, 通过将活性化合物与扩充剂即液体溶剂和/或固体载体混合, 并任选使用表面活性剂, 即乳化剂和/或分散剂和/或起泡剂。

30

如果使用的扩充剂是水, 则也可以用例如有机溶剂作助溶剂。合适的液体溶剂主要有: 芳族化合物如二甲苯、甲苯或烷基苯, 氯代芳族化合物和氯代脂肪烃如氯代苯类、氯乙烯类或二氯甲烷, 脂肪烃如环己烷或石蜡例如矿物油馏份、矿物油和植物油, 醇类如丁醇或乙二

醇以及其醚和酯，酮类如丙酮、甲乙酮、甲基异丁基酮或环己酮，强极性溶剂如二甲基甲酰胺和二甲基亚砷，以及水。

合适的固体载体是：例如铵盐，磨碎的天然矿物质如高岭土、粘土、滑石、白垩、石英、硅镁土、蒙脱石或硅藻土，和磨碎的合成矿物质，如高分散二氧化硅、矾土和硅酸盐；用于颗粒剂的适合的固体载体有：例如压碎和破碎的天然矿物质如方解石、大理石、浮石、海泡石和白云石，以及有机和无机粉的合成颗粒，和如下有机物的颗粒：例如锯木屑、椰壳、玉米穗轴和烟茎；适合的乳化剂和/或起泡剂有：例如非离子和阴离子乳化剂，如聚氧乙烯脂肪酸酯、聚氧乙烯脂肪醇醚，例如，烷基芳基聚乙二醇醚，烷基磺酸盐，烷基硫酸盐，芳基磺酸盐以及蛋白水解产物；适合的分散剂有：例如，木素亚硫酸废液和甲基纤维素。

制剂中可以使用粘合剂如羧甲基纤维素和粉状、颗粒或乳胶形式的天然和合成聚合物，如阿拉伯胶、聚乙烯醇和聚乙酸乙烯酯，以及天然磷脂如脑磷脂和卵磷脂和合成磷脂。其它可能的添加剂是矿物油和植物油。

也可以使用染料，如无机颜料，例如氧化铁、氧化钛和普鲁士蓝，和有机染料，如茜素染料、偶氮染料和金属酞菁染料，和微量营养素如铁、锰、硼、铜、钴、钼和锌的盐。

一般情况下，制剂含有 0.1 - 95% 重量的活性化合物，优选 0.5 - 90%。

对于控制杂草，本发明活性化合物本身或其制剂形式也可以作为与已知除草剂的混合物使用，可以是最终制剂或容器混合物。

适用于所述混合物的可能的成分是已知的除草剂，例如乙草胺，三氯羧草醚(钠盐)，苯草醚，甲草胺，禾草灭(钠盐)，莠灭净，amidochlor, amidosulfuron, 磺草灵，莠去津，azimsulfuron, 除草灵，吡草黄，苄嘧草隆(-甲酯)，灭草松，吡草酮，新燕灵(-乙酯)，双丙氨酰膦，甲羧除草醚，溴丁酰草胺，溴酚脞，溴苯腈，丁草胺，丁草特，cafenstrole, 卡草胺，甲氧除草醚，灭草平，杀草敏，氯嘧黄隆(-乙酯)，草枯醚，氯黄隆，氯麦隆，环庚草醚，醚草隆，烯草酮，clodinafop(-propargyl), 异噁草酮，二氯吡啶酸，clopyrasulfuron, cloransulam(-methyl), cumyluron, 氯草

津, 灭草特, cyclosulfamuron, 噻草酮, cyhalofop(-butyl), 2,
 4-滴, 2, 4-滴丁酸, 2, 4-滴丙酸, 甜菜安, 燕麦敌, 麦草畏,
 禾草灵(-甲酯), 双苯唑快, 吡氟草胺, 丁恶隆, 喉草丹, 二甲草
 胺, 二甲丙乙净, dimethenamid, 氨基乙氟灵, 双苯酰草胺, 敌草快,
 5 氟硫草定, 敌草隆, 杀草隆, EPTC, 禾草畏, 乙丁烯氟灵,
 ethametsulfuron(-methyl), 乙唑草黄, ethoxyfen, etobenzanid,
 噁唑禾草灵, 麦草伏(-异丙酯), 麦草伏(-异丙酯-L), 麦草
 伏(-甲酯), 啶嘧黄隆, 吡氟禾草灵(-丁酯), flumetsulam,
 flumiclorac(-pentyl), flumioxazin, flumipropyn, 伏草隆, 氟咯草
 10 酮, 乙羧氟草醚(-乙酯), 胺草唑, fluproacil, 芬丁酸, 氟定
 酮, 氟草烟, 啶嘧醇, 唑草酮, 氟黄胺草醚, 草铵膦(-铵盐), 草
 甘膦(-异丙基铵盐), halosafen, 吡氟氟禾灵(-乙氧基乙酯),
 环嗪酮, 咪草酯(-甲酯), imazamethapyr, imazamox, 灭草烟,
 灭草啞, 咪草烟, imazosulfuron, 碘苯腈, 异丙乐灵, 异丙隆,
 15 isoxaben, isoxaflutole, 噁草醚, 乳氟禾草灵, 环草定, 利谷隆,
 MCPA, MCPP, 苯噻草胺, 苯嗪草酮, 吡草安, 甲基苯噻隆,
 metobenzuron, 秀谷隆, 丙草安, metosulam, 甲氧隆, 嗪草酮, 甲黄
 隆(-甲酯), 嗪草酮, 草达灭, 绿谷隆, 萘丙胺, 萘氧丙草胺, 草
 不隆, 烟嘧黄隆, 啞草伏, 坪草丹, 安磺灵, 噁草酮, 乙氧氟草醚,
 20 百草枯, 二甲戊乐灵, 甜菜宁, 喉草磷, 丙草安, 氟嘧黄隆(-甲酯),
 扑草净, 毒草安, 敌稗, 噁草酯, 戊炔草胺, 苜草丹, prosulfuron,
 吡啶特, 吡嘧黄隆(-乙酯), 苜草唑, 稗草畏, 啞草特,
 pyriothiobac(-sodium), 二氯喹啉酸, 喹草酸, 喹禾灵(-乙酯),
 喹禾灵(-四氢糠基酯), rimsulfuron, 稀禾定, 西玛津, 西草净,
 25 sulcotrione, sulfentrazone, 嘧黄隆(-甲酯), 草甘膦, 牧草胺,
 特丁噻草隆, 特丁津, 特丁净, thenylchlor, thiaflumide,
 thiazopyr, thidiazimin, 噻黄隆(-甲酯), 杀草丹, 仲草丹, 脞
 草酮, 野燕畏, 醚苯黄隆, 苯黄隆(-甲酯), 绿草定, 灭草环, 氟
 乐灵和 triflusulfuron.

