



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101311170 B

(45) 授权公告日 2010.09.15

(21) 申请号 200710011434.1

(22) 申请日 2007.05.25

(73) 专利权人 中国中化股份有限公司
地址 100031 北京市西城区复兴门内大街
28号
专利权人 沈阳化工研究院有限公司

(72) 发明人 刘长令 柴宝山 袁静 李淼
张弘 杨吉春 李洋

(74) 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限
公司 21002
代理人 周秀梅 何薇

(51) Int. Cl.

C07D 239/47(2006.01)

A01N 43/54(2006.01)

A01P 3/00(2006.01)

A01P 7/00(2006.01)

(56) 对比文件

US 5106852 A, 1992.04.21, 权利要求 1-2.

US 6114342 A, 2000.09.05, 说明书 9-12 栏,
权利要求 2, 4.

US 5378711 A, 1995.01.03, 权利要求 1-11.

US 5935965 A, 1999.08.10, 权利要求 1-13.

审查员 房云

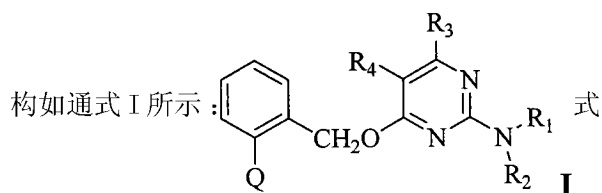
权利要求书 1 页 说明书 9 页

(54) 发明名称

取代嘧啶醚类化合物及其应用

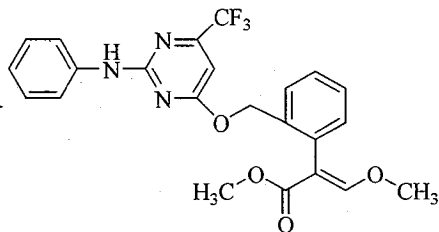
(57) 摘要

本发明公开了一种取代嘧啶醚类化合物, 结



中各取代基的定义见说明书。通式 I 化合物对农业、民用和动物技术领域中有 害的 蠕虫和昆虫的成虫、幼虫和卵都显示出高杀虫活性。同时该类化合物表现出较好的杀菌活性。因此, 本发明还包括通式 I 化合物在农业和其他领域中用作杀虫剂和 / 或杀菌剂的应用。

1. 一种取代嘧啶醚类化合物, 结构式如下:



2. 一种按照权利要求 1 所述的化合物在农业和非治疗目的的其他领域中防治害虫和病菌的应用。

3. 一种杀虫杀菌组合物, 其特征在于: 含有如权利要求 1 所述的化合物和农业上可接受的载体, 组合物中活性组分的重量百分含量为 0.5-90%。

取代嘧啶醚类化合物及其应用

技术领域

[0001] 本发明属农用杀虫、杀菌剂领域。具体地涉及一种取代嘧啶醚类化合物及其应用。

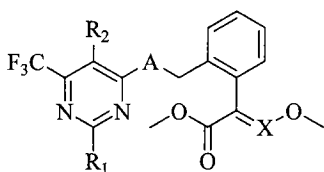
背景技术

[0002] 天然产物甲氧基丙烯酸酯化合物是已知的具有生物活性的化合物。如下文献曾报道过作为杀虫杀螨剂的甲氧基丙烯酸酯化合物：EP242081、EP299694、EP335519、US2006235075 等。

[0003] 另外，嘧啶甲氧基丙烯酸酯类化合物也有报道作为杀虫、杀螨或杀菌剂的：

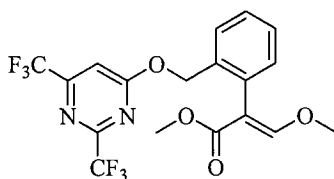
[0004] 专利 US005106852 中涉及以下通式化合物作为杀虫剂：

[0005]



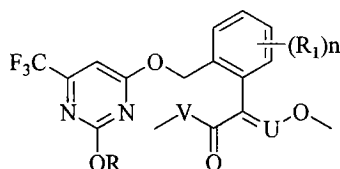
[0006] 专利 US005378711 中涉及以下化合物作为杀菌剂：

[0007]



