

[19] 中华人民共和国专利局

[51] Int.Cl.⁴



[12] 发明专利申请公开说明书

C07D487 / 04

A61K 31 / 505

A01N 43 / 90

// (C07D 487 / 04,

239 : 00,

239 : 00)

[11] CN 87 1 03967 A

CN 87 1 03967 A

[43] 公开日 1987年12月16日

(21) 申请号 87 1 03967

(22) 申请日 87.5.30

(30) 优先权

(32)86.5.30 (33)DE (31)P3618:26.9

(32)86.11.8 (33)DE (31)P3638 21.7

(71) 申请人 拜尔公司

地址 联邦德国莱沃库森

(72) 发明人 希尔马·沃尔夫 贝内迪克特·贝克

伯恩哈德·霍迈尔 威廉·斯滕德尔

(74) 专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 杨松坚

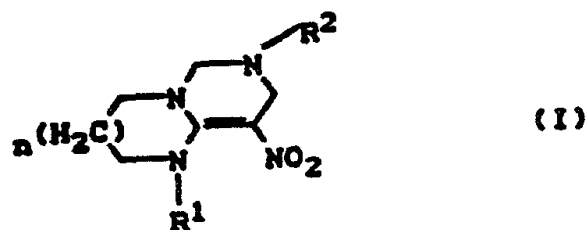
(54) 发明名称 1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶
衍生物

(57) 摘要

已发现一类具有下式结构的新型1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶衍生物及其酸加成盐。其中n代表数字0,1或2,R¹代表氢或下列可被任意取代的基团,包括烷基、链烯基、炔基、芳烷基和杂芳烷基,和R²代表二烷基氨基、烷氧基、链烯氧基、芳烷氧基或下列可被任意取代的基团,包括烷基、链烯基、炔基、环烷基、芳烷基和杂芳烷基,还发现这类1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶衍生物作为杀昆虫剂、杀线虫剂以及杀外寄生虫剂时具有意想不到的高活性。



1. 具有式 (I) 结构的1,2,3,6-四氢-5- 硝基- 嘧啶衍生物及其酸加成盐,



其中

n 代表数字0, 1 或2,

R^1 代表氢, 或下列可被任意取代的基团, 包括烷基、链烯基、炔基、芳烷基和杂芳烷基, 和

R^2 代表二烷基氨基、烷氧基、链烯氧基、芳烷氧基或是下列可被任意取代的基团, 包括烷基、链烯基、炔基、环烷基、芳烷基和杂芳烷基。

2. 根据权利要求1 的式 (I) 化合物1,2,3,6-四氢-5- 硝基- 嘧啶衍生物,

其中

n 代表数字0 或1 或2,

R^1 代表氢或具有1 至20个碳原子的烷基, 此烷基可被下述基团任意取代, 有氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、 C_1-C_4 -烷氧基、 C_1-C_4 -烷硫基、卤代- C_1-C_2 - 烷氧基、卤代- C_1-C_2 - 烷硫基、氨基、 C_1-C_4 -烷氨基或二- C_1-C_4 - 烷氨基, 具有2 至6 个碳原子的链烯基或炔基, 在芳基部分有6 至10个碳原子和在烷基部分有1 至4 个碳原子的芳烷基, 此基又可被下述基团任意取代, 包括氟、氯、溴、氰基、硝基、 C_1-C_4 烷基、 C_1-C_4 烷氧基、 C_1-C_4 -烷硫基、卤代- C_1-C_2 - 烷基、卤代- C_1-C_2 - 烷氧基或卤代- C_1-C_2 - 烷硫基, 或代表咪喃基- C_1-C_3 - 烷基、苯硫基

-C₁-C₃- 烷基、吡唑基-C₁-C₃- 烷基、咪唑基-C₁-C₃- 烷基、吡咯基-C₁-C₃- 烷基、1,2,4-三唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,3-三唑基-C₁-C₃- 烷基、噻啉基-C₁-C₃- 烷基、吡嗪基-C₁-C₃- 烷基、吡啉基-C₁-C₃- 烷基、噁唑基-C₁-C₃- 烷基、异噁唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、1,3,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、噻唑基-C₁-C₃- 烷基、异噻唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,5-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基和1,3,4-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基，这些基可被下述基团任意取代，如氟、氯、溴、氰基、硝基、C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₄-烷基、卤代-C₁-C₄-烷氧基、卤代-C₁-C₄-烷硫基、氨基、C₁-C₄-烷氨基或二-C₁-C₄-烷氨基，和

R²代表在每个烷基部分具有1至6个碳原子的二烷氨基，具有1至6个碳原子的烷氧基，具有3至6个碳原子的链烯氧基，在芳基部分具有6至10个碳原子和在烷基部分具有1至4个碳原子的芳烷氧基，或具有1至20个碳原子的烷基，此烷基可被如下基团任意取代，有氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、羧基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₂-烷氧基、卤代-C₁-C₂-烷硫基、氨基、C₁-C₄-烷氨基、二-C₁-C₄-烷氨基、羟基羰基、C₁-C₄-烷氧羰基、C₁-C₄-烷羰基氨基、吗啉代或C₃-C₆-环烷基，各具有3至6个碳原子的链烯基和炔基，具有3至8个碳原子的环烷基，此基可被C₁-C₂-烷基、氟、氯、溴或卤代-C₁-C₂-烷基任意取代，在芳基部分有6至10个碳原子和在烷基部分有1至4个碳原子的芳烷基，此基可被氟、氯、溴、氰基、硝基、C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₂-烷基、卤代-C₁-C₂-烷氧基或卤代-C₁-C₂-烷硫基任意取代，还代表咪喃基-C₁-C₃-烷基、苯硫基-C₁-C₃-烷基、吡唑基-C₁-C₃-烷基、咪唑基-C₁-C₃-烷基、吡咯基-C₁-C₃-烷基、1,2,4-三唑基-C₁-C₃-烷基、1,2,3-三唑基-C₁-C₃-烷基、吡啉基-C₁-C₃-烷基、吡嗪基-C₁-C₃-烷

基、嘧啶基-C₁-C₃- 烷基、咪唑基-C₁-C₃- 烷基、异咪唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,4-咪唑基-C₁-C₃- 烷基、1,3,4-咪唑基-C₁-C₃- 烷基、噻唑基-C₁-C₃- 烷基、异噻唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,5-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基和1,3,4-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基，这些烷基可被下述基团任意取代，有氟、氯、溴、氰基、硝基、C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₄- 烷基、卤代-C₁-C₄- 烷氧基、卤代-C₁-C₄- 烷硫基、氨基、C₁-C₄-烷氨基或二-C₁-C₄- 烷氨基。

3. 按照权利要求1的式(I)化合物1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶衍生物，

其中

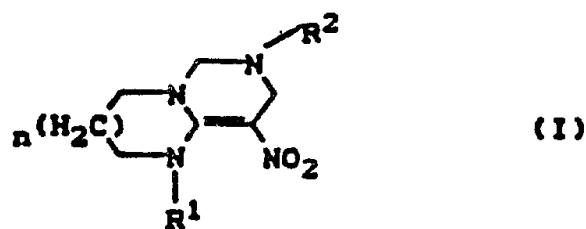
n 代表数字0 或1，

R¹代表氢，或具有1至12个碳原子的烷基，此烷基可被如下基团任意取代，包括氟、氯、氰基、硝基、羟基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲氧基、二氟甲氧基、三氯甲氧基、一氟二氟甲氧基、三氟甲硫基、二氟甲硫基、三氯甲硫基、一氟二氟甲硫基、氨基、甲氨基、乙氨基、二甲氨基或二乙氨基，各具有3或4个碳原子的链烯基和炔基，苯甲基和苯乙基，这两个基可被如下基团任意取代，有氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲基、三氟甲氧基或三氟甲硫基，还代表苯硫基甲基、吡唑基甲基、1,2,4-三唑基甲基、吡嗪基甲基、嘧啶基甲基、吡啶基甲基、异咪唑基甲基、咪唑基甲基、噻唑基甲基、1,2,5-噻二唑基甲基或1,3,4-噻二唑基甲基，这些基可被氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、甲硫基、三氟甲基、三氟甲氧基、三氟甲硫基、二甲氨基或二乙氨基任意取代，和