30 也可能是与其它已知活性化合物的混合物, 所述其它活性化合物
 是例如杀真菌剂, 杀昆虫剂, 杀螨剂, 杀线虫剂, 鸟驱避剂, 植物营养剂
 和改善土壤结构的试剂。

这些活性化合物可以使用其本身,以其制剂形式使用,或者以通过进一步稀释而从中制备的使用形式使用,例如即用型溶液,混悬剂,乳剂,粉剂,糊剂和颗粒剂。它们可以以常规方式使用,例如通过浇灌,喷雾,弥雾或播撒。

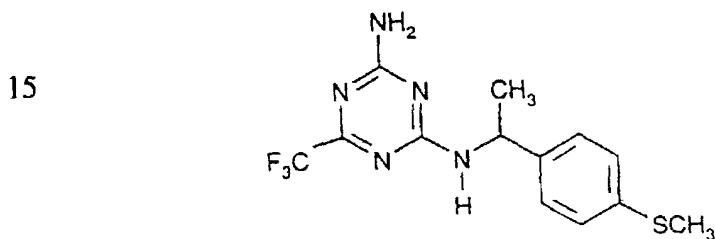
5 本发明活性化合物可以在植物芽前或芽后施用。其也可以在播种前掺合到土壤中。

使用的活性化合物的量可以在一个宽的范围变化。这主要取决于期望的效果的性质。一般情况下,使用的量在每公顷土壤面积使用 1g-10kg 活性化合物,优选每公顷土壤面积使用 5g-5kg 活性化合物。

10 根据下面的实施例可以说明本发明活性化合物的制备和应用。

制备实施例

实施例 1



(方法 (a))

20 在 20℃-35℃ 下,搅拌下,向 20.4g (80mmol) 1-[1-(4-甲基-苯基)-乙基]-双胍(外消旋), 13g (80mmol) 三氟乙酸乙酯和 100ml 甲醇的混合物中滴加在 15ml 甲醇中的 4.6g (85mmol) 甲醇钠溶液,然后反应混合物在室温(大约 20℃)下又搅拌 15 小时。混合物与二氯甲烷和水一起振荡,并分离有机相,用 1%强度的氢氧化钠水溶液洗涤,硫酸钠干燥并过滤。在水泵真空下小心浓缩滤液,残余物通过用石油醚消化

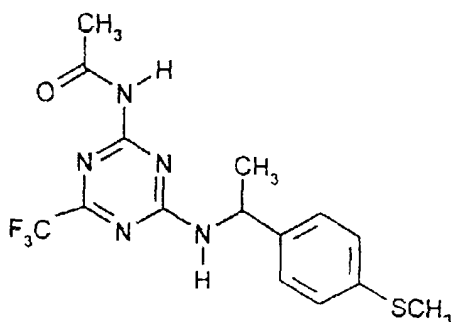
25 结晶,吸滤分离产物。

得到 12.4g (理论量的 47%) 2-氨基-4-三氟甲基-6-[1-(4-甲基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪(外消旋体),熔点 111℃。

30

实施例 2

5



10 (方法(d))

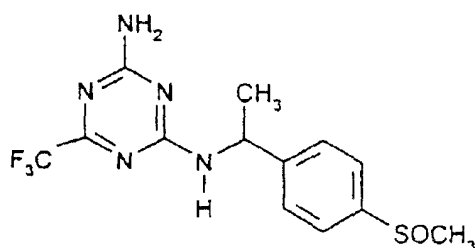
16.5g (50mmol) 2-氨基-4-三氟甲基-6-[1-(4-甲硫基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪(外消旋体)和 60ml 乙酸酐的混合物在 130℃ 搅拌 3 小时,冷却到室温(大约 20℃),然后与 200ml 水混合,并且在室温下再搅拌 1 小时。然后吸滤分离得到的结晶产物。

15

得到 13.3g (理论量的 72%) 2-乙酰基氨基-4-三氟甲基-6-[1-(4-甲硫基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪(外消旋体),熔点 132℃。

实施例 3

20



25

(接下来的反应)

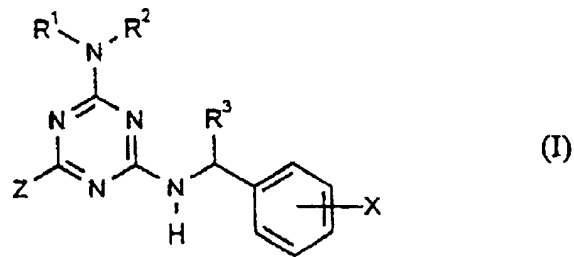
用 30 分钟的时间,搅拌下向 6.6g (20mmol) 2-氨基-4-三氟甲基-6-[1-(4-甲硫基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪(外消旋体)和 80ml 二氯甲烷的混合物加入 5g 3-氯-过苯甲酸(大约 60%强度),然后将反应混合物在室温(大约 20℃)下再搅拌 1 小时。混合物依次用水和 5% 强度的氨水溶液洗涤,硫酸钠干燥并过滤。水泵真空下从滤液中小心

30

蒸馏出溶剂。

得到 4.4g (理论量的 64%) 2-氨基-4-三氟甲基-6-[1-(4-甲基亚磺酰基-苯基)-乙基氨基]-1,3,5-三嗪(外消旋体), 是熔点 220℃ (分解) 的固体产物。

通过制备实施例 1-3 的方法, 并且根据本发明制备方法的一般说明, 可以制备例如下面表 1 中列出的式 (I) 的化合物。



5 表1: 式(I)的化合物的实施例

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置) X	Z	物理数据和 立体化学说明
4	H	H	CH ₃	(4-) Cl	Cl	m.p.: 133°C (R-对映体)
5	H	H	CH ₃	(4-) Cl	Cl	m.p.: 133°C (S-对映体)
6	H	SO ₂ CH ₃	CH ₃	(4-) Cl	Cl	(非晶形) (R-对映体)
7	H	SO ₂ CH ₃	CH ₃	(4-) Cl	Cl	(非晶形) (S-对映体)
8	H	H	CH ₃	(4-) Cl	Cl	m.p.: 193°C (外消旋体)
9	H	SO ₂ CH ₃	CH ₃	(4-) Cl	Cl	(非晶形) (外消旋体)
10	H	H	CH ₃	(4-) Cl	SCH ₃	(非晶形) (R-对映体)
11	H	H	CH ₃	(4-) Cl	SCH ₃	(非晶形) (S-对映体)
12	H	H	CH ₃	(4-) Cl	SCH ₃	(非晶形) (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置-) X	Z	物理数据和立 体化学说明
13	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHFCH ₃	(非晶形) (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -133.54
14	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHFCH ₃	(非晶形) (R-对映体) [α] _D ²⁰ = +129.84
15	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 119°C (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -175.39
16	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF(CH ₃) ₂	(非晶形) (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -100.61
17	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF ₂ CF ₃	(非晶形) (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -121.76
18	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CHFCH ₃	m.p.: 116°C (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -156.85
19	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	(非晶形) (S-对映体) [α] _D ²⁰ = -117.31

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
20	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CF ₃	m.p.: 140°C (S- 对映体) [α] _D ²⁰ = -193.46
21	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 119°C (R- 对映体) [α] _D ²⁰ = +169.03
22	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF(CH ₃) ₂	(非晶形) (R- 对映体) [α] _D ²⁰ = +107.30
23	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF ₂ CF ₃	(非晶形) (R- 对映体) [α] _D ²⁰ = +18.77
24	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CF ₃	m.p.: 230°C (外消旋体)
25	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CF ₃	m.p.: 162°C (外消旋体)
26	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CF ₃	m.p.: 235°C (外消旋体)
27	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
28	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
29	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CH ₃	(非晶形) (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置-)X	Z	物理数据和立 体化学说明
30	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SCH ₃	CH ₃	m.p.: 170°C (外消旋体)
31	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SOCH ₃	CH ₃	m.p.: 193°C (外消旋体)
32	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SO ₂ CH ₃	CH ₃	m.p.: 205°C (外消旋体)
33	H	H	CH ₃	(4-)SCH ₃	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
34	H	H	CH ₃	(4-)SOCH ₃	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
35	H	H	CH ₃	(4-)SO ₂ CH ₃	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
36	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SCH ₃	CHFCH ₃	m.p.: 121°C (外消旋体)
37	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SOCH ₃	CHFCH ₃	m.p.: 193°C (外消旋体)
38	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SO ₂ CH ₃	CHFCH ₃	m.p.: 212°C (外消旋体)
39	H	H	CH ₃	(4-)SCH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 80°C (外消旋体)
40	H	H	CH ₃	(4-)SOCH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 215°C (外消旋体)
41	H	H	CH ₃	(4-)SO ₂ CH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 170°C (外消旋体)
42	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)SCH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 102°C (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
43	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 192°C (外消旋体)
44	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 195°C (外消旋体)
45	H	H	CH ₃	(3-) Br	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 136°C (外消旋体)
46	H	H	CH ₃	(3-) CF ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 137°C (外消旋体)
47	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 106°C (外消旋体)
48	H	H	CH ₃	(3-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	²⁰ _D = 1.5440 (外消旋体)
49	H	H	CH ₃	(4-) C(CH ₃) ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 160°C (外消旋体)
50	H	H	CH ₃	(2-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	m.p.: 117°C (外消旋体)
51	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	OH	m.p.: >240°C (外消旋体)
52	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CF ₃	(R- 对映体)
53	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CF ₃	(R- 对映体)
54	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CF ₃	(S- 对映体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
55	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CHFCH ₃	(R- 对映体)
56	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CHFCH ₃	(R- 对映体)
57	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CHFCH ₃	(S- 对映体)
58	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	(R- 对映体)
59	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	(R- 对映体)
60	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) CH ₃	CF(CH ₃) ₂	(S- 对映体)
61	H	H	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(外消旋体)
62	H	H	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(R- 对映体)
63	H	H	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(S- 对映体)
64	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(外消旋体)
65	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(R- 对映体)
66	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF ₃	(S- 对映体)
67	H	H	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
68	H	H	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(R-对映体)
69	H	H	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(S-对映体)
70	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(外消旋体)
71	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(R-对映体)
72	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CF(CH ₃) ₂	(S-对映体)
73	H	H	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(外消旋体)
74	H	H	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(R-对映体)
75	H	H	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(S-对映体)
76	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(外消旋体)
77	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(R-对映体)
78	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) F	CHFCH ₃	(S-对映体)
79	H	H	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	(非晶形) (外消旋体)
80	H	H	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	(非晶形) (R-对映体)