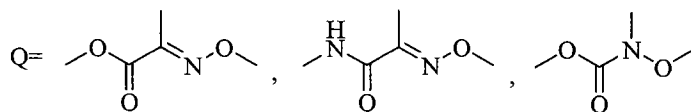
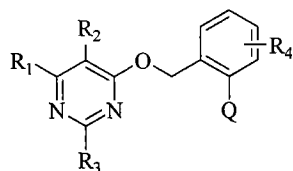
[0008] 专利 US005935965 中涉及以下通式化合物作为杀螨、杀菌剂：

[0009]



[0010] 专利 US006114342 中涉及以下通式化合物作为杀虫、杀菌剂：

[0011]



发明内容

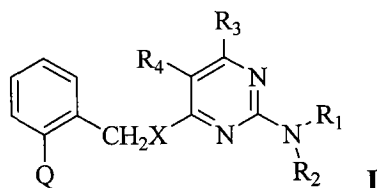
[0012] 本发明的目的在于提供一种在很小的剂量下就可以控制各种病虫害的取代嘧啶

醚类化合物,它可应用于农业上以防治作物的病虫害。

[0013] 本发明的技术方案如下:

[0014] 本发明提供一种取代嘧啶醚类化合物,如通式 I 所示:

[0015]



[0016] 式中:

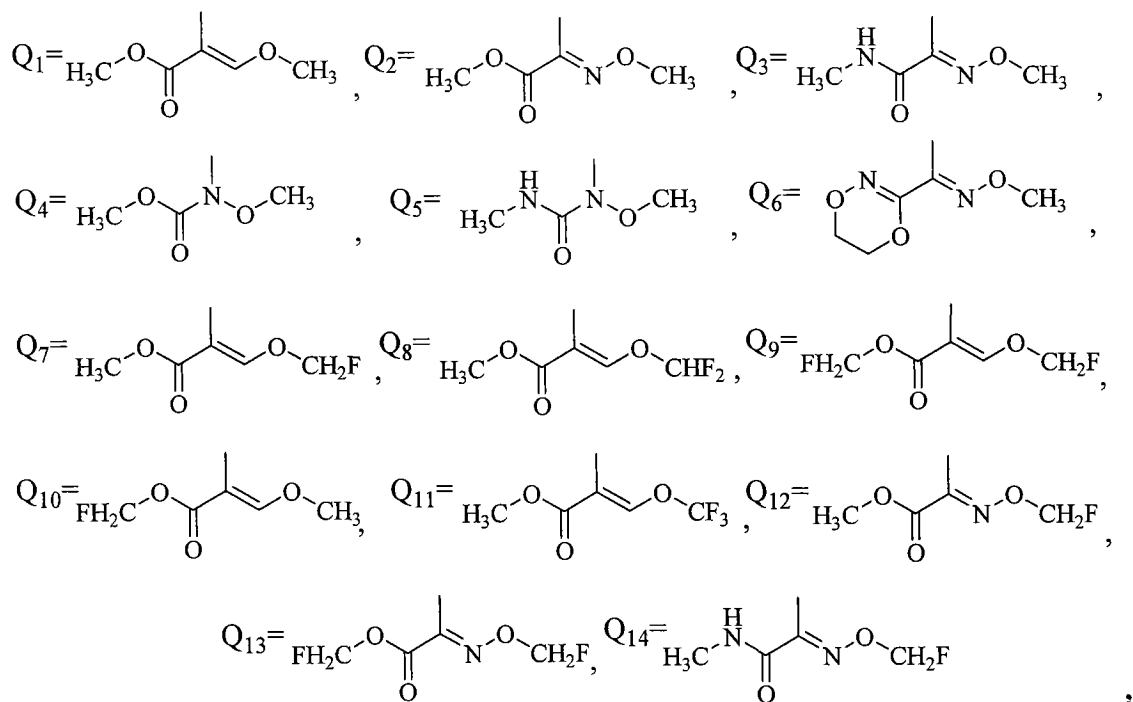
[0017] R_1 、 R_2 可相同或不同,分别选自氢、氰基、 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基、 C_1 - C_{12} 烷硫基、卤代 C_1 - C_{12} 烷硫基、 C_1 - C_{12} 烷磺酰基、 C_1 - C_{12} 烷基羰基、 C_1 - C_{12} 烷氧基 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基羰基、 C_1 - C_{12} 烷氧基羰基 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基 C_1 - C_{12} 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基羰基、苄基羰基、苯基、苄基或杂芳基:卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基、 C_1 - C_{12} 烷硫基或 C_1 - C_{12} 烷基羰基,或 R_1 与 R_2 相连成五元或六元环;