R²代表在各个烷基部分具有1至4个碳原子的二烷基氨基，具有1至4个碳原子的烷氧基，烯丙氧基，苯甲氧基，苯乙氧基，具有1至12

个碳原子的烷基，此烷基可被下列基团任意取代，包括氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、巯基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲氧基、二氟甲氧基、三氯甲氧基、一氟二氯甲氧基、三氟甲硫基、二氟甲硫基、三氯甲硫基、一氟二氯甲硫基、氨基、甲氨基、乙氨基、二甲氨基、二乙氨基、羧基、羧基、 C_1-C_2 -烷氧羰基、 C_1-C_2 -烷羰基氨基或 C_3-C_6 -环烷基，各具有3或4个碳原子的链烯基和炔基；具有3至6个碳原子的环烷基，此基可被氟、氯或三氟甲基任意取代，苯甲基和苯乙基，这两个基可被下述基团任意取代，包括氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲基、三氟甲氧基或三氟甲硫基，还可代表呋喃甲基、苯硫基甲基、吡咯基甲基、嘧啶基甲基、噻唑基甲基、吡唑基甲基、吗啉代甲基或吗啉代正丙基，这些基可被下述基团任意取代，有氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、甲硫基、三氟甲基、三氟甲氧基、三氟甲硫基、二甲氨基或二乙氨基。

4. 制备式(I)的1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶衍生物及其酸加成盐的方法



其中

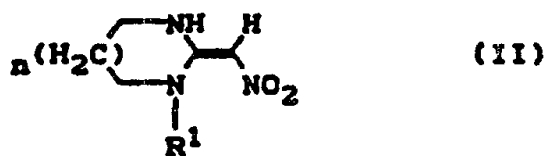
n 代表数字0, 1 或2,

R^1 代表氢或是下列可被任意取代的基团，包括烷基、链烯基、炔基、芳烷基和杂芳烷基，和

R^2 代表二烷基氨基、烷氧基、链烯氧基、芳烷氧基或是下列可被任

意取代的基团，包括烷基、链烯基、炔基、环烷基、芳烷基和杂芳烷基。

其特征为将式(Ⅰ)的硝基亚甲基衍生物(其中, R^1 和 n 具有上述的定义)



在至少有两倍摩尔量的甲醛存在时, 如果需要, 有适宜的酸性催化剂和稀释剂存在下与式(Ⅱ)的胺类(其中 R^2 具有上述的定义)反应,



以及如果需要向所得到的化合物中加入生理上可接受的酸。

5. 多种杀虫剂, 其特征为至少含有一种具有式(Ⅰ)结构的1,2,3,6-四氢-5-硝基咪唑衍生物。

6. 多种杀昆虫剂和杀线虫制剂, 其特征为至少含有一种具有式(Ⅰ)结构的1,2,3,6-四氢-5-硝基-咪唑衍生物。

7. 消灭昆虫和/或线虫的方法, 其特征为使具有式(Ⅰ)结构的1,2,3,6-四氢-5-硝基咪唑衍生物作用于昆虫和/或线虫和/或它们的栖息处。

8. 使用式(Ⅰ)的1,2,3,6-四氢-5-硝基咪唑衍生物来消灭昆虫和/或线虫。

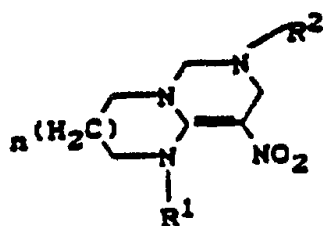
9. 制备杀虫剂的方法, 其特征为使具有式(Ⅰ)结构的1,2,3,6-四氢-5-硝基咪唑衍生物与补充剂和/或表面活性剂相混合。

1,2,3,6-四氢-5-硝基-咪啉衍生物

本发明涉及到一类新型的1,2,3,6-四氢-5-硝基咪啉类衍生物，关于其制备方法以及它们作为杀虫剂，特别是作为杀昆虫剂和杀线虫剂的用途。另外，这类化合物还具有高强度消灭外寄生虫的活性。

我们已经知道有些咪啉并噻嗪类化合物具有杀虫剂的性能，例如7-乙基-9-硝基-3,4,7,8-四氢-(2H,6H)-咪啉并-(4,3-b)-1,3-噻嗪(参看美国专利说明书4,031,087)。

现已找到了一类具有式(I)结构的新型1,2,3,6-四氢-5-硝基-咪啉衍生物以及它们的酸加成盐：

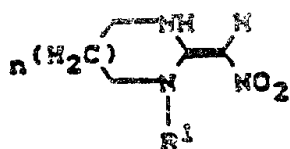


其中

n 代表数字0, 1 或2,

R^1 代表氢或下列可被任意取代的基团，包括烷基、链烯基、链炔基、芳烷基和杂芳烷基，

R^2 代表二烷基氨基、烷氧基、链烯氧基、芳烷氧基或下列可被任意取代的基团，包括烷基、链烯基、链炔基、环烷基、芳烷基和杂芳烷基，此外，还发现当至少有两倍摩尔量的甲醛存在时，具有式(II)结构的硝基亚甲基衍生物(其中 R^1 和 n 如上所述)



与具有式(Ⅲ)结构的胺类(其中 R^2 如上所述)



反应,假若需要时有酸性催化剂和稀释剂存在的条件下,则可以制得式(Ⅰ)的1,2,3,6-四氢-5-硝基-哌啶类衍生物,如果需要时向所制得的化合物中加入一些生理上可接受的酸,则可以制得式(Ⅰ)衍生物的酸加成盐。

令人惊奇的是按照本发明具有式(Ⅰ)结构的1,2,3,6-四氢-5-硝基-哌啶衍生物在作为高活性的杀虫剂、杀线虫剂和杀外寄生虫剂上表现十分卓越。

本发明涉及到的优选的化合物中是,其中

n 代表数字0, 1 或2,

R^1 代表氢、或具有1至20个碳原子的烷基,此烷基可被氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、 C_1-C_4 烷基氧基、 C_1-C_4 烷基硫基、卤代- C_1-C_2 烷基氧基、卤代- C_1-C_2 烷基硫基、氨基、 C_1-C_4 -烷基氨基或二- C_1-C_4 -烷基氨基所任意取代;具有2至6个碳原子的链烯基和链炔基;在芳基部分有6至10个碳原子和在烷基部分有1至4个碳原子的芳烷基,而可被氟、氯、溴、氰基、硝基、 C_1-C_4 烷基、 C_1-C_4 烷基氧基、 C_1-C_4 烷基硫基、卤代- C_1-C_2 烷基、卤代- C_1-C_2 烷基氧基或卤代- C_1-C_2 -烷基硫基所任意取代,或代表呋喃基- C_1-C_3 -烷基、苯硫基- C_1-C_3 -烷基、吡唑基- C_1-C_3 -烷基、咪唑基- C_1-C_3 -烷基、吡咯基- C_1-C_3 -烷基、1,2,4-三唑基- C_1-C_3 -烷基、1,2,3-三唑基- C_1-C_3 -烷基、哌啶基- C_1-C_3 -烷基、吡嗪基- C_1-C_3 -烷基、吡啶基- C_1-C_3 -烷基、噁唑基- C_1-C_3 -烷基、异噁

唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、1,3,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、噻唑基-C₁-C₃- 烷基、异噻唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,5-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基和1,3,4,-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基，而各基团上可被氟、氯、溴、氰基、硝基、C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₄- 烷基、卤代-C₁-C₄- 烷氧基、卤代-C₁-C₄烷硫基、氨基、C₁-C₄-烷氨基或二-C₁-C₄- 烷氨基所任意取代，和

R²代表每一个烷基部分都有1至6个碳原子的二烷基氨基，具有1至6个碳原子的烷氧基，具有3至6个碳原子的链烯氧基，在芳基部分6至10个碳原子和在烷基部分有1至4个碳原子的芳烷氧基，或具有1至20个碳原子的烷基，烷基上可被氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、巯基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₂- 烷氧基、卤代-C₁-C₂- 烷硫基、氨基、C₁-C₄-烷氨基、二-C₁-C₄- 烷氨基、羟基羰基、C₁-C₄-烷氧羰基、C₁-C₄-烷基羰基氨基、吗啉代或C₃-C₆-环烷基等任意取代，具有3至6个碳原子的链烯基或炔基，具有3至8个碳原子的环烷基，环烷基上可被C₁-C₂-烷基、氟、氯、溴或卤代-C₁-C₂- 烷基任意取代，在芳基部分具有6至10个碳原子和在烷基部分具有1至4个碳原子的芳烷基，基上可被下列基团任意取代，如氟、氯、溴、氰基、硝基、C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、C₁-C₄-烷硫基、卤代-C₁-C₂- 烷基、卤代-C₁-C₂- 烷氧基或卤代-C₁-C₂- 烷硫基，还代表呋喃基-C₁-C₃- 烷基、苯硫基-C₁-C₃- 烷基、吡唑基-C₁-C₃- 烷基、咪唑基-C₁-C₃- 烷基、吡咯基-C₁-C₃-烷基、1,2,4-三唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,3-三唑基-C₁-C₃- 烷基、吡啶基-C₁-C₃- 烷基、吡嗪基-C₁-C₃- 烷基、嘧啶基-C₁-C₃- 烷基、噁唑基-C₁-C₃- 烷基、异噁唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、1,3,4-噁二唑基-C₁-C₃- 烷基、噻唑基-C₁-C₃- 烷基、异噻唑基-C₁-C₃- 烷基、1,2,5-噻唑基-C₁-C₃- 烷基和1,3,4-噻二唑基-C₁-C₃- 烷基，这些基团可被下列基团任意取代，