表1(续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
81	H	H	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	m.p.: 111°C (S-对映体)
82	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	m.p.: 130°C (外消旋体)
83	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	m.p.: 105°C (R-对映体)
84	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) OCH ₃	CF ₃	m.p.: 108°C (S-对映体)
85	H	H	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 145°C (外消旋体)
86	H	H	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	(非晶形) (R-对映体)
87	H	H	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	(非晶形) (S-对映体)
88	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 128°C (外消旋体)
89	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 108°C (R-对映体)
90	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 116°C (S-对映体)
91	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	(非晶形) (外消旋体)
92	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₃ H _{7-i}	(非晶形) (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
93	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHFCl ₂	(非晶形) (外消旋体)
94	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	(非晶形) (外消旋体)
95	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	mp.: 149°C (外消旋体)
96	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
97	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CCl ₂ CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
98	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	mp.: 149°C (外消旋体)
99	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CF ₃	mp.: 99°C (外消旋体)
100	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CH ₂ OCH ₃	mp.: 113°C (外消旋体)
101	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CH ₂ OCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
102	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	mp.: 177°C (外消旋体)
103	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	CH ₂ OCH ₃	mp.: 141°C (外消旋体)
104	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CH ₂ OCH ₃	mp.: 182°C (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
105	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CH ₂ OCH ₃	m.p.: 185°C (外消旋体)
106	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	OH	m.p.: >250°C (外消旋体)
107	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	OH	m.p.: >250°C (外消旋体)
108	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CHCl ₂	m.p.: 125°C (外消旋体)
109	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CHCl ₂	m.p.: 161°C (外消旋体)
110	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CHCl ₂	(非晶形) (外消旋体)
111	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	CHCl ₂	m.p.: 134°C (外消旋体)
112	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CHCl ₂	m.p.: 187°C (外消旋体)
113	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CHCl ₂	m.p.: 221°C (外消旋体)
114	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CH ₂ Cl	m.p.: 109°C (外消旋体)
115	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CH ₂ Cl	(非晶形) (外消旋体)
116	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CH ₂ Cl	(非晶形) (外消旋体)
117	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	CH ₂ Cl	m.p.: 139°C (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
118	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CH ₂ Cl	m.p.: 151°C (外消旋体)
119	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CH ₂ Cl	m.p.: 172°C (外消旋体)
120	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 103°C (外消旋体)
121	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 214°C (外消旋体)
122	H	H	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 145°C (外消旋体)
123	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 111°C (外消旋体)
124	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 155°C (外消旋体)
125	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SO ₂ CH ₃	CHClCH ₃	m.p.: 179°C (外消旋体)
126	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 133°C (外消旋体)
127	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CCl ₂ CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
128	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CCl ₂ CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
129	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 114°C (外消旋体)
130	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 255°C (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
131	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 185°C (外消旋体)
132	H	H	CH ₃	(4-) SCH ₃	C ₃ F _{7-n}	(非晶形) (外消旋体)
133	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	C ₃ F _{7-n}	m.p.: 153°C (外消旋体)
134	H	H	CH ₃	(4-) SOCH ₃	C ₃ F _{7-n}	(非晶形) (外消旋体)
135	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SCH ₃	C ₃ F _{7-n}	m.p.: 124°C (外消旋体)
136	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	C ₃ F _{7-n}	m.p.: 185°C (外消旋体)
137	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) SOCH ₃	C ₃ F _{7-n}	m.p.: 210°C (外消旋体)
138	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ F ₅	m.p.: 130°C (外消旋体)
139	H	H	CH ₃	(4-) Cl	OH	m.p. >260°C (外消旋体)
140	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ F ₅	m.p.: 163°C (外消旋体)
141	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	m.p.: 185°C (外消旋体)
142	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHF ₂ CF ₃	m.p.: 165°C (外消旋体)
143	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	m.p.: 187°C (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
144	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	m.p.: 153°C (外消旋体)
145	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	m.p.: 132°C (外消旋体)
146	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	m.p.: 126°C (外消旋体)
147	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 159°C (外消旋体)
148	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	OH	m.p. >240°C (外消旋体)
149	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	m.p.: 152°C (R- 对映体)
150	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	m.p.: 126°C (R- 对映体)
151	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	(非晶形) (R- 对映体)
152	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	m.p.: 153°C (R- 对映体)
153	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	(非晶形) (R- 对映体)
154	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	m.p.: 155°C (R- 对映体)
155	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHFCF ₃	(非晶形) (R- 对映体)
156	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHFCF ₃	m.p.: 154°C (R- 对映体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
157	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	(非晶形) (R-对映体)
158	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	m.p.: 119°C (R-对映体)
159	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CCl ₂ CH ₃	(非晶形) (R-对映体)
160	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CCl ₂ CH ₃	m.p.: 118°C (R-对映体)
161	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	(非晶形) (R-对映体)
162	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	m.p.: 132°C (R-对映体)
163	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ F ₅	m.p.: 110°C (R-对映体)
164	H	H	CH ₃	(4-) Cl	OH	m.p. >240°C (R-对映体)
165	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	OH	m.p. >240°C (R-对映体)
166	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	(非晶形) (S-对映体)
167	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHFCH ₃	(非晶形) (S-对映体)
168	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	m.p.: 133°C (S-对映体)
169	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	m.p.: 138°C (S-对映体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
170	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	(非晶形) (S-对映体)
171	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	(非晶形) (S-对映体)
172	H	H	CH ₃	(4-) Cl	OH	m.p.: >240°C (S-对映体)
173	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₂ H ₅	m.p.: 182°C (S-对映体)
174	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHFCl ₂	m.p.: 175°C (S-对映体)
175	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHCl ₂	m.p.: 131°C (S-对映体)
176	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ Cl	m.p.: 126°C (S-对映体)
177	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHClCH ₃	m.p.: 110°C (S-对映体)
178	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₂ OCH ₃	m.p.: 155°C (S-对映体)
179	H	H	CH ₃	(4-) Cl	H	m.p.: 178°C (外消旋体)
180	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₃	(非晶形) (外消旋体)
181	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH=CH ₂	(非晶形) (外消旋体)