[0018] R_3 、 R_4 可相同或不同,分别选自氢、卤原子、硝基、氰基、 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基、 C_1 - C_{12} 烷硫基、 C_1 - C_{12} 烷磺酰基、 C_1 - C_{12} 烷基羰基、 C_1 - C_{12} 烷氧基 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基羰基、 C_1 - C_{12} 烷氧基羰基 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基 C_1 - C_{12} 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基、苄基或杂芳基:卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_{12} 烷基、卤代 C_1 - C_{12} 烷基、 C_1 - C_{12} 烷氧基、卤代 C_1 - C_{12} 烷氧基、 C_1 - C_{12} 烷硫基、 C_1 - C_{12} 烷基羰基,或 R_3 与 R_4 相连成五元或六元环;

[0019] X 选自 O 或 S;

[0020] Q 选自如下所示的基团之一:

[0021]



[0022] 及其立体异构体。

[0023] 本发明较优选的化合物为：通式 I 中

[0024] R_1 、 R_2 可相同或不同，分别选自氢、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基、 C_1 - C_6 烷磺酰基、 C_1 - C_6 烷基羰基、 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基羰基、 C_1 - C_6 烷氧基羰基 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基羰基、苄基羰基、苯基、苄基或杂芳基：卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基、 C_1 - C_6 烷基羰基，或 R_1 与 R_2 相连成五元或六元环；

[0025] R_3 、 R_4 可相同或不同，分别选自氢、卤原子、硝基、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基、 C_1 - C_6 烷磺酰基、 C_1 - C_6 烷基羰基、 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基羰基、 C_1 - C_6 烷氧基羰基 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基、苄基或杂芳基：卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基、 C_1 - C_6 烷基羰基，或 R_3 与 R_4 相连成五元或六元环；

[0026] X 选自 O 或 S；

[0027] Q 选自 Q_1 - Q_{14} 所示的基团之一。

[0028] 进一步优选的化合物为：通式 I 中

[0029] R_1 、 R_2 可相同或不同，分别选自氢、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷磺酰基、 C_1 - C_6 烷基羰基、 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基羰基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基 C_1 - C_6 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基羰基、苄基羰基、苯基、苄基或杂芳基：卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基、 C_1 - C_6 烷基羰基或 R_1 与 R_2 相连成五元或六元环；

[0030] R_3 、 R_4 可相同或不同，分别选自氢、卤原子、硝基、氰基、 C_1 - C_6 烷基、卤代 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_6 烷氧基、卤代 C_1 - C_6 烷氧基、 C_1 - C_6 烷硫基或 C_1 - C_6 烷磺酰基；

[0031] X 选自 O 或 S；

[0032] Q 选自 Q_1 - Q_{12} 所示的基团之一。

[0033] 更进一步优选的化合物为：通式 I 中

[0034] R_1 、 R_2 可相同或不同，分别选自氢、氰基、 C_1 - C_3 烷基、卤代 C_1 - C_3 烷基、 C_1 - C_3 烷氧基、卤代 C_1 - C_3 烷氧基、 C_1 - C_3 烷磺酰基、 C_1 - C_3 烷基羰基、 C_1 - C_3 烷氧基 C_1 - C_3 烷基、 C_1 - C_3 烷氧基羰基、卤代 C_1 - C_3 烷氧基 C_1 - C_3 烷基、未取代的或被以下基团取代的苯基羰基、苄基羰基、苯基、苄基或杂芳基：卤素、硝基、氰基、 C_1 - C_3 烷基、卤代 C_1 - C_3 烷基、 C_1 - C_3 烷氧基、卤代 C_1 - C_3 烷氧基、 C_1 - C_3 烷硫基、 C_1 - C_3 烷基羰基，或 R_1 与 R_2 相连成五元或六元环；