包括有氟、氯、溴、氰基、硝基、 C_1-C_4 -烷基、 C_1-C_4 -烷氧基、 C_1-C_4 -烷硫基、卤代- C_1-C_4 -烷基、卤代- C_1-C_4 -烷氧基、卤代- C_1-C_4 -烷硫基、氨基、 C_1-C_4 -烷氨基或二- C_1-C_4 -烷氨基。

特别好的式(I)化合物是这样一些化合物，其中：

n 代表数字0 或1，

R^1 代表氢，或具有1 至12个碳原子的烷基，其烷基可被下列基团任意取代，诸如氟、氯、氰基、硝基、羟基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲氧基、二氟甲氧基、三氯甲氧基、一氯二氟甲氧基、三氟甲硫基、二氟甲硫基、三氯甲硫基、一氯二氟甲硫基、氨基、甲氨基、乙氨基、二甲氨基或二乙氨基；各具有3 或4 个碳原子的链烯基或炔基；可被下列基团任意取代的苯甲基或苯乙基，诸如氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲基、三氟甲氧基或三氟甲硫基，还代表苯硫基甲基、吡唑基甲基、1,2,4-三唑基甲基、吡嗪基甲基、嘧啶基甲基、吡啶基甲基、异恶唑基甲基、恶唑基甲基、噻唑基甲基、1,2,5-噻唑基甲基或1,3,4-噻二唑基甲基、这些基团可被如下基团任意取代，诸如氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、甲硫基、三氟甲基、三氟甲氧基、三氟甲硫基、二甲氨基或二乙氨基，和

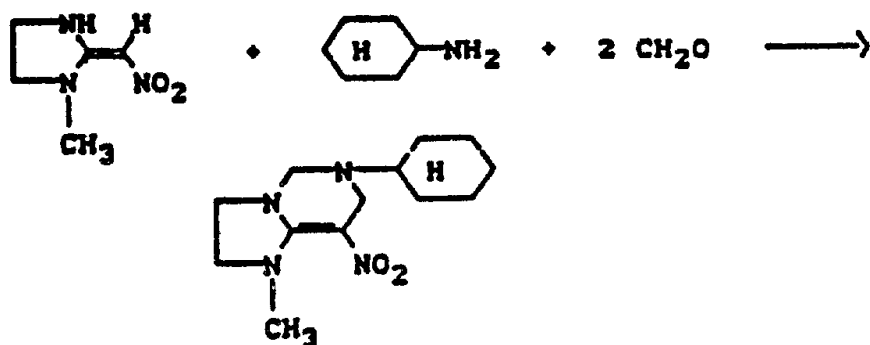
R^2 代表在每个烷基部分具有1 至4 个碳原子的二烷基氨基，具有1 至4 个碳原子的烷氧基，烯丙氧基，苯甲氧基、苯乙氧基，具有1 至12 个碳原子的烷基，基上可被如下基团任意取代，诸如氟、氯、溴、氰基、硝基、羟基、巯基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲氧基、二氟甲氧基、三氯甲氧基、一氯二氟甲氧基、三氟甲硫基、二氟甲硫基、三氯甲硫基、一氯二氟甲硫基、氨基、甲氨基、乙氨基、二甲氨基、二乙氨基、羟基羰基、 C_1-C_2 -烷氧基羰基、 C_1-C_2 -烷羰基氨基或 C_3-C_6 -环烷基；具有3 或4 个碳原子的链烯基或炔基；具有3 至6 个碳

原子的环烷基，此基可被如下基团任意取代，诸如氟、氯或三氟甲基，苯甲基和苯乙基，这些基可被如下基团任意取代，诸如氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、甲硫基、乙硫基、三氟甲基、三氟甲氧基或三氟甲硫基，还代表呋喃甲基、苯硫基甲基、吡咯甲基、嘧啶基甲基、噻唑基甲基、吡唑基甲基、吗啉代甲基或吗啉代正丙基，这些基可被如下基团任意取代，诸如氟、氯、溴、氰基、硝基、甲基、乙基、甲氧基、甲硫基、三氟甲基、三氟甲氧基、三氟甲硫基、二甲氨基或二乙氨基。

根据本发明较好的化合物还有式(I)化合物的酸加成物和那些1,2,3,6-四氢-5-硝基-嘧啶衍生物，其中取代基R, R'和R²或示指n具有如同前面已经详述的定义。

可选用加成的酸包括氢卤酸，例如盐酸和氢溴酸，尤其是盐酸，还有磷酸、硫酸、硝酸、醋酸、草酸、丙二酸、琥珀酸、苹果酸、酒石酸、马来酸、富马酸、甲磺酸、苯甲酸、取代的苯甲酸、甲酸、氯乙酸、甲苯磺酸、苯磺酸、三氯乙酸、酞酸、萘磺酸、萘酸、柠檬酸和抗坏血酸。

按照本发明的方法，例如将3-甲基-2-硝基亚甲基-咪唑烷，环己胺和至少两倍摩尔量的甲醛用做起始原料，于是相应的反应可用下列方程式表示：



在按本发明的方法中用作起始原料的硝基亚甲基衍生物通常用式(II)限定。在式(II)中, R¹和n 最好代表那些在描述按照本发明的式(I)化合物时已经叙述的基团和示指。

式(II)化合物是已知的和/或能用已知方法制备的(参看:例如德国公开专利说明书DE-OS 2,514,402,欧洲公开专利说明书EP-OS 136,636,EP-OS 154,178 和EP-OS 163,855)。

下面提出一些可作为式(II)化合物的例子:

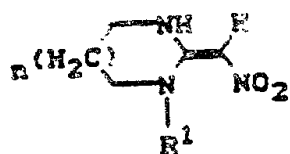



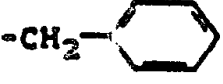

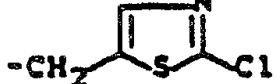

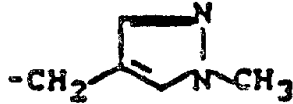






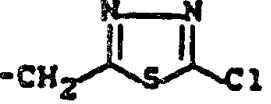

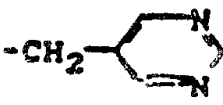



表 1

a	R ¹	b	R ¹
0	H	0	CH ₃
0	C ₂ H ₅	0	
0		0	
0		0	-CH ₂ CH ₂ CN
0	-CH ₂ -CH=CH ₂	0	-CH ₂ -C≡CH
0		0	
0		0	
1	H	1	CH ₃
1	C ₂ H ₅	1	
1		1	
1		1	-CH ₂ CH ₂ CN
1	-CH ₂ -CH=CH ₂	1	-CH ₂ -C≡CH
1		1	
1		2	H
0		0	
0			

此外，在按照本发明的方法中作为起始原料使用的胺类通常用通式(Ⅲ)限定。在式(Ⅲ)中， R^2 最好代表那些描述按照本发明的式(I)化合物时已经叙述的那些基团。

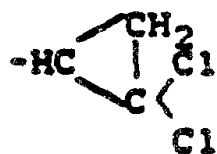
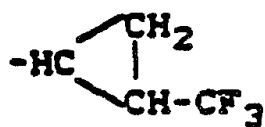
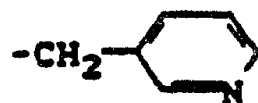
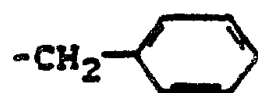
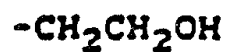
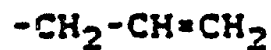
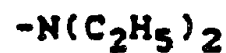
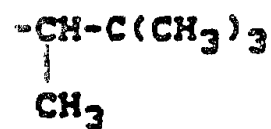
式(Ⅲ)的胺类一般是有机化学中已知化合物。