表1(续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
182	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₃ H _{7-n}	(非晶形) (外消旋体)
183	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	H	m.p.: 198°C (外消旋体)
184	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₃	m.p.: 155°C (外消旋体)
185	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH=CH ₂	m.p.: 142°C (外消旋体)
186	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₃ H _{7-n}	m.p.: 153°C (外消旋体)
187	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₃ H _{7-i}	m.p.: 136°C (外消旋体)
188	H	H	CH ₃	(4-) Cl	C ₅ H _{11-n}	(非晶形) (外消旋体)
189	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	C ₅ H _{11-n}	m.p.: 122°C (外消旋体)
190	H	H	CH ₃	(4-) OCH ₃	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
191	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CF ₃	m.p.: 139°C (外消旋体)
192	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH ₃	m.p.: 144°C (R-对映体)
193	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CHBrCH ₃	(非晶形) (R-对映体)
194	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH(CH ₃) ₂	(非晶形) (R-对映体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
195	H	H	CH ₃	(4-) Cl	CH ₃	(非晶形) (R-对映体)
196	H	H	CH ₃	(4-) Cl	H	(非晶形) (R-对映体)
197	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CH(CH ₃) ₂	(非晶形) (R-对映体)
198	H	COCH ₃	CH ₃	(4-) Cl	CHBrCH ₃	(非晶形) (R-对映体)
199	H	H	CH ₃	(4-) C ₆ H ₅	CF ₃	m.p.: 156°C (外消旋体)
200	H	H	CH ₃	(4-) OC ₆ H ₅	CF ₃	m.p.: 62°C (外消旋体)
201	H	H	C ₂ H ₅	(4-)Cl	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
202	H	H	C ₂ H ₅	(4-)Cl	CF(CH ₃) ₂	(非晶形) (外消旋体)
203	H	H	C ₂ H ₅	(4-)Cl	H	m.p.: 100°C (D.) (外消旋体)
204	H	H	C ₂ H ₅	(4-)Cl	C ₂ H ₅	(非晶形) (外消旋体)
205	H	H	C ₂ H ₅	(4-)Cl	CHClCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
206	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-)Cl	CHFCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
207	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-)Cl	CF(CH ₃) ₂	(非晶形) (外消旋体)

表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
208	H	COCH ₃	C ₂ H ₅	(4-)Cl	H	m.p.: 179°C (外消旋体)
209	H	H	CH ₃	(4-)Cl	CH ₂ CH ₂ - OCH(CH ₃) ₂	(非晶形) (外消旋体)
210	H	H	CH ₃	(4-)Cl	CH ₂ - CH(OCH ₃) ₂	(非晶形) (外消旋体)
211	H	H	CH ₃	(4-)Cl		(非晶形) (外消旋体)
212	H	H	CH ₃	(4-)Cl	C ₉ H ₁₉	(非晶形) (外消旋体)
213	H	H	CH ₃	(4-)Cl	CHBrCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
214	H	H	CH ₃	(4-)Cl	CH ₂ SCH ₃	(非晶形) (外消旋体)
215	H	H	CH ₃	(4-)Cl	$\text{CH}_2\text{S}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{CH}_3$	m.p.: 182°C (外消旋体)
216	H	H	CH ₃	(4-)Cl	CH ₂ SO ₂ CH ₃	m.p.: 137°C (外消旋体)
217	H	H	CH ₃	(4-)Cl	$\begin{array}{c} \text{CHCH}_3 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	(非晶形) (外消旋体)
218	H	H	CH ₃	(4-)Cl	$\begin{array}{c} \text{CHCH}_3 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	(非晶形) (S-对映体)
219	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)Cl		m.p.: 186°C (外消旋体)
220	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)Cl	CH ₂ SCH ₃	m.p.: 148°C (外消旋体)

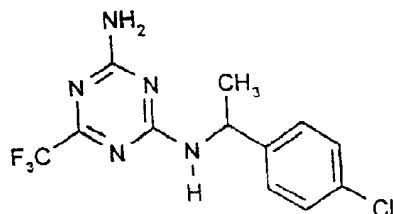
表1 (续)

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	Z	物理数据和立 体化学说明
221	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)Cl	C ₉ H ₁₉	m.p.: 103°C (外消旋体)
222	H	COCH ₃	CH ₃	(4-)Cl	CHBrCH ₃	m.p.: 118°C (外消旋体)

“D” =分解

根据实施例 99, 例如以下面的方式, 也能制备表 1 中列出的化合物:

5



10 (方法(c))

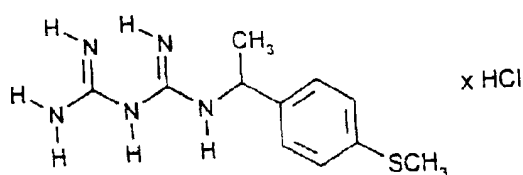
2.0g (12mmol) 1-(4-氯-苯基)-乙基胺 (外消旋体) 和 1.0g (5.2mmol) 2-氨基-4-甲氧基-6-三氟甲基-1,3,5-三嗪的混合物在氢气下在 170℃ 下加热 3 小时。冷却后, 将混合物溶解于二氯甲烷, 并用 1N 盐酸酸化。分离有机相, 用水洗涤, 硫酸钠干燥并过滤。水泵真空下浓缩滤液, 残余物通过柱色谱(硅胶, 乙酸乙酯)纯化。

15 得到 1.29g (理论量的 79%) 2-氨基-4-(1-(4-氯-苯基)-乙基氨基)-6-三氟甲基-1,3,5-三嗪 (外消旋体), 熔点 99℃。

20 式(II)的起始物:

实施例 (II-1)

25



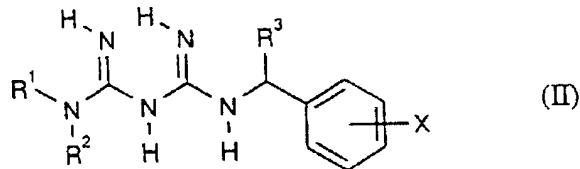
17g (84mmol) 1-(4-甲硫基-苯基)-乙基胺盐酸盐 (外消旋), 8g (95mmol) 双胍二胺 (氨基胍) 和 100ml 1,2-二氯苯的混合物在 30 160℃ 下搅拌 4 小时。冷却后, 吸滤分离得到的结晶产物。

得到 23g (理论量的 95%) 1-[1-(4-甲硫基-苯基)-乙基]-双胍盐

酸盐(外消旋体), 熔点 220℃ (分解)。

没有溶剂, 即在熔融状态下, 在大约相同的温度(140℃-160℃)下也能进行该反应。

通过实施例(II-1)的方法, 也能制备例如下面表 2 中列出的式 5 (II) 的化合物及其盐酸盐。



10

表 2: 式(II)的化合物的实施例

--所有情况下, 这些是相应的盐酸盐!