[0035] R_3 、 R_4 可相同或不同，分别选自氢、氯、溴、硝基、氰基、 C_1 - C_3 烷基、卤代 C_1 - C_3 烷基、 C_1 - C_3 烷氧基、卤代 C_1 - C_3 烷氧基、 C_1 - C_3 烷硫基或 C_1 - C_3 烷磺酰基；

[0036] X 选自 O 或 S；

[0037] Q 选自 Q_1 - Q_9 所示的基团之一。

[0038] 再进一步优选的化合物为：通式 I 中

[0039] R_1 选自氢或 C_1 - C_3 烷基；

[0040] R_2 选自氰基、 C_1 - C_3 烷基、卤代 C_1 - C_3 烷基、 C_1 - C_3 烷氧基、卤代 C_1 - C_3 烷氧基、 C_1 - C_3 烷

磺酰基、 C_1-C_3 烷基羰基、 C_1-C_3 烷氧基羰基、未取代的或被以下基团取代的苯基羰基、苄基羰基、苯基、苄基、吡啶基、噻吩、噻唑、吡唑等；卤素、硝基、氰基、 C_1-C_3 烷基、卤代 C_1-C_3 烷基、 C_1-C_3 烷氧基、卤代 C_1-C_3 烷氧基或 C_1-C_3 烷硫基；

[0041] R_3 选自氢、 CH_3 、 $-\triangleleft$ 、 $i-Pr$ 或 CF_3 ；

[0042] R_4 选自氢、氯、溴、 OCH_3 、 OCF_3 、 SCH_3 或 SO_2CH_3 ；

[0043] X 选自 O 或 S；

[0044] Q 选自 Q_1-Q_6 所示的基团之一。

[0045] 上面给出的通式 I 化合物的定义中，汇集所用术语一般代表如下取代基：卤：指氟、氯、溴或碘。

[0046] 烷基：直链或支链烷基，例如甲基、乙基、丙基、异丙基或叔丁基。

[0047] 卤代烷基：直链或支链烷基，在这些烷基上的氢原子可部分或全部被卤素所取代，例如，卤代烷基诸如氯甲基、二氯甲基、三氯甲基、氟甲基、二氟甲基、三氟甲基。

[0048] 烷氧基：直链或支链烷基，经氧原子键连接到结构上。

[0049] 卤代烷氧基：直链或支链烷氧基，在这些烷氧基上的氢原子可部分或全部被卤素所取代。例如，卤代烷氧基诸如氯甲氧基、二氯甲氧基、三氯甲氧基、氟甲氧基、二氟甲氧基、三氟甲氧基、氯氟甲氧基、三氟乙氧基。

[0050] 烷硫基：直链或支链烷基，经硫原子键连接到结构上。

[0051] 卤代烷硫基：直链或支链烷硫基，在这些烷硫基上的氢原子可部分或全部被卤原子所取代。例如，卤代烷硫基诸如氯甲硫基、二氯甲硫基、三氯甲硫基、氟甲硫基、二氟甲硫基、三氟甲硫基、氯氟甲硫基。

[0052] 芳基以及芳烷基、芳氧基和芳氧基烷基中的芳基部分包括苯基或萘基。

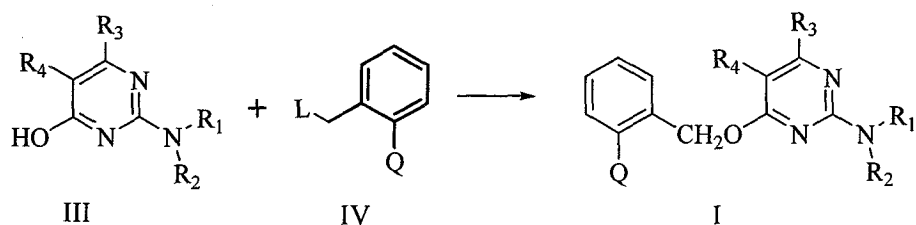
[0053] 本发明中所指杂芳基是含 1 个或多个 N、O、S 杂原子的 5 元环或 6 元环。例如吡啶、呋喃、噻吩、吡嗪、哒嗪、三嗪、喹啉或苯并呋喃。