下面提出一些可作为式(Ⅲ)化合物的例子：



表 2

R¹



R²

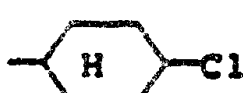
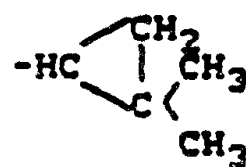
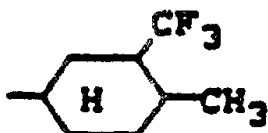
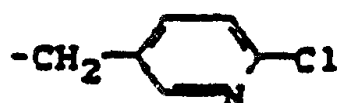
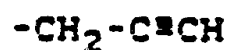
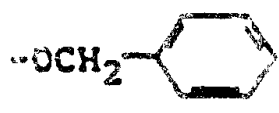
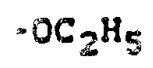
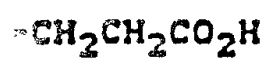
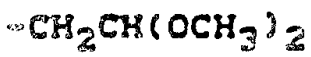
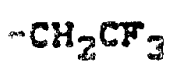
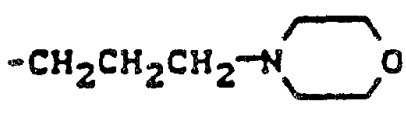
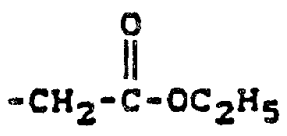
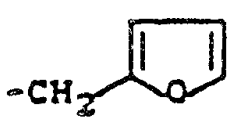
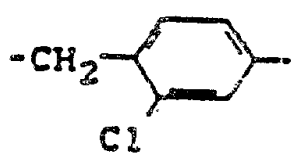


表2(续)

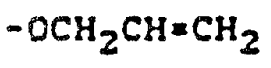
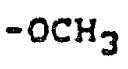
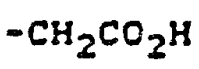
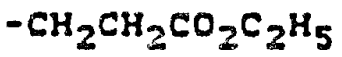
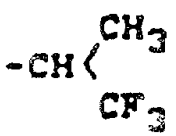
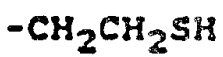
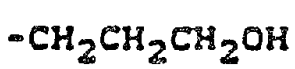
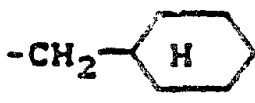
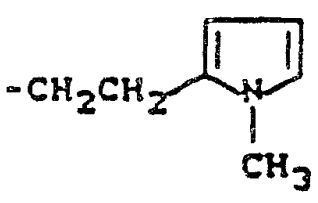
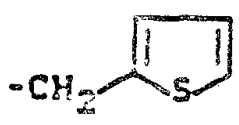
R²

- CH₂CH₂CN
- (CH₂)₄-CH₃
- (CH₂)₁₅-CH₃
- CH₂CH₂CH₂OCH₃



R²

- (CH₂)₅-CH₃
- (CH₂)₁₁-CH₃
- CH₂CH₂-OCH₃
- (CH₂)₃O(CH₂)₃CH₃



按照本发明的方法，式(I)新化合物的制备最好在使用稀释剂的情况下完成。在这里合适的稀释剂是水和对反应惰性的有机溶剂。稀释剂中较好的包括脂肪族的和芳香族的，任意卤代的烃类，例如戊烷、己烷庚烷、环己烷、石油醚、汽油、石脑油、苯、甲苯、二甲苯、二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳、氯苯和邻二氯苯、醚类(例如乙醚和二丁醚)、乙二醇二甲醚和二乙二醇二甲醚，四氢呋喃和二氧杂环己烷，和醇类(例如甲醇、乙醇、正丙醇和异丙醇)。最好选用醇和水的混合物。

按照本发明的流程可任意在酸性、非氧化性催化剂存在的条件下进行。氢卤酸(例如盐酸和氢溴酸)，磷酸，和低级羧酸(例如醋酸和丙酸)等已被证明为特别好用的。

按照本发明的方法，反应温度可以在较广的范围的变化，一般来说，反应是在-20℃和+120℃之间的温度下进行，最好是在0℃和+80℃之间的温度下进行。

按照本发明的方法一般是在常压下完成反应。但是在加压或减压的条件下完成本流程也是可能的。

为了完成本发明的方法，每摩尔式(II)的硝基亚甲基衍生物要使用1至1.5摩尔(最好是1至1.2摩尔)式(III)的胺和2至4摩尔(最好是2至3摩尔)的甲醛。

如果可能，式(III)的胺可做成水溶液使用。当使用式(III)的气态胺时，可将这些化合物通入稀释剂、式(I)化合物和甲醛的混合物。按照本发明的方法甲醛以水溶液状态使用。反应一般在适当的稀释剂中进行，在每一种情况所必需的温度下将反应混合物搅拌数小时。按照本发明的方法是在每一种情况下都是使用常规方法完成操作。

式(I)化合物的酸加成盐可按常规的成盐的简单方式来获得，例如将式(I)化合物溶于合适的情性溶剂中，加入酸(比如盐酸)，用

一种已知的方法分离，例如过滤出来，然后如果需要再用一种惰性有机溶剂进行洗涤而纯化。

具有活性的化合物适宜于防治害虫，尤其能防治农业、林业、粮库或其它仓库和卫生事业方面的害虫和线虫，对植物无药害，对温血动物毒性不高。这些化合物能有效地防治正常感性的或抗性害虫，还能防治害虫的所有虫态或几个虫态。能防治的害虫包括：

等足目(甲壳纲)的潮虫(球鼠妇)、鼠妇。信足亚纲的具斑马陆。唇足亚纲的地蜈蚣、蚰蜒。综合亚纲的么蚰。缨尾目的西洋衣鱼。弹尾目的棘跳虫。直翅目的东方蜚蠊、美洲蜚蠊、马得拉蜚蠊、德国蜚蠊、家蟋蟀(灶马)、蝼蛄、热带飞蝗、殊种蚱蜢、荒地蚱蜢。革翅目的欧洲球螋。等翅目的白蚁属。虱目的葡萄根瘤蚜、绵蚜、体虱(衣虱)、盲虱、毛虱属。食毛目的羽虱和畜虱属。缨翅目的温室条蓟马和葱蓟马。半翅目的褐盾蝽、棉红蝽、甜菜拟网蝽、臭虫(床虱)、长红猎蝽、大猎蝽。同翅目的甘蓝粉虱、木薯粉虱、温室粉虱、棉蚜、菜蚜(甘蓝蚜)、茶蔗隐瘤蚜、豆卫矛蚜、大棉蚜、苹绵蚜(血蚜)、桃大尾蚜、长管蚜、瘤蚜、忽布疣蚜、缢管蚜、微叶蝉、绿叶蝉、点叶蝉、金合欢蜡蚧、油橄榄黑盔蚧、灰飞虱(灰稻虱)、稻褐飞虱、红圆蚧、圆蚧、粉蚧、木虱属。鳞翅目的红铃虫、松尺蠖、*Cheimatobia brumata*、细蛾、苹果巢蛾、菜蛾、天幕毛虫、茶斑毒蛾、舞毒蛾属、棉叶穿孔潜蛾、桔细潜蛾、地老虎属、夜蛾属、鸣夜蛾属、埃及金钢钻(棉斑实蛾)、棉铃虫、甜菜夜蛾、菜圆夜蛾、松夜蛾、斜纹夜蛾、甜菜夜蛾、粉纹夜蛾、苹果蠹蛾、菜粉蝶、稻螟、玉米螟、地中海粉螟、大蜡螟、负袋衣蛾(幕谷蛾)、织网夜蛾(袋谷蛾)、褐织叶蛾、亚麻卷叶蛾、桑斜纹卷叶蛾、云杉卷叶蛾、葡萄果蠹蛾、茶淡黄卷叶蛾、栎绿卷叶蛾。鞘翅目的具斑窃蠹、谷蠹、大豆象(菜豆象)、家天牛、赤杨紫跳甲、马铃薯甲虫、辣根猿叶虫、十二点甲、油菜兰跳甲、墨西哥

豆瓢虫、隐食甲、锯谷盗、花象虫、米象、葡萄黑象甲、香蕉象虫、种籽象虫、苜蓿叶象甲黑皮蠹、斑皮蠹、毛皮蠹、皮蠹、粉蠹、油菜花露尾甲、蛛甲、金黄蛛甲、麦蛛甲、拟谷盗、大黄粉蚜、金针虫、卵甲、西方五月鳃角金龟、六月金龟和褐新西兰肋翅鳃角金龟。膜翅目的叶蜂、梨实叶蜂、黑田蚁、厨蚁和胡蜂。双翅目的伊蚊、按蚊、库蚊、黄猩猩果蝇、家蝇、厩蝇、红头丽蝇、绿蝇、金蝇、疽蝇、胃蝇、*Hyppobosca*、厩螿蝇、羊鼻蝇、皮蝇属、牛虻属、*Tannia* spp.、毛蚊、瑞典麦秆蝇、种蝇、苜蓿菜潜叶花蝇、地中海蜡实蝇、橄榄大实蝇、欧洲大蚊。蚤目的印鼠客蚤(东方鼠蚤)和禽蚤。蛛形纲的蝎和黑寡妇球腹蛛。