实施例 序号	R ¹	R ²	R ³	(位置 -) X	物理数据和立 体化学说明
II-2	H	H	CH ₃	(4-) Cl	(外消旋体)
II-3	H	H	CH ₃	(4-) Cl	(R- 对映体)
II-4	H	H	CH ₃	(4-) Cl	(S-对映体)
II-5	H	H	CH ₃	(4-) F	(外消旋体)
II-6	H	H	CH ₃	(4-) OCH ₃	(外消旋体)
II-7	H	H	CH ₃	(4-) CH ₃	(外消旋体)
II-8	H	H	CH ₃	(4-) CF ₃	(外消旋体)
II-9	H	H	C ₂ H ₅	(4-) Cl	(外消旋体)
II-10	H	SO ₂ CH ₃	CH ₃	(4-) Cl	m.p.: 212°C (外消旋体)
II-11	H	H	C ₂ H ₅	(4-) Br	(外消旋体)
II-12	H	H	C ₂ H ₅	(4-) F	(外消旋体)
II-13	H	H	C ₂ H ₅	(4-) CH ₃	(外消旋体)
II-14	H	H	C ₂ H ₅	(4-) CF ₃	(外消旋体)
II-15	H	H	C ₂ H ₅	(4-) OCH ₃	(外消旋体)

应用实施例

实施例 A

芽前试验

5

溶剂： 5 份重量丙酮

乳化剂： 1 份重量烷基芳基聚乙二醇醚

10 为了制备活性化合物合适的制剂，将 1 份重量活性化合物与所述量溶剂混合，加入所述量乳化剂，用水将乳油稀释到需要的浓度。

15 在正常土壤中播种试验植物的种子。24 小时后，用活性化合物制剂浇灌土壤。每单位面积水的量保持不变是有利的。制剂中活性化合物的浓度并不关键，只有每单位面积活性化合物的施用比例是重要的。

三星期后，以与未处理对照物生长相比较的损害百分率目测评分对植物损害的程度测定对植物的杀伤程度。

数据说明：

20 0%=没有效果(象未处理对照物一样)

100%=完全破坏

25 在该项试验中，例如制备实施例 13, 14, 16, 22, 142, 149, 155, 156, 157, 159 和 160 的化合物显示出非常强的除杂草活性，并且农作物例如玉米，小麦，大麦和棉花对它们中的一些有好的耐受性(参见表 A)。

“ai” = “活性成分”。

30 实施例 B

芽后试验

溶剂： 5份重量丙酮
乳化剂： 1份重量烷基芳基聚乙二醇醚

- 5 为了制备活性化合物合适的制剂,将1份重量活性化合物与所述量溶剂混合,加入所述量乳化剂,用水将乳油稀释到需要的浓度。

用活性化合物制剂对高5-15cm的试验植物喷雾,使对每单位面积施用特定量的期望的活性化合物。选择喷雾液的浓度,使以1000L
10 水/公顷施用特定量的期望的活性化合物。

三星期后,以与未处理对照物生长相比较的损害百分率目测评分对植物的伤害程度。

15 数据说明:

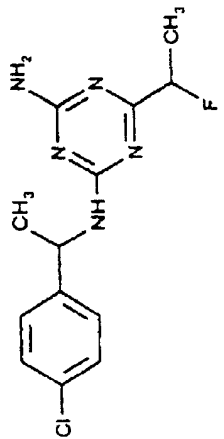
0%=没有效果(象未处理对照物一样)

100%=完全破坏

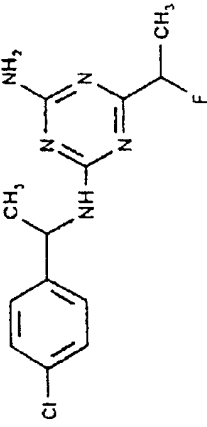
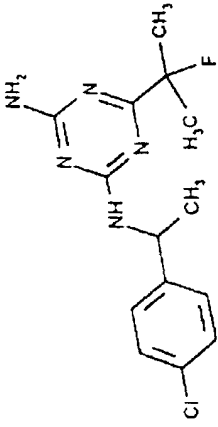
在该项试验中,例如制备实施例4,5,8,13,14,16,21,
20 22,79,82,84,85,86,87,90,91,93,94,96,97,98,103,104,108,
112,121,126,138,145,146,153,155,157,159,166,167,168,170,
171,173,175,177,178,190和191的化合物显示出非常强的除杂草活性,并且农作物例如玉米和小麦,对农作物中的一些有好的耐受性(参见表B)。

表A: 芽前试验/温室
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	玉米	看麦娘	马唐	稗	苘麻	曼陀罗属	母菊属
500	0	100	100	100	100	100	100



(14)

表A: (续) 活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	玉米	苘麻	苋属	芥属
 <p>(13)</p>	1000	0	100	100	100
 <p>(16)</p>	1000	0	80	90	100

表A: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

芥属

猪殃殃属

苋属

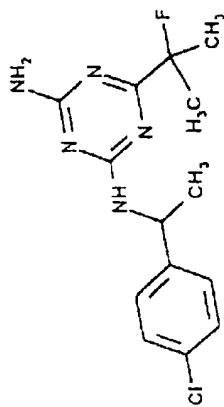
苘麻

狗尾草

看麦娘

玉米

施用比例
 (活性成分克数/ha)



1000

100

100

100

100

100

20

1000

(22)

表A: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦

棉花

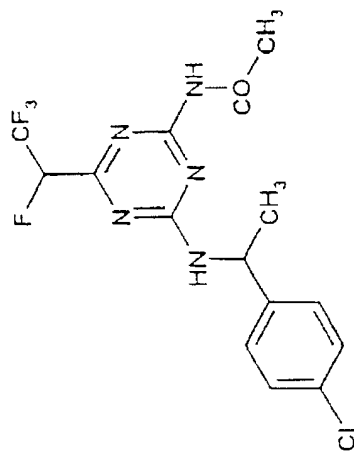
马唐属

稗

苋属

藜属

婆婆纳属



(142)

500 0 0 80 95 100 100 100

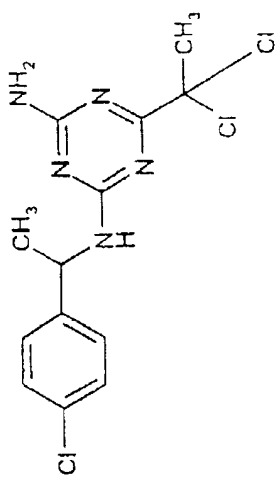
表A: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	棉花	马唐属	稗	藜属	茄属	婆婆纳属
500	0	0	95	100	100	100	100

(149)

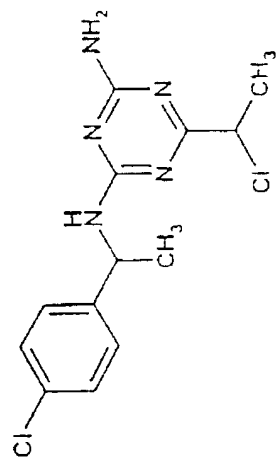
表：(续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	棉花	马唐属	稗	苋属	茄属	萹萹纳属
1000	0	0	100	95	100	100	100



表A: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

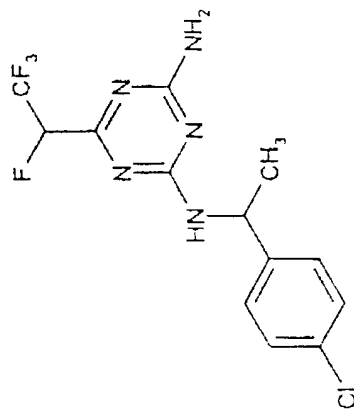
施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	棉花	稗	狗尾草属	藜属	茄属	苋菜纳属
500	0	0	100	95	100	100	100
(157)							



表A: (续)
活性化合物制备
实施例序号

施用比例
(活性成分克数/ha)

小麦 马唐属 稗属 狗尾草属 苋属 蓼属 茄属 婆婆纳属



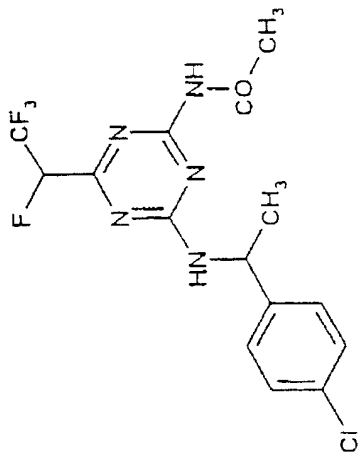
1000 0 100 100 100 100 100 100

(155)

表：(续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦 马唐属 稗属 狗尾草属 苋属 蓼属 茄属 婆婆纳属