[0054] 在本发明的化合物中，由于碳-碳双键或碳-氮双键连接不同的取代基而可以形成立体异构体（分别以 Z 和 E 来表示不同的构型）。本发明包括 Z 型异构体和 E 型异构体及其任何比例的混合物。

[0055] 本发明的通式 I 化合物可按照以下方法制备：

[0056] 当 Q 选自 Q_1 、 Q_2 、 Q_4 、 Q_6-Q_{14} 中任一基团时，通式 I 所代表的化合物及其立体异构体由通式 III 所示的含羟基的嘧啶类化合物与通式 IV 所示的苄卤在碱性条件下反应制得：

[0057]



[0058] 通式 IV 中，L 是离去基团，选自氯或溴；其他各基团的定义同上。

[0059] 反应在适宜的溶剂中进行，适宜的溶剂可选自如四氢呋喃、乙腈、甲苯、二甲苯、苯、N,N-二甲基甲酰胺、二甲亚砜、丙酮或丁酮等。

[0060] 适宜的碱可选自如氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、三乙胺、吡啶、

甲醇钠、乙醇钠、氢化钠、叔丁醇钾或叔丁醇钠等。

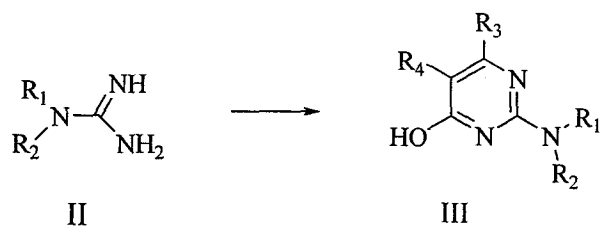
[0061] 反应温度可在室温至溶剂沸点温度之间,通常为 20 ~ 100°C。

[0062] 反应时间为 30 分钟至 20 小时,通常 1 ~ 10 小时。

[0063] 当 Q 选自 Q₃、Q₅ 或 Q₁₄ 时,通式 I 中所代表的化合物可由通式 I 中对应的 Q = Q₂、Q₄ 或 Q₁₂ 所代表的化合物与甲胺水溶液反应制得。

[0064] 中间体 III 可由中间体 II 与乙酰乙酸乙酯、三氟乙酰乙酸乙酯等按照公知的方法缩合得到,中间体 II 可以购得或通过已知方法制得,具体参见 EP310550、EP0655441 等。

[0065]



[0066] 通式 IV 所示的化合物可以由已知方法制得,具体参见 US4723034 和 US5554578 等。

[0067] 通式 I 化合物对农业、民用和动物技术领域有害的螨虫和昆虫的成虫、幼虫和卵都显示出高杀虫活性。同时该类化合物表现出较好的杀菌活性。

[0068] 因此,本发明的另一目的涉及通式 I 化合物在农业和其他领域中用作杀虫剂和/或杀菌剂的应用。尤其是,通式 I 化合物对下列科的重要品种有活性:叶螨科(二斑叶螨、椴两点叶螨、朱砂叶螨、鹅耳枥始叶螨、苹果全爪螨、柑橘全爪螨等),瘿螨科(榛植羽瘿螨、葡萄瘿螨、梨瘿螨等),跗线螨科(樱草狭跗线螨等)。同时,本发明的部分化合物还具有很好的杀菌活性,可用于防治水稻稻瘟病、番茄晚疫病、黄瓜霜霉病、小麦白粉病、小麦灰霉病、炭疽病等。

[0069] 同时,通式 I 化合物对许多有益的昆虫和螨虫、哺乳动物、鱼、鸟具有低毒性,而且没有植物毒性。

[0070] 由于其积极的特性,上述化合物可有利地用于保护农业和园艺业重要的作物、家畜和种畜,以及人类常去的环境免于有害螨虫、昆虫的伤害。

[0071] 为获得理想效果,化合物的用量因各种因素而改变,例如所用化合物、预保护的作物、有害生物的类型、感染程度、气候条件、施药方法、采用的剂型。

[0072] 每公顷 10 克 -5 公斤的化合物剂量能提供充分的防治。

[0073] 本发明的另一目的还涉及通过施用通式 I 化合物,防治农业和园艺业重要的作物和/或家畜和种畜和/或人类常去的环境中的害虫和/或植物致病性真菌的方法。尤其是,化合物的用量在每公顷 10 克 -5 公斤内变化。