寄生于植物上的线虫包括根线虫、掘穴线虫、玉米茎线虫、桔垫刃线虫、异皮线虫、根疣线虫、叶线虫、*Longidorus* spp.、咖啡刺根线虫和*Trichodorus* spp.。

根据本发明中所述的式(I)活性化合物具有卓越的杀虫与杀线虫活性。特别当用作在叶面上的杀虫剂和土壤杀虫剂时，对某些幼虫具有突出的防治效果，如种蝇的幼虫，还能防治鳞翅目一类的幼虫，如小菜蛾之类的幼虫，对甲虫幼虫如辣根猿叶虫、黄瓜条叶甲也能防治，还能防治一些蚜虫、如桃蚜、豆卫矛蚜。此外，当用来防治线虫，如黄麻根疣线虫之类，也有很好的防治效果。

这些新型的化合物，特别适用于防治危害叶子的昆虫、土壤中的昆虫和线虫。

除此之外，这些新型化合物还有杀菌作用。

这些具有活性的化合物能被加工成普通常用的剂型，如溶液、乳剂、悬浮剂、粉剂、泡沫剂、糊剂、颗粒剂、气雾剂、还能将这些活性化合物浸透在天然或人工合成的材料上，或是将它加工成以聚合物为材料的微囊剂型。或作成拌种用的包膜组合物，或是借助燃烧器材使用的剂型如熏蒸弹粒、熏蒸桶、熏蒸圈盘、超低剂量冷雾或温热烟雾。

这些制剂可用已知的方法制成，例如把有效成分与各种补充剂混合，也就是液体溶剂，加压下的液化汽，和（或）固体载体，可任选使用表面活性剂即乳化剂、和（或）分散剂、和（或）成泡剂。当用水来做补充剂时，也可用有机溶剂作辅助溶剂。适宜的液体溶剂主要有芳香族化合物类如二甲苯、甲苯或烷基苯、氯化芳香族类或氯化脂族烃类如氯苯、氯乙烯或二氯甲烷、脂肪族烃类如环己烷或石蜡如矿物油馏分。醇类，诸如丁醇或甘油及其醚类、酯类，酮类、如丙酮、甲基乙基酮（丁酮），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和水，液化的气体补充剂或载体指的是在常温和常压下为气态的液体，例如气雾发生剂如卤代烃和丁烷、丙烷、氮气和二氧化碳；适宜的固体载体有磨细的天然矿石如高岭土、粘土（白土）、滑石粉、白垩、石英、硅镁土、蒙脱石或硅藻土，还有磨细的合成矿物如具有高分散性的硅酸、氧化铝和硅酸盐；作为颗粒剂用的固体载体适用的有：碎石和分级的天然岩石如方解石、大理石、浮石、海泡石和白云石；还有无机和有机粗粉做成的合成颗粒，有机材料的颗粒有锯末、椰子壳、玉米棒子、菸草的茎杆；作为乳化剂或发泡剂用的适用品种有非离子型和阴离子型乳化剂，如聚氧化乙烯脂肪酸酯、聚氧化乙烯脂肪族醇醚，如烷芳基聚乙二醇醚，磺酸烷基酯、硫酸烷基酯、磺酸芳基酯和白蛋白水解产物；适用的分散剂有木质素-亚硫酸盐废液和甲基纤维素。

胶粘剂有羧甲基纤维素及粉状、颗粒状或胶乳状的天然的和合成的聚合物，如阿拉伯树脂、聚乙烯醇和聚醋酸乙烯酯，和天然的磷酸酯类如脑磷酸酯和卵磷酸酯，和合成的磷酸酯类，这些都能在制剂中使用。其它填充剂可以是矿物油或植物油。

使用着色剂是可能的，象无机颜料如氧化铁、氧化钛和普鲁士兰以及一些有机染料如萘素染料、偶氮染料和金属酞花青染料和痕量的营养物质如铁盐、镁盐、硼盐、铜盐、钴盐、钼盐和锌盐。

在制剂中有效成分的含量按重量讲一般是0.1%至95%之间，0.5%至90%则更佳。

按照本发明的活性化合物可以以商品制剂出现，还可以由这些制剂与其它活性化合物如杀虫剂，毒饵、不育剂、杀螨剂、杀线虫剂、杀菌剂、生长调节剂或除草剂混合制成使用形式的制剂。杀虫剂包括磷酸酯、氨基甲酸酯、羧酸酯、氯代烃类、苯基脲类，特别是微生物产生的物质。

按照本发明的活性化合物可以以商品制剂出现，还可以这些制剂与增效剂混合物制成使用形式的制剂。增效剂是一种能提高活性化合物的活性作用的物质，而增效剂本身不需要有活性。

由商品制剂制成的使用形式中活性化合物的含量可在很宽的范围内变化。按重量计，使用形式的活性化合物的浓度可以是0.0000001%到95%。最适合的范围是0.0001%到1%。

这些化合物是以适于使用形式的惯用方式使用的。

当用来防治卫生害虫和仓库害虫时，活性化合物按其对在木材和粘土上有极好的残效作用，和对石灰处理过的基层上的碱有良好的稳定性来说性能是卓著的。

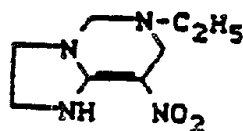
本发明的活性化合物在动物饲养和乳牛育种部门还适用于防治昆虫、螨、蜚等，用于防治害虫可以得到较好的结果，例如有较高的牛乳产量、较高的体重、更诱人的动物毛皮、较长的寿命等。特别是用作杀体外寄生虫剂时，对丽蝇科害虫表现出很高的杀虫活性，例如对绿蝇。

本发明的活性化合物在这个方面是以已知的方式施用的，即采取外用方法，例如浸液法、喷雾法、浇灌法、涂抹法或喷粉法。

按照发明，化合物的药效可通过以下的一些实例加以说明。

制备实例

例1



在5 °C - 10 °C下，经一小时将16.8毫升(0.22 摩尔)30%浓度的甲醛水溶液滴加至12.9克(0.1 摩尔)2-硝基亚甲基咪唑烷和7.1 克(0.11 摩尔)70%浓度的乙胺水溶液在50毫升乙醇和30毫升水的混合物中，随后将反应混合物在25 °C下搅拌16小时，然后用真空蒸馏法将溶剂去除，残余物用乙酸乙酯重结晶。

这样制得的17.8克(理论量的89%)的6,7-二氢-6-乙基-8-硝基-(5H)-咪唑烷并〔2,3-f〕-嘧啶是一种熔点为159 °C的米色晶体。

下面列于表3 的式(I) 化合物可用例I 的类似方法或根据本发明中的方法制得：

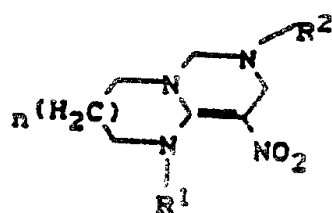


表3


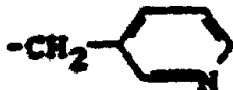

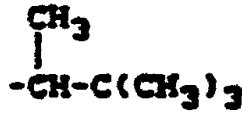
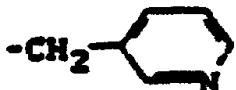

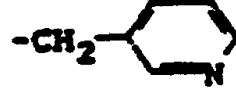
实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
2	0	H		M.p.: 186° C
3	0	H	-CH ₂ CH ₂ -N(C ₂ H ₅) ₂	M.p.: 122° C
4	0	H		M.p.: 208° C
5	0	H		M.p.: 148° C
6	0	H		τδ=4.06 (s)
7	0	H	-CH ₃	M.p.: 166° C
8	0	H	-C ₃ H ₇ -i	M.p.: 146° C
9	0		-C ₃ H ₇ -i	M.p.: 136-138° C
10	1	H	-C ₃ H ₇ -i	M.p.: 150-152° C
11	0		-C ₂ H ₅	M.p.: 142° C
12	1	H	-C ₂ H ₅	M.p.: 140-142° C
13	0		-CH ₃	M.p.: 189° C
14	1	H	-CH ₃	M.p.: 188° C

表3(续)