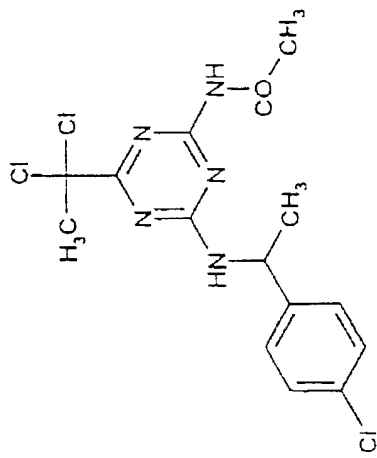
(156)

1000 0 100 100 100 100 100 100

表A: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/hd)

小麦 马唐属 稗属 狗尾草属 苋属 蓼属 茄属 婆婆纳属



(160)

1000 0 100 100 95 100 100 100 100

表B: 芽后试验/温室

活性化合物制备
实施例序号

施用比例
(活性成分克数/ha)

小麦 玉米

马唐属

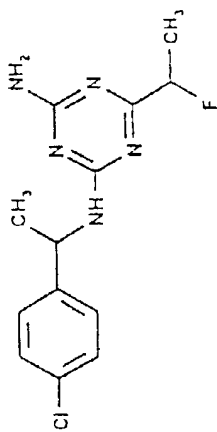
狗尾草属

藜属

曼陀罗属

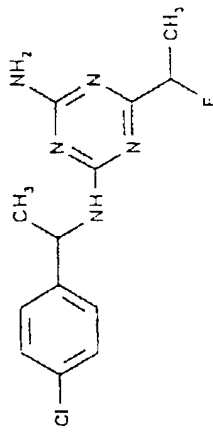
藜属

莧菜属



(13)

125 0 10 80 90 100 100 100 100



(14)

125 - 20 80 100 100 100 100

表B: (续)

活性化合物制备
实施例序号

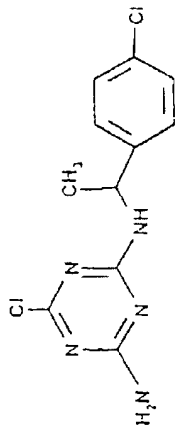
施用比例
(活性成分克数/ha)

玉米

看麦娘属

狗尾草属

苋属



1000 20 80 90 100

(4)

表B:(续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

芥属

苋属

苘麻属

狗尾草属

野燕麦

看麦娘属

1000

100

100

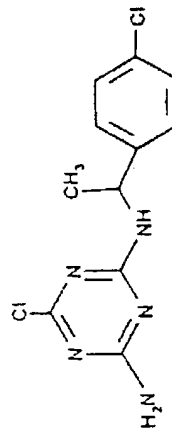
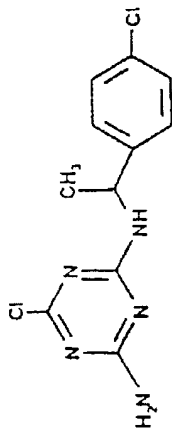
100

100

100

100

1000



100

100

100

100

80

70

1000

表B:(续)
活性化合物制备
实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	看麦娘属	野燕麦	狗尾草属	苘麻属	苋属	芥属
1000	100	100	100	100	100	100
1000	90	95	100	100	100	100



(15)

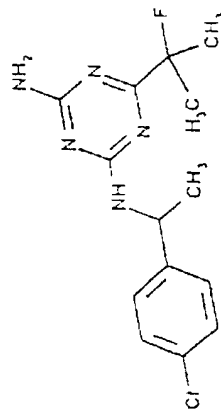
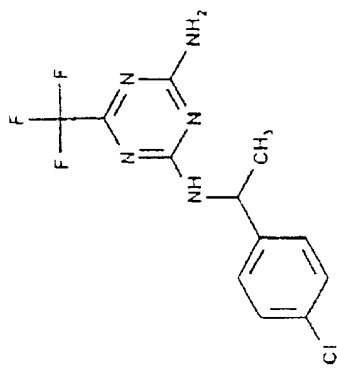


(16)

表B:(续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

看麦娘属 野燕麦 狗尾草属 苘麻属 猪殃殃属 芥属 苍耳属



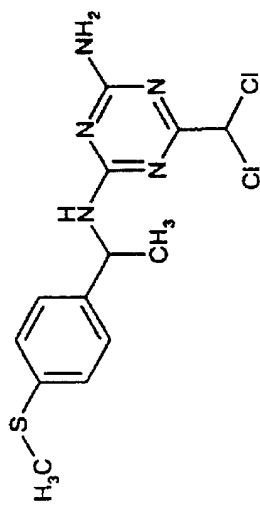
1000 70 100 100 100 100 100

1000 100 100 100 100 100 100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

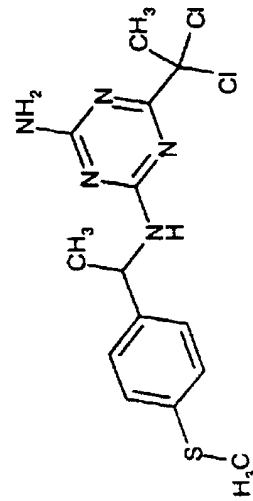
施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦 狗尾草属 苋属 藜属 蓼属 荦菜属



(108)

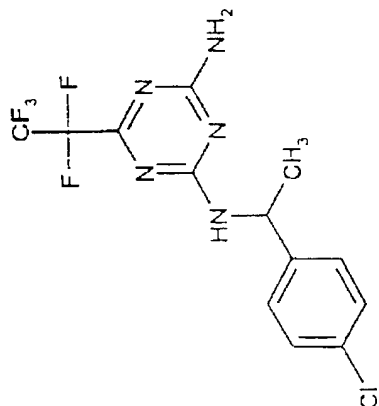
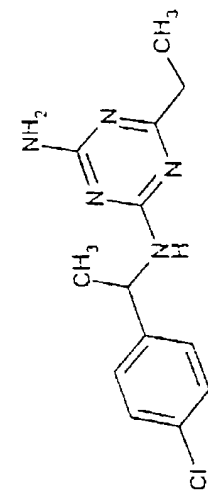
1000 0 90 100 100 80 100



(126)

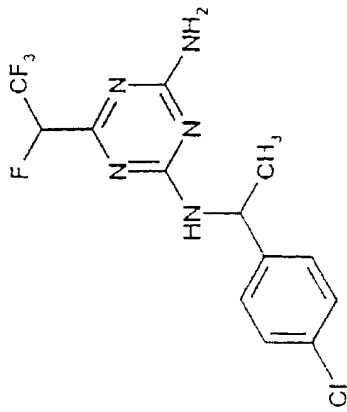
500 0 80 100 100 100 100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

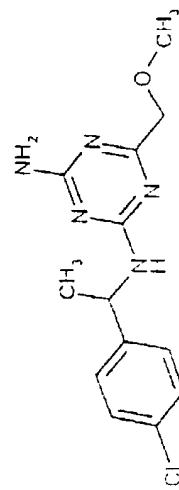
实施例序号	活性化合物制备	施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
(138)		250	10	100	100	100	100	100	100
(91)		250	10	100	100	100	100	100	100

表B: (续)

活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
------------------	---------------------	----	------	----	----	----	----	----



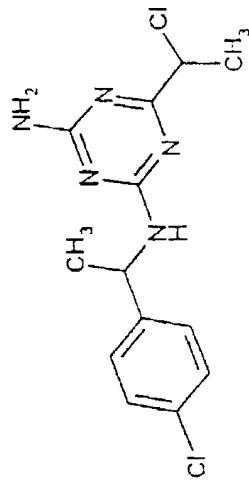
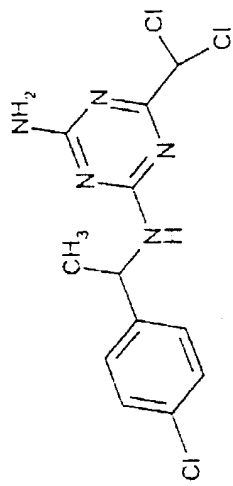
250	10	95	100	100	100	100	100	100
-----	----	----	-----	-----	-----	-----	-----	-----