[0074] 为了实际应用于农业,使用含一种或多种通式 I 化合物的组合物通常是有益的。

[0075] 因此,本发明的另一目的涉及含一种或多种通式 I 化合物作为活性成分的杀虫和/或杀菌组合物。

[0076] 组合物的使用形式可以是干粉、可湿性粉剂、乳油、微乳剂、糊剂、颗粒剂、溶液、悬浮剂等;组合物类型的选择取决于具体的应用。

[0077] 组合物是以已知方式制备的,例如任选在表面活性剂的存在下,通过用溶剂介质

和 / 或固体稀释剂稀释或溶解活性物质。

[0078] 可用的固体稀释剂或载体是例如：二氧化硅、高岭土、膨润土、滑石、硅藻土、白云石、碳酸钙、氧化镁、白垩、粘土、合成硅酸盐、硅镁土、海泡石。

[0079] 除水以外，可用的液体稀释剂是例如芳族有机溶剂（二甲苯或烷基苯的混合物、氯苯等），石蜡（石油馏分），醇类（甲醇、丙醇、丁醇、辛醇、甘油），酯类（乙酸乙酯、乙酸异丁酯等），酮类（环己酮、丙酮、苯乙酮、异佛尔酮、乙基戊基酮等），酰胺类（N, N- 二甲基甲酰胺、N- 甲基吡咯烷酮等）。

[0080] 可用的表面活性剂是烷基磺酸盐、烷基芳基磺酸盐、聚氧乙烯烷基酚、山梨醇的聚氧乙烯酯、木质素磺酸盐等的钠、钙、三乙基胺或三乙醇胺盐。

[0081] 组合物还可含特殊的添加剂用于特定的目的，例如粘合剂如阿拉伯胶、聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮等。

[0082] 上述组合物中活性成分的浓度可根据活性成分、其使用目的、环境条件和采用的制剂类型而在宽范围内改变。通常，活性成分的浓度范围是 1-90%，优选 5-50%。

[0083] 如果需要，可以向组合物中添加能与通式 I 化合物兼容的其他活性成分，例如其他杀螨剂 / 杀虫剂、杀真菌剂、植物生长调节剂、抗生素、除草剂、肥料。

[0084] 几种剂型的配制方法举例如下：

[0085] 悬浮剂的配制：常用配方中活性组分含量为 5% -35%。以水为介质，将原药、分散剂、助悬剂和抗冻剂等加入砂磨机中，进行研磨，制成悬浮剂。

[0086] 水乳剂的配制：将原药、溶剂和乳化剂加在一起，使溶解成均匀油相。将水、抗冻剂等混合一起，成为均一水相。在高速搅拌下，将水相加入到油相或将油相加入到水相，形成分散性良好的水乳剂。本发明的水乳剂活性组分含量一般为 5% -15%。为制备浓乳剂，本发明的化合物可溶解于一种或数种混合溶剂，再加入乳化剂来增强化合物在水中的分散效果。

[0087] 可湿性粉剂的配制：按配方要求，将原药、各种表面活性剂及固体稀释剂等充分混合，经超细粉碎机粉碎后，即得到预定含量（例如 10% -40%）的可湿性粉剂产品。为制备适于喷洒用的可湿性粉剂，本发明的化合物可以和研细的固体粉末如粘土、无机硅酸盐、碳酸盐以及润湿剂、粘合剂和 / 或分散剂组成混合物。

[0088] 水分散性粒剂的配制：将原药和粉状固体稀释剂、润湿展着剂及粘合剂等进行混合粉碎，再加水捏合后，加入装有 10 至 100 目筛网的造粒机中进行造粒，然后再经干燥、筛分（按筛网范围）。也可将原药、分散剂、崩解剂和润湿剂及固体稀释剂加入砂磨机中，以水为介质研磨，制成悬浮剂，然后进行喷雾干燥造粒，通常配制含量为 20% -30% 颗粒状产品。

