

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07D231/20

A01N 43/56

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97105050.3

[45] 授权公告日 2001 年 10 月 3 日

[11] 授权公告号 CN 1072211C

[22] 申请日 1997.1.23

[21] 申请号 97105050.3

[73] 专利权人 化学工业部沈阳化工研究院

地址 110021 辽宁省沈阳市铁西区沈辽东路 8 号

[72] 发明人 刘长令 刘晓楠 张弘 雷新
刘武成 张立新 李斌 满瀛
胡性之 李宗成

审查员 冯吾战

[74] 专利代理机构 辽宁专利事务所

代理人 丛凤兰

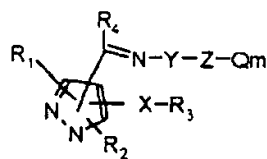
权利要求书 1 页 说明书 34 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 作为农用杀菌剂和杀虫杀螨的吡唑类化合物及其制剂

[57] 摘要

作为农用杀菌剂和杀虫杀螨的吡唑类化合物及其制剂,通式为:

标题化合物(I)具有杀菌和杀虫杀螨活性,在农业上用于防治有害的病、虫和螨类。

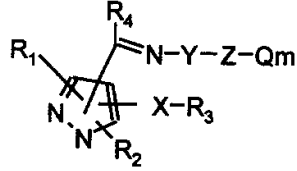


(1)

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1、作为农用杀菌剂和杀虫杀螨剂的吡唑类化合物，其通式为：



(I)

式中：R₁、R₂为甲基，位于吡唑环的1位和3位；

X为键或O；

R₃为氯或苯基；

R₄为OH、NH₂或三唑基；

Y为键、O或NH；

Z为键、亚甲基、CO以及与R₄及Y、N以及与N相连的碳原子一同组成不饱和的五元环；

Q为取代苯基，其取代基选自 -C₄H₉(t)、-CO₂C₄H₉(t)、-CF₃、-OCH(CH₃)₂、-NO₂；
m = 1。

2、按照权利要求1所述的化合物，其特征在于：Z与R₄及Y、N以及与N相连的碳原子一同组成噁二唑环。

3、含有通式(I)化合物的混合制剂，其特征在于：通式(I)化合物在制剂中的重量百分含量为0.5-95%。

4、按照权利要求3所述的制剂，其特征在于：该制剂可以为溶液、乳液、可湿性粉剂、悬浮剂、粉剂、膏剂、可溶性粉剂、颗粒剂、浸渍了活性化合物的天然材料及包入聚合物材料中的微细胶囊。

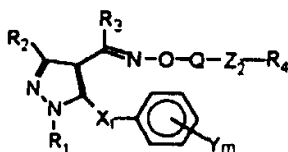
5、通式(I)化合物在杀菌和杀虫杀螨方面的应用，所述化合物用于防治霜霉病、灰霉病、白粉病、纹枯病、稻瘟病、锈病；或者还用于防治粘虫、小菜蛾、飞虱、蚜虫、棉红蜘蛛和朱砂叶螨及卵。

说明书

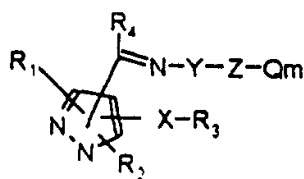
作为农用杀菌剂和杀虫杀螨剂的吡唑类化合物及其制剂

本发明涉及新的吡唑类化合物、它们的制备方法以及它们作为农药的应用。

众所周知，许多含吡唑的化合物具有良好的杀虫杀螨活性。如 CN86 - 108691A 报道的如下通式的化合物，在此通式中，R₃ 为 H，C₁ ~ C₄ 烷基或苯基。此类化合物并不是十全十美，仍需研制新的更好的化合物。



本发明涉及如下通式的新的吡唑类化合物作为农用杀菌剂及杀虫杀螨剂



通式 I

通式 (I) 中:

R₁, R₂ 为 H、卤素、C₁-C₆ 烷基、C₂-C₁₆ 烯基、炔基、C₃-C₆ 环烷基、C₁ ~ C₆ 卤代烷基 (C₂-C₆ 烯基、C₂-C₆ 炔基、C₃-C₆ 环烷基), R₁, R₂ 可相同或不同。