250	10	80	100	100	100	100	100	100
-----	----	----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分 克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	蓼属	苧菜属
250	10	90	100	100	100	100
250	0	80	100	100	100	100



表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦

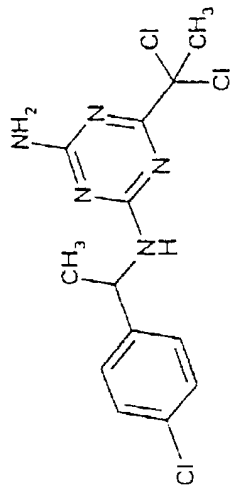
狗尾草属

苋属

藜属

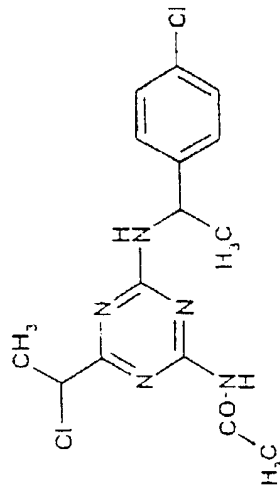
藜属

莧菜属



(97)

250 10 80 100 100 100



(146)

250 10 80 100 100 95

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦

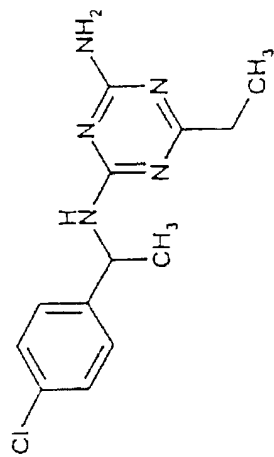
狗尾草属

苋属

藜属

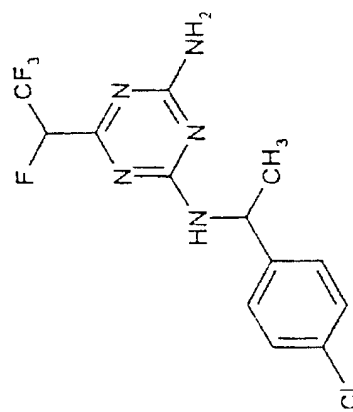
藜属

莧菜属



(153)

500 - 95 100 100 100 100



(155)

250 10 90 100 100 95 95

表B: (续)
活性化合物制备
实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
250	10	80	100	95	95	95	95
500	10	90	100	100	100	100	100

(157)

(159)

表B: (续)

活性化合物制备
实施例序号

施用比例
(活性成分克数/ha)

小麦

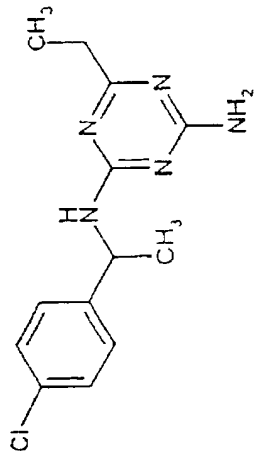
狗尾草属

苋属

藜属

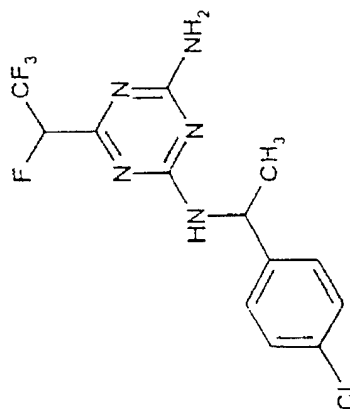
藜属

莧菜属



(166)

500 - 100 100 100 100 100



(167)

250 10 90 100 100 100 100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦

狗尾草属

菟尾蕪属

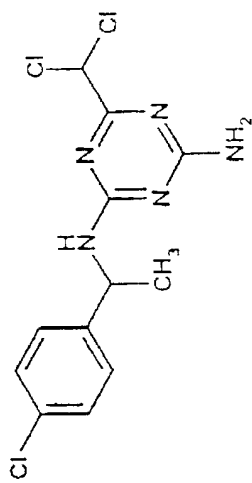
苋属

藜属

藜属

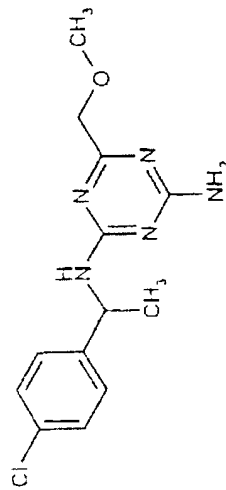
藜属

藜属



(168)

500 10 100 100 100 100 100

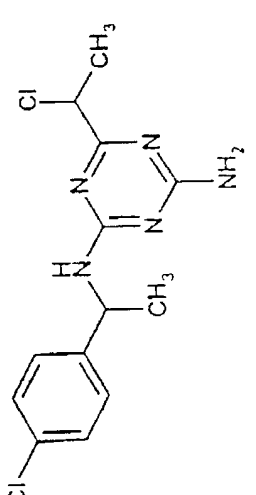


(170)

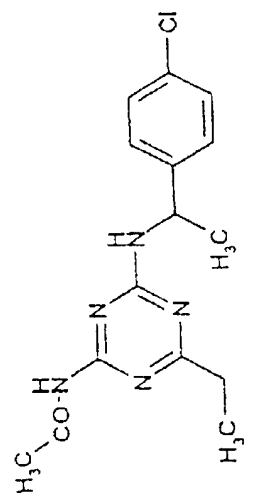
250 10 - 100 100 100 100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
250	10	90	100	100	100	100	100
500	10	80	100	100	100	100	100

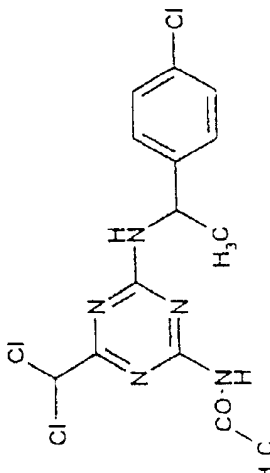
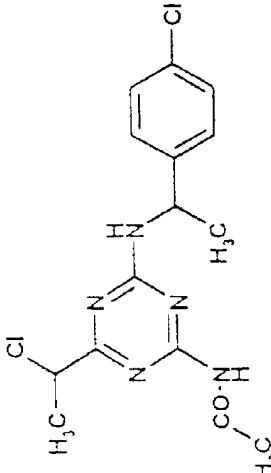


(171)

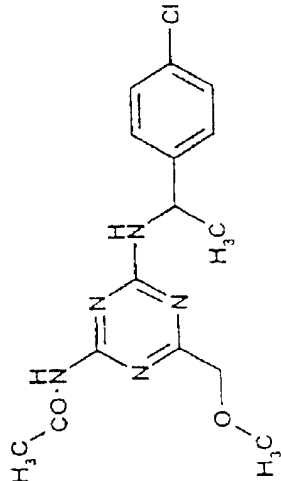
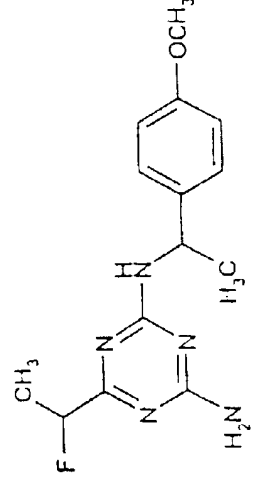


(173)