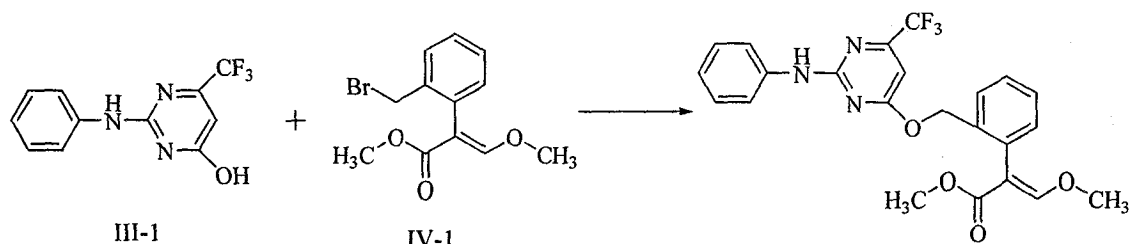
[0089] **具体实施方式**

[0090] 以下具体实施例用来进一步说明本发明，但本发明绝非限于这些例子。

[0091] 合成实施例

[0092] 实例 1：化合物 20 的制备

[0093]



[0094] 将 1.32 克化合物 III-1 溶于 30 毫升丁酮中,加入 1.6 克碳酸钾,搅拌至无气泡放出,加入 1.25 克化合物 IV-1,回流反应,搅拌 8 小时。TLC 监测反应完毕后,将反应液过滤除去无机盐,乙酸乙酯洗滤饼,滤液减压脱溶,柱层析(洗脱剂为乙酸乙酯与石油醚(沸程 60-90℃),体积比为 1:10)纯化得淡黄色粘稠状产品 1.52 克,收率 66%。

[0095] 部分化合物的核磁数据(¹HNMR, 300MHz, 内标 TMS, 溶剂 CDCl₃) 如下:

[0096] 化合物 19:粘稠状。δ ppm 2.20(3H, s), 3.71(3H, s), 3.77(3H, s), 5.33(2H, s), 6.52(1H, s), 7.11(1H, m), 7.20(1H, m), 7.39(4H, m), 7.45(2H, m), 7.59(1H, s), 7.60(2H, m)。

[0097] 化合物 20:粘稠状。δ ppm 3.70(3H, s), 3.78(3H, s), 5.33(2H, s), 6.48(1H, s), 7.07(1H, m), 7.20(1H, m), 7.34(4H, m), 7.49(2H, m), 7.58(1H, s), 7.63(2H, m)。