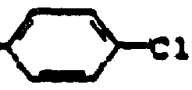

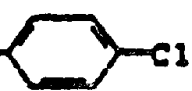


实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
15	0	-CH ₂ -  -Cl	-C ₃ H ₇ -i	M.p. : 136-138° C
16	0	-CH ₂ -  -Cl	-CH ₃	M.p. : 150-152° C
17	1	-CH ₃	-CH ₃	M.p. : 120-122° C
18	1	-CH ₃	-C ₃ H ₇ -i	M.p. : 124-128° C
19	1	-CH ₃	-C ₃ H ₇ -n	M.p. : 130-132° C
20	0	-CH ₂ CH ₂ CN	-CH ₃	M.p. : 152-155° C
21	0	-CH ₂ CH ₂ CN	-C ₂ H ₅	M.p. : 156-158° C
22	0	-CH ₂ CH ₂ CN	-C ₃ H ₇ -i	M.p. : 163-165° C
23	0	-CH ₂ CH ₂ CN	-C ₃ H ₇ -n	M.p. : 129° C
24	0	-CH ₂ -  -Cl	-CH ₃	M.p. : 156-158° C
25	0	-CH ₂ -  -Cl	-C ₂ H ₅	M.p. : 180-182° C
26	0	-CH ₂ -  -Cl	-C ₃ H ₇ -i	M.p. : 150-151° C
27	0	-CH ₂ -  -Cl	-C ₃ H ₇ -n	M.p. : 166° C
28	1	-CH ₂ -  -Cl	-CH ₃	M.p. : 168-170° C

表3(续)













实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
29	1		-C ₂ H ₅	M.p.: 156-158° C
30	1		-C ₃ H ₇ -i	M.p.: 140° C
31	1		-C ₃ H ₇ -n	M.p.: 138-140° C
32	2	H	-C ₂ H ₅	M.p.: 100-108° C
33	1	-CH ₂ CH ₂ CN	-CH ₃	M.p.: 156° C
34	1		-CH ₃	M.p.: 136° C
35	1		-CH ₃	M.p.: 142° C
36	2	H	-CH ₃	M.p.: 136-140° C
37	0		-C ₂ H ₅	M.p.: 178° C
38	0		-C ₄ H ₉ -tert.	M.p.: 128° C
39	0		-CH ₂ CH ₂ OH	M.p.: 160-162° C
40	0			M.p.: 168° C
41	0			M.p.: 150-152° C

表3(续)




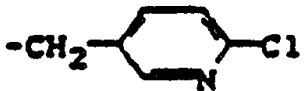
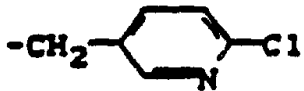

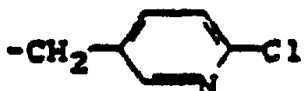
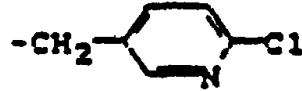
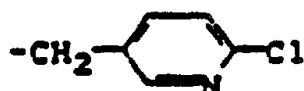
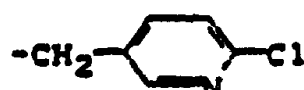
实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
42	0			M.p.: 150° C
43	1		-C ₂ H ₅	M.p.: 144° C
44	1		-C ₃ H ₇ -I	M.p.: 142° C
45	1			M.p.: 82° C
46	0		-CH ₂ -CH=CH ₂	M.p.: 144° C
47	1	-CH ₃		M.p.: 176° C
48	0	H	-C ₄ H ₉ -n	M.p.: 122° C
49	0	H	-C ₆ H ₁₃ -n	M.p.: 112° C
50	0	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	M.p.: 109° C
51	0	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	M.p.: 106° C
52	0		-C ₄ H ₉ -n	M.p.: 134° C
53	0		-C ₆ H ₁₃ -n	M.p.: 134° C

表3(续)

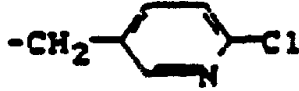
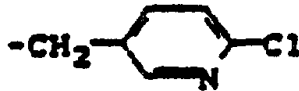


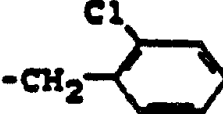



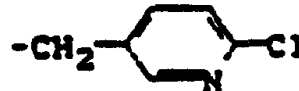





实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
54	0		-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	M.p.: 169° C
55	0			M.p.: 186° C
56	0			M.p.: 94° C
57	0		-C ₁₂ H ₂₅ -n	M.p.: 117° C
58	0		-C ₉ H ₁₁ -n	M.p.: 129° C
59	0		-C ₁₆ H ₃₃ -n	M.p.: 122° C
60	0		-(CH ₂) ₃ -O-(CH ₂) ₃ CH ₃	M.p.: 78° C
61	0		-CH ₂ CH ₂ -N(C ₂ H ₅) ₂	M.p.: 125° C
62	0			M.p.: 134° C
63	0		-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -N  O	M.p.: 120° C

表3(续)



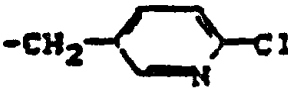
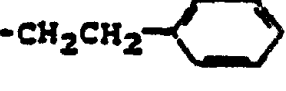


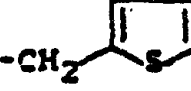




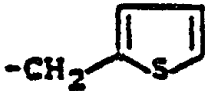
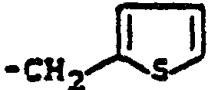
实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
64	0			M.p.: 160° C
65	0			M.p.: 114° C
66	0		$-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCH}_3)_2$	M.p.: 150° C
67	0			M.p.: 158° C
68	0		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$	
69	0		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$	M.p.: 120° C
70	0		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SH}$	
71	0		$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	
72	0		$-\text{CH}_3$	M.p.: 112° C
73	1		$-\text{CH}_3$	

表3(续)

实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
74	0		-CH ₃	$\tau_s = 4.95$ (s)
75	1		-CH ₃	$\tau_s = 4.66$ (s)
76	0		-CH ₃	
77	1		-CH ₃	
78	0		-CH ₂ -	M.p. 150° C
79	0		-CH ₂ COOC ₂ H ₅	M.p.: 147° C
80	0		-CH ₂ CH ₂ NH-COCH ₃	
81	0		-CH ₂ COOH	M.p.: 88° C
82	0		-CH ₂ CH ₂ COOH	
83	0		-OCH ₃	

表3(续)




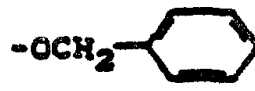










实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
84	0		-OC ₂ H ₅	
85	0		-OCH ₂ CH=CH ₂	
86	0			
87	0		-CH ₂ CF ₃	M.p.: 143° C
88	0			M.p.: 163° C
89	1		-CH ₂ C≡CH	*δ=4.60 (s)
90	0		-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	M.p.: 181° C
91	0		-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	M.p.: >230° C
92	0			M.p.: 146° C
93	0		-CH ₂ CH ₂ CN	M.p.: 87° C
94	0		-C(CH ₃) ₂ CH ₂ CH ₃	M.p.: 126° C

表3(续)





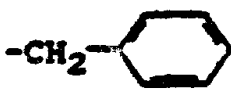





实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
95	0		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CHCOOH} \end{array}$	$^*\delta=4.74(\text{q})$
96	0		$-\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	$^*\delta=4.98(\text{s})$
97	0		$-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$	M.p.: 104° C
98	0			M.p.: 164° C
99	0		$-\text{C}_2\text{H}_5$	M.p.: 177° C
100	0		$-\text{C}(\text{CH}_2\text{F})_2\text{CH}_3$	M.p.: 164° C
101	0		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{C}(\text{CH}_3)_3 \end{array}$	M.p.: 156° C
102	0		$-\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$	M.p.: 150° C
103	0		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	M.p.: 122° C

表3(续)


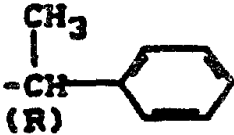

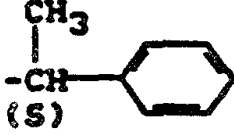

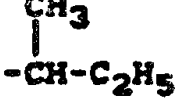

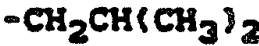

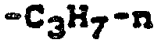



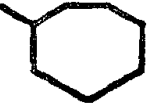




实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
104	0			M.p.: 131° C
105	0			M.p.: 132° C
106	0			M.p.: 152° C
107	0			M.p.: 138° C
108	0			M.p.: 172° C
109	0			M.p.: 131° C
110	0			M.p.: 115° C
111	0			M.p.: 146° C
112	0			M.p.: 134° C

表3(续)


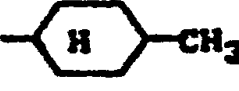

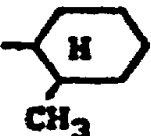

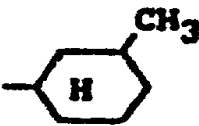

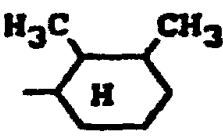




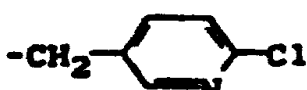
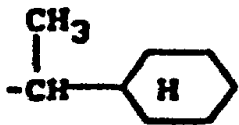