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

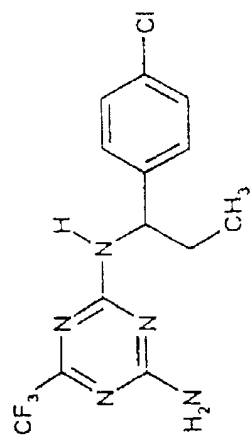
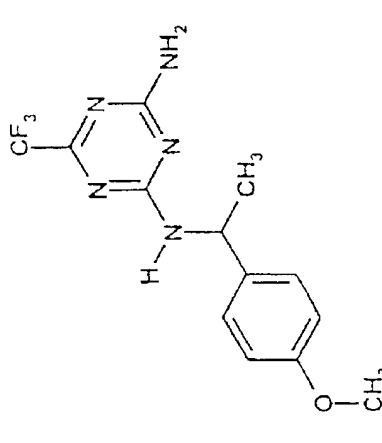
	施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
 <p>(175)</p>	500	10	80	100	100	100	100	100
 <p>(177)</p>	500	10	100	100	100	100	100	100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属
 (178)	500	10	70	100	100	100	100	100
 (190)	250	10	-	100	100	100	100	95

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	藜属	藜属	藜属	藜属	藜属
250	0	95	100	100	100	100	100	100
500	0	100	100	100	100	100	100	100

 <p>(85)</p>	 <p>(79)</p>
---	--

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

施用比例
 (活性成分克数/ha)

小麦

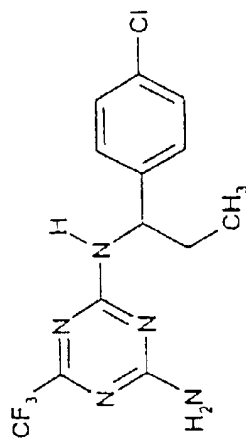
狗尾草属

苋属

藜属

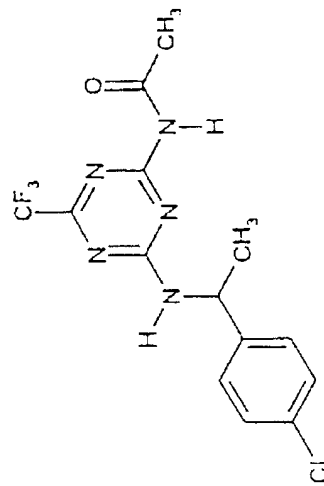
蓼属

苋菜属



(86)

1000 10 - 100 100 100 100



(191)

500 10 95 100 100 100 100

表B: (续)

活性化合物制备
实例序号

施用比例
(活性成分克数/ha)

小麦

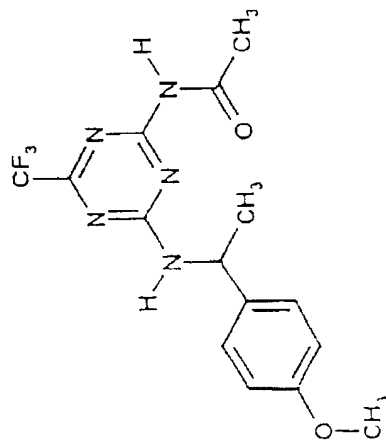
狗尾草属

苋属

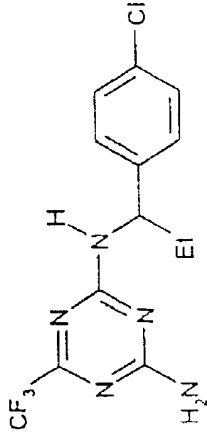
藜属

藜属

苋菜属



(82) 500 10 95 100 100 100 100

表B: (续)	活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	小麦	狗尾草属	苋属	繁缕属	莧菜属
	 (87)	250	10	100	100	100	100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

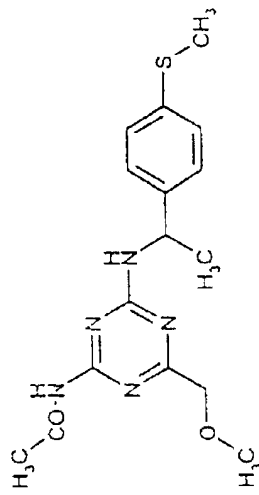
施用比例
 (活性成分克数/ha)

芥属

苋属

狗尾草属

玉米



100

100

100

0

1000

(103)

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

苍耳属

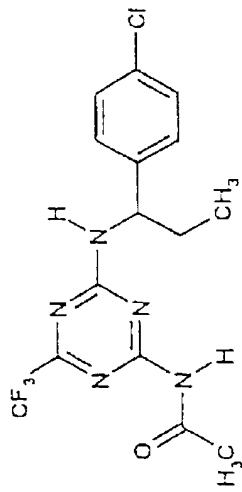
苋属

苘麻

狗尾草属

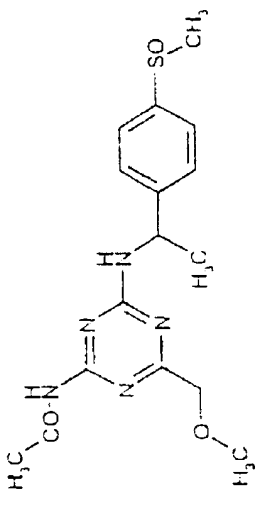
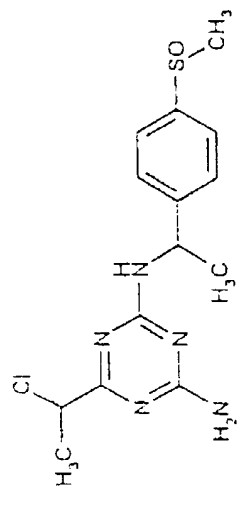
玉米

施用比例
 (活性成分克数/ha)



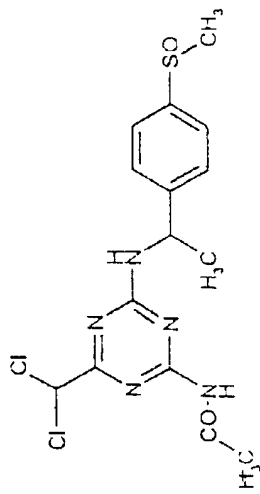
(90) 1000 10 100 100 100 90

表B: (续)

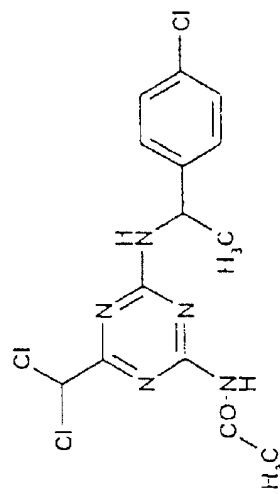
活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	狗尾草属	苋属	芥属
 <p>(104)</p>	1000	100	100	100
 <p>(121)</p>	1000	100	100	100

表B: (续)
 活性化合物制备
 实施例序号

野燕麦 狗尾草属 苋属 猪殃殃属
 施用比例
 (活性成分克数/ha)



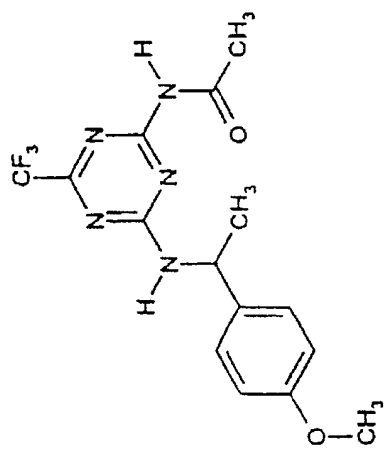
500 90 100 100



1000 70 100 100 70

表B (续)

活性化合物制备 实施例序号	施用比例 (活性成分克数/ha)	看麦娘属	狗尾草属	苘麻属	苋属	猪殃殃属	苍耳属
------------------	---------------------	------	------	-----	----	------	-----



(84) 1000 100 100 100 100 100 100