[0098] 制剂实施例(各组分加入量均为重量百分含量)。

[0099] 实施例 2:30%化合物 20 可湿性粉剂

[0100] 化合物 20 30%

[0101] 十二烷基硫酸钠 2%

[0102] 木质素磺酸钠 3%

[0103] 萘磺酸甲醛缩合物 5%

[0104] 轻质碳酸钙 补足至 100%

[0105] 将化合物 20、各种表面活性剂及固体稀释剂等充分混合,经超细粉碎机粉碎后,即得到 30%的可湿性粉剂产品。

[0106] 实施例 3:20%化合物 20 悬浮剂

[0107] 化合物 20 20%

[0108] 甲基萘磺酸甲醛缩合物 3%

[0109] 农乳 0201B 2%

[0110] 农乳 700[#] 1%

[0111] 黄原胶 0.2%

[0112] 乙二醇 5%

[0113] 水 补足至 100%

[0114] 以水为介质,将化合物 20、分散剂、助悬剂和抗冻剂等加入砂磨机中,进行研磨,制成悬浮剂。

[0115] 实施例 4:60%化合物 19 水分散性粒剂

[0116] 化合物 20 60%

[0117] 萘磺酸钠甲醛缩合物 12%

[0118] N-甲基-油酰基-牛磺酸钠 8%

[0119] 聚乙烯吡咯烷酮 2%

[0120] 羧甲基纤维素 2%

- [0121] 高岭土 补足至 100%
- [0122] 将化合物 20 和粉状固体稀释剂、润湿展着剂及粘合剂等进行混合粉碎,再加水捏合后,加入装有一定规格筛网的造粒机中进行造粒,然后再经干燥、筛分(按筛网范围)。
- [0123] 实施例 5 :10%化合物 20 水乳剂
- [0124] 化合物 20 10%
- [0125] 聚氧乙烯 (n_{20}) 苯乙基
- [0126] 酚基醚油酸酯 8%
- [0127] 十二烷基苯磺酸钙 16%
- [0128] 胡椒基丁醚 15%
- [0129] 环己酮 10%
- [0130] 山梨醇 5%
- [0131] 水 补足至 100%
- [0132] 将化合物 20、溶剂和乳化剂加在一起,使溶解成均匀油相。将水、抗冻剂等混合一起,成为均一水相。在高速搅拌下,将水相加入到油相或将油相加入到水相,形成分散性良好的水乳剂。
- [0133] 实施例 6 :25%化合物 19 悬浮剂
- [0134] 化合物 20 25%
- [0135] 农乳 0201B 2.5%
- [0136] 农乳 1601 1%
- [0137] 萘磺酸甲醛缩合物 2%
- [0138] 白碳黑 0.1%
- [0139] 乙二醇 5%
- [0140] 水 补足至 100%
- [0141] 以水为介质,将化合物 20、分散剂、助悬剂和抗冻剂等加入砂磨机中,进行研磨,制成悬浮剂。
- [0142] 实施例 7 :20%化合物 20 可湿性粉剂
- [0143] 化合物 20 20%
- [0144] 亚甲基萘磺酸钠 6%
- [0145] 萘磺酸甲醛缩合物 3%
- [0146] 十二烷基硫酸钠 2%
- [0147] 白碳黑 5%
- [0148] 农乳 600[#] 0.5%
- [0149] 轻质碳酸钙 补足至 100%
- [0150] 将化合物 20、各种表面活性剂及固体稀释剂等充分混合,经超细粉碎机粉碎后,即得到 20%的可湿性粉剂产品。
- [0151] 生物活性测定
- [0152] 实例 8 杀虫杀螨活性测定
- [0153] 用本发明化合物对几种昆虫和螨类进行了杀虫活性测定试验。测定的方法如下:
- [0154] 待测化合物用丙酮 / 甲醇 (1 : 1) 的混合溶剂溶解后,用含有 0.1%吐温 80 的水

稀释至所需的浓度。

[0155] 以粘虫 (*Leucania separata*)、小菜蛾 (*Plutella xylostella*) 和淡色库蚊 (*Culex pipiens pallens*) 2 龄幼虫、桃蚜 (*Myzus persicae*)、朱砂叶螨 (*Tetranychus cinnabarinus*) 为靶标, 采用 airbrush 喷雾法和浸液法 (淡色库蚊幼虫) 进行杀虫活性测定, airbrush 喷雾处理的压力为 10psi (约合 $0.7\text{kg}/\text{cm}^2$), 喷液量为 0.5ml。处理后 2-3 日调查靶标的死亡率。

[0156] 部分测试结果如下

[0157] 药液浓度为 150mg/L 时, 化合物 20 对朱砂叶螨死亡率达 100%, 药液浓度为 40mg/L 时对朱砂叶螨死亡率达 98%, 对其他害虫无效。

[0158] 实例 9 杀菌活性测定

[0159] 用本发明化合物对植物的各种菌病害进行了试验。试验的方法如下:

[0160] 采用活体盆栽测定方法。待测化合物原药用少量丙酮溶解, 用含有 0.1% 吐温 80 的水稀释至所需的浓度。喷雾施药到植物试材上, 24 小时后进行病害接种。接种后, 将植物放在恒温恒湿培养箱中, 使感染继续, 待对照充分发病后 (通常为一周时间) 进行评估调查。

[0161] 部分测试结果如下:

[0162] 药液浓度为 400mg/L 时, 化合物 20 对水稻稻瘟病防效达 100%, 对番茄晚疫病防效为 50% 以上; 化合物 19 对水稻稻瘟病、番茄晚疫病、小麦白粉病、小麦灰霉病、炭疽病等防效达 100%, 对黄瓜霜霉病防效为 50% 以上。