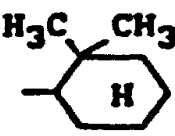
实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
113	0			M.p.: 110° C
114	0			M.p.: 148° C
115	0			M.p.: 133° C
116	0			M.p.: 134° C
117	0		$-C(CH_3)_2CH_2CH_3$	M.p.: 127° C
118	1		$-C(CH_3)_2CH_2CH_3$	M.p.: 149° C
119	0			$\delta = 4.92(\text{s})$
120	0			M.p.: 133° C
121	0			M.p.: 142° C

表3(续)


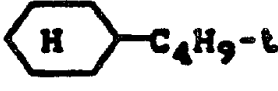

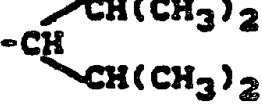

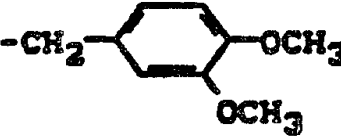







实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
122	0			M.p.: 172° C
123	0			M.p.: 114° C
124	0			M.p.: 115° C
125	0		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SC}_2\text{H}_5$	M.p.: 180° C
126	0		$-(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$	M.p.: 147° C
127	0		$-(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$	M.p.: 147° C
128	0		$-(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$	M.p.: 129° C
129	0		$-(\text{CH}_2)_9\text{CH}_3$	M.p.: 117° C
130	0		$-(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$	M.p.: 115° C
131	0		$-(\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_3$	M.p.: 120° C

表3(续)

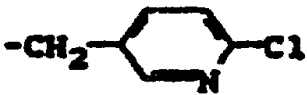

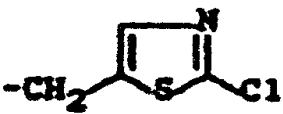
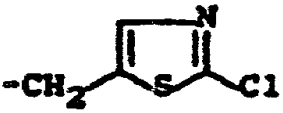
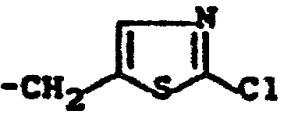
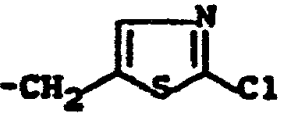

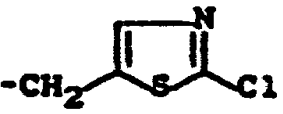


实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
132	0		$-\text{CH}_2-\overset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$	M.p.: 119° C
133	0		$-(\text{CH}_2)_{17}\text{CH}_3$	M.p.: 120° C
134	0		$-\overset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-\text{C}(\text{CH}_3)_3$	M.p.: 142° C
135	0		$-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCH}_3)_2$	M.p.: 124° C
136	1		$-\overset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-\text{C}(\text{CH}_3)_3$	M.p.: 144° C
137	1		$-(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3$	M.p.: 103° C
138	1		$-(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$	M.p.: 76° C
139	1		$-(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$	M.p.: 89° C
140	1		$-(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$	M.p.: 79° C
141	1		$-(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$	M.p.: 70° C

表3(续)



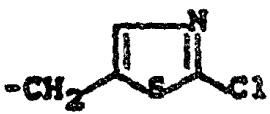
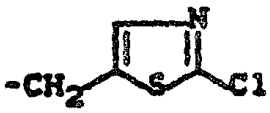


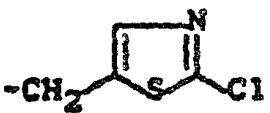


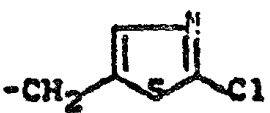


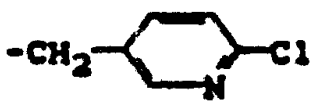
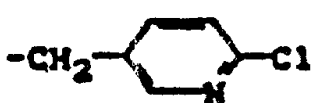

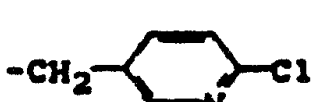





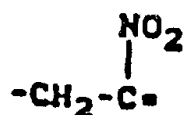
实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
142	1		$-(\text{CH}_2)_9\text{CH}_3$	M.p.: 89° C
143	0		$-(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$	M.p.: 75° C
144	0		$-(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3$	M.p.: 81° C
145	0		$-(\text{CH}_2)_{17}\text{CH}_3$	M.p.: 89° C
146	0		$-(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$	M.p.: 104° C
147	0		$-(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$	M.p.: 114° C
148	0		$-(\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_3$	M.p.: 111° C
149	0		$-(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$	M.p.: 111° C
150	0		$-(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$	M.p.: 120° C
151	0		$-(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$	M.p.: 111° C
152	0		$-(\text{CH}_2)_9\text{CH}_3$	M.p.: 103° C

表3(续)

实例号	n	R ¹	R ²	物理常数
153	0		$-(\text{CH}_2)_8\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$	M.p.: 82° C
154	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_4\text{H}$	M.p.: 101° C
155	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{CH}_3$	M.p.: 118° C
156	0		$-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	M.p.: 115° C
157	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{C}_4\text{H}_9$	M.p.: 118° C
158	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{C}_2\text{H}_5$	M.p.: 160° C
159	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{H}$	M.p.: 135° C
160	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{CH}_3$	M.p.: 110° C
161	0		$-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{H}$	M.p.: 140° C
162	0		$-(\text{CH}_2)_8\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$	M.p.: 95° C

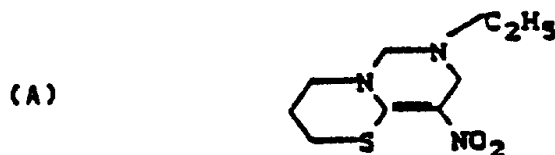
* 是 ¹H-核磁共振谱值，是在 CDCl₃ 中记录的。对于



基团的化学位移已被阐明。

使用实例

在下述的诸使用实例中，下面的化合物被用作对照物：



7-乙基-9-硝基-3,4,7,8-四氢-(2H,6H)-嘧啶并〔4,3-b〕-1,3-噻嗪，见美国专利说明书4,031,087。

例 A

猿叶虫幼虫试验

溶剂：按重量计算，用7份的N,N-二甲基甲酰胺

乳化剂：按重量计算，用1份的烷基芳基聚乙二醇醚

为了制备活性化合物的一种适宜制剂，将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂和乳化剂混合，然后再用水稀释到所需要的浓度。

将花椰菜的叶子在所需浓度的活性化合物药液中浸没。然后再在菜叶上将辣根猿叶虫幼虫接种并饲养，只要使叶子保持潮湿即行。

经过一定时间后，测定死亡百分率。100%表示全部幼虫被杀死；0%表示全部幼虫是存活的。

在本试验中，制备实例中的下列化合物在活性化合物浓度为0.01%时，三天后呈现100%作用，例如化合物：(11)、(13)、(15)、(16)、(35)、(37)、(38)、(39)、(41)、(42)、(43)、(44)、(45)、(46)、(52)、(53)、(54)、(55)、(57)和(58)，而对照质(A)表现出无作用。

例 B

菜蛾试验

溶剂：按重量计算，用7份N,N-二甲基甲酰胺

乳化剂：按重量计算，用1份烷基芳基聚乙二醇醚

为了要制备一种适宜的活性化合物制剂，将按重量计算的一份活性

化合物与上述量的溶剂和乳化剂混合，然后再用水稀释到所需要的浓度。

将花椰菜的叶子在预期浓度的活性化合物药液中浸没，取出后再在菜叶上将菜蛾幼虫接种并饲养在菜叶上，使叶子只要保持潮湿即行。

经过一定时间后，测定死亡百分率。100%表示全部幼虫被杀死，0%表示全部幼虫是存活的。

在本试验中，制备实例的下列化合物在活性化合物浓度为0.01%时，三天后显示100%的作用，例如化合物：(9)、(11)、(15)、(16)、(37)、(38)、(39)、(40)、(41)、(42)和(46)，而对照物质(A)显示无作用。

例 C

蚜虫试验

溶剂：按重量计算，用7份N,N-二甲基甲酰胺

乳化剂：按重量计算，用1份烷基芳基聚乙二醇醚。

为了要制备一种适宜的活性化合物制剂，将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂和乳化剂混合，然后再用水稀释到所需要的浓度。