R₃ 为氢、卤素、(卤代) C₁-C₆ 烷基、(卤代) C₂-C₆ 烯基、(卤代) C₂-C₆ 炔基、(卤代) C₃-C₆ 环烷基、(卤代) C₃-C₆ 环烯基、NR₅R₆ [R₅ 为 H、卤代) C₁-C₆ 烷基、(卤代) C₂-C₆ 烯基、(卤代) C₂-C₆ 炔基、(卤代) C₃-C₆ 环烷基、(卤代) C₃-C₆ 环烯基、R₆ 为 R₅、(取代) 芳基、(取代) 杂芳基]、(取代) 芳基、(取代) 杂芳基。

R₄ 为 H、C₁ ~ C₆ 烷基、卤素、NR₅R₇ [R₇ 为 R₅、(取代) 芳基、(取代) 杂芳基]、CN、(取代) 苄基、(取代) 芳基、(取代) 杂芳基、CO - Z₁ - R₈ (Z₁ 为键、O、S、NR₅R₇; R₈ 为 H、(卤代) C₁-C₆ 烷基、(卤代) C₂-C₆ 烯基、(卤代) C₂-C₆ 炔基、(卤代) C₃-C₆ 环烷基、(卤代) C₃-C₆ 环烯基、(取代) 芳基、CH₂CO-Z₁-R₇、CH₂CN)、PX₁(X₂R₉)X₃R₁₀ (X₁ 为 O、S; X₂, X₃ 为 O、S、NH; X₁, X₂, X₃ 可相同或不同; R₉, R₁₀ 为 R₈, 可相同或不同。

X 为键、O、S、NR₁₁ (R₁₁ 为 H、R₈)。

Y 为键、O、NR₁₁、CH₂。

Z 为键、H、CO、S(O)_n、CHR₁₂ [R₁₂ 为 H、(卤代) C₁-C₆ 烷基]。

R₄ 和 Z 还可组成环[饱和的或不饱和的任意取代的五圆或六圆环: 咪唑、二氢咪唑、三唑、恶(二)唑、恶唑啉(酮)、噁(二)唑、噁唑啉(酮)、噁啉、二(四)氢噁啉(啉酮)、(三氢)恶

噻]。

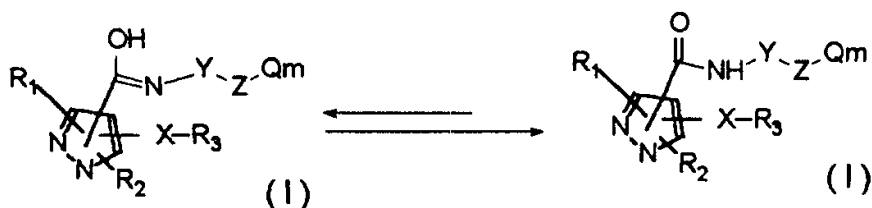
Q 为 H、R₃、CH₂R₃；OR₃、CO-Z₁-R₈、OR₇、S(O)_nR₈、CN、PX₁(X₂R₉)X₃R₁₀。

当 Q 为 (取代) 芳基时, 可为 (取代) 苯基, 取代基可为 H, C₁ ~ C₆ 烷基, C₂~C₆ 烯基, C₂~C₆ 炔基, C₃~C₆ 环烷基, C₃~C₆ 环烯基, C₁ ~ C₆ 卤代烷基(C₂~C₆ 烯基, C₂~C₆ 炔基, C₃~C₆ 环烷基, C₃~C₆ 环烯基), OR₈, CO - Z₁ - R₈, CH₂CO - Z₁ - R₈, CH₂CN, NR₅R₈, S(O)_nR₈, SiR₁₂R₁₃R₁₄[R₁₂ ~ R₁₄ 为 (卤代) C₁~C₆ 烷基, 可相同或不同], COSiR₁₂R₁₃R₁₄, OSiR₁₂R₁₃R₁₄, CR₁₂R₁₃CN, CR₁₂R₁₃CCl₃, SF₅,
m=0~1; n=0~2。

在本申请中所用的名词“烷基, 烯基, 炔基”分别是指支链或直链的烷基, 烯基, 炔基。“卤素”指氟, 氯, 溴, 碘。“卤代烷基(烯基, 炔基, 环烷基, 环烯基)”指被 1 个或多个相同或不同的卤原子取代了的烷基(烯基, 炔基, 环烷基, 环烯基)。(取代)芳基, (取代)杂芳基, 取代基可为 H, C₁ ~ C₆ 烷基, 烯基, 炔基, 环烷基, 环烯基, C₁ ~ C₆ 卤代(烷基, 烯基, 炔基, 环烷基)环烯基, OR₇, CO - Z₁ - R₇, NR₅R₆, S(O)_nR₇, SiR₁₂R₁₃R₁₄, COSiR₁₂R₁₃R₁₄, OSiR₁₂R₁₃R₁₄, CR₁₅R₁₆CN, CR₁₅R₁₆CCl₃, SF₅、取代基可在芳基和杂芳基的任意位置; 芳基, 杂芳基指苯基, 萘基, 咪唑基, 噻吩基, 吡啶基, 吡唑基, 咪唑基, 咪唑并吡啶, 三唑基, 三唑并咪唑, 噻(二)唑基, 恶(二)唑基, 噻唑基。

在通式(I)中, R₁ 通常在吡唑的 1 位, 其他基团可分别在吡唑的 3, 4, 5 任意位置。

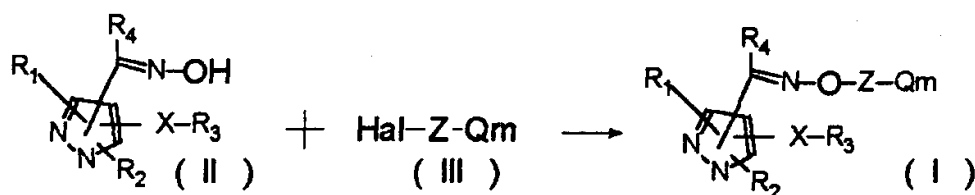
当 R₄ = OH 时, 通式 (I) 可为其互变异构体:



通式 (I) 所表示的化合物 对于属于同翅目的昆虫如飞虱、粉虱、叶蝉 和 蚜虫等以及螨类有特效。此外, 对于蔬菜、果树和观赏植物等的病害如霜霉病, 白粉病, 锈病等具有优良的杀菌作用。

通式 (I) 所示的化合物的合成方法如下。

方法 A (当 Y = O 时) :



其中 R₁, R₂, R₃, R₄, Z 和 Q_m 与前面定义相同。Hal 表示卤原子如 Cl 或 Br。

在上述反应中所用的溶剂可以是任何不妨碍该反应的溶剂, 它们包括卤代烃类 (如二氯甲烷、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳、四氯乙烷), 醇类 (如丁醇、异丙醇、乙醇、乙二醇),

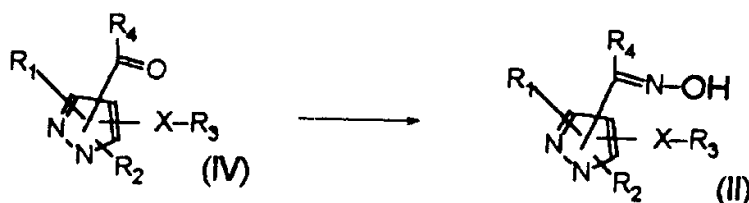
醚类（如四氢呋喃、二氧六环、乙二醇双（甲）醚、乙醚、异丙醚），酮类（如丙酮、丁酮、环己酮），芳香烃类（如苯、甲苯、氯苯、硝基苯），酯类（如乙酸乙酯、乙酸甲酯），腈类（如乙腈），二甲亚砜、二甲基甲酰胺和水。这些溶剂可单独使用也可混合使用。当混合使用这些溶剂进行量相反应时，可使用相转移催化剂，例如四丁基溴化铵、氯化三乙基苯甲基铵等。

在上述反应中所用的碱为无机碱或有机碱。无机碱包括如碱或碱土金属的碳酸盐如碳酸钠、碳酸钾、碳酸钙、碳酸氢钠等，碱或碱土金属的氢氧化物如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和碱金属的氢化物如氢化锂、氢化钠等。

有机碱类包括三乙胺、吡啶、4-二甲氨基吡啶等。碱的用量，使用与通式（II）表示的化合物等摩尔或过量。

在反应中，如使用固碱，出现固液两相时，可使用例如聚乙二醇 400、600、900 等相转移催化剂。