把被桃蚜(烟蚜)严重感染的花椰菜叶片在一定浓度活性化合物制剂中浸渍处理。

经过一定时间后、测定死亡百分率。100%表示全部蚜虫被杀死，0%表示全部蚜虫是存活的。

在本试验中，制备实例的下列化合物在活性化合物浓度为0.01%时，一天后显示99-100%作用，例如化合物：(13)、(15)、(16)、(37)、(38)、(39)、(40)、(41)、(42)、(43)、(44)、(45)和(46)，而对照物(A)显示有40%的作用。

例 D

蚜虫试验(内吸作用)

溶剂:按重量计算,用7份N,N-二甲基甲酰胺

乳化剂:按重量计算,用1份烷基芳基聚乙二醇醚。

为了制备一种适宜的活性化合物制剂,将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂和乳化剂混合,然后再用水稀释到所需要的浓度。

把被甜菜蚜(豆卫矛蚜)严重感染的蚕豆植株用20毫升一定浓度的活性化合物溶液逐株灌注,使药液渗入到土壤中,但又不沾湿幼芽或枝叶,活性化合物靠植株根部的吸收并传导分布到植株的枝叶上去。

经过一定时间后,测定死亡百分率,100%表示全部蚜虫被杀死,0%表示全部蚜虫是存活的。

在本试验中,以下制备实例化合物在活性化合物浓度为0.01%时,四天后显示90%到100%作用,例如化合物:(11)、(13)、(15)、(16)、(35)、(37)、(38)、(39)、(40)、(41)、(42)、(43)、(45)、(46)、(52)、(53)、(54)、(57)和(58),而对照物(A)显示无杀虫作用。

例 E

临界浓度试验 / 土壤昆虫

试验昆虫:在土壤中的葱蝇蛆

溶剂:按重量计算的3份丙酮

乳化剂:按重量计算的1份烷基芳基聚乙二醇醚。

为了制备一种适宜的活性化合物制剂,将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂混合,然后再加入上述量的乳化剂,用水将浓的药液稀释到所需要的浓度。

将配制好的活性化合物制剂均匀地与土壤拌合在一起。制剂中活性化合物的浓度在这里实际上是不重要的,而单位体积的土壤中含有按重量计的活性化合物的ppm(=毫克/升)量才是关键问题。将土壤装进花盆中,并移到室温条件下放置。

24小时后，将试验动物接种到用药液处理过的土壤中，2 - 7 天后，由计算死的和活的昆虫数，以 % 测定活性化合物的有效程度，如果全部试验昆虫被杀死则有效程度为100%，如果存活的试验昆虫像未用药剂处理过的对照那样多，则有效程度为0%。

在本试验中，制备实例中的下列化合物，例如(14)和(16)在活性化合物浓度为20ppm 时，显示100%的作用，而对照物(A)显示出无杀虫作用。

例 F

临界浓度试验 / 土壤昆虫

试验昆虫：在土壤中的带斑黄瓜叶甲

溶剂：按重量计算的3 份丙酮

乳化剂：按重量计算的1 份烷基芳基聚乙二醇醚

为了制备一种适宜的活性化合物制剂，将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂混合，然后再加入上述量的乳化剂，用水将浓的药液释到所需要的浓度。

将活性化合物制剂均匀地拌合到土壤中，制剂中活性化合物的浓度在这里实际上是不重要的，而关键是单位体积的土壤中含有活性化合物的ppm(- 毫克 / 升)量。将处理过的土壤装进花盆中，并移到室温条件下放置。

24小时后，将试验动物接种到用药液处理过的土壤中，2-7 天后，计算死虫及活虫数，以 % 来确定活性化合物的有效程度，如果全部试验昆虫被杀死，即有效程度为100%，如果存活的试验昆虫像未用药剂处理过的对照那样多，则有效程度为0 %。

在本试验中，下列制备实例的化合物，例如(14)和(16)在活性化合物的浓度为20ppm 时，显示出100%的作用。而对照物质(A)显示出无杀虫作用。

例 G

临界浓度试验 / 根部内吸作用

试验昆虫：辣根猿叶虫幼虫

溶剂：按重量计算，3 份丙酮

乳化剂，按重量计算，1 份烷基芳基聚乙二醇醚

为了制备一种适宜的活性化合物制剂、将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂混合，然后再加入上述量的乳化剂，用水稀释到所需要的浓度。

将配制好的活性化合物制剂均匀地拌合到土壤中，制备好的药液中活性化合物的浓度在这里实际上是不重要的，而关键是单位体积的土壤中含有活性化合物的 ppm (= 毫克 / 升) 量。将处理过的土壤装进花盆中，然后栽上花椰菜，活性化合物可以通过植株根部的吸收并传异分布到植株的叶子中去。

为了要证实药剂的根部内吸作用，因此在七天后，将上述的试验昆虫接到植株的叶子上，再过二天后，由计算或估计死亡昆虫的做出评价，通过死亡率数字可推断活性化合物的根部内吸作用大小。如果全部的试验动物被杀死，表示根部内吸作用的杀虫效果是 100%，如果存活的试验昆虫正象未处理的对照那样多，则通过根部内吸作用的杀虫效果是 0 %。

在本试验中，以下制备实例的化合物，例如 (14)、(16)、(64)、(67)、(88) 和 (103) 在 20ppm 的活性化合物浓度时，显示出 100% 的作用，对照物 (A) 显示出无内吸杀作用。

例 H

临界浓度试验 / 根部的内吸作用

试验昆虫：桃蚜 (烟蚜)

溶剂：按重量计算，3 份丙酮

乳化剂：按重量计算，1份烷基芳基聚乙二醇醚。

为了制备一种适宜的活性化合物制剂，将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂混合，然后再加入上述量的乳化剂，用水稀释到所需要的浓度。

将配制好的活性化合物制剂均匀地拌合到土壤中，在制剂中的活性化合物的浓度在这里实际上是不重要的，而关键是单位体积的土壤中含有活性化合物的ppm（=毫克/升）量。将处理过的土壤装进花盆中，然后栽上花椰菜，活性化合物可以通过植株根部的吸收并传送到植株的叶子中去。

为了要证实根部内吸作用，在七天后，将上述的试验昆虫接种到叶子上，再过二天后，计算和估计死亡昆虫数做出评价，通过死亡率数字推断活性化合物的根部内吸作用大小，如果全部的试验动物被杀死，表示根部内吸作用的杀虫效果是100%，如果存活的试验昆虫正如未处理的对照组一样多，表示通过根部内吸作用的杀虫效果是0%。

在本试验中，制备实例中的化合物，例如(9)、(11)、(13)、(16)、(39)、(57)、(64)、(67)、(88)和(103)、在20ppm的活性化合物浓度时，显示出100%的作用，而对照物质(A)无内吸杀虫作用。

例 I

临界浓度试验

试验线虫：黄麻根疣线虫

溶剂：按重量计算，3份丙酮

乳化剂：按重量计算，1份烷基芳基聚乙二醇醚。

为了制备一种适宜的活性化合物制剂，将按重量计算的一份活性化合物与上述量的溶剂混合，然后再加入上述量的乳化剂，用水稀释到所需要的浓度。

将配制好的活性化合物制剂均匀地拌入到被试验线虫严重感染的土

壤中，在制剂中的活性化合物的浓度在这里实际上是不重要的，而关键是单位体积的土壤中含有活性化合物的ppm(-毫克/升)量。将处理过的土壤装进花盆中，然后栽上马铃薯，并将花盆放进18℃的温室中。

六个星期后，检查马铃薯根部上的寄生包囊数，并以%确定活性化合物的有效程度。如果根部完全不受昆虫感染，表示活性化合物的有效程度为100%，如果根部的昆虫感染与已用同样方式感染过而又未经药剂处理的土壤中的对照植株上一样，则有效程度为0%。

在本试验中，制备实例中的化合物，例如(33)、(34)、(35)和(36)在活性化合物浓度为20ppm时显示出100%的作用，而对照物质(A)显示出无防治作用。

例 J

试验昆虫是具有抗药性的铜绿蝇幼虫

乳化剂：按重量计算、35份乙二醇单甲醚，35份壬酚聚乙二醇醚。

为了制备一种适宜的活性化合物制剂，按重量计算，将3份活性化合物与7份上述的混合乳化剂相混合，再用水将其稀释到所需要的浓度。

将大约有20头铜绿蝇幼虫接种饲养于约有1厘米³的马肉和0.5毫升的活性化合物药液的试管中。24小时后，测定昆虫的死亡率。

在本试验中，制备实例的下列化合物，在活性化合物浓度为1000ppm时，显示出100%的死亡率，例如化合物(7)、(9)、(10)、(11)、(13)、(14)、(16)、(17)、(18)、(19)、(20)、(21)、(22)、(23)、(24)、(26)、(28)、(30)、(31)、(35)、(36)、(40)、(41)、(42)、(43)、(44)、(45)和(46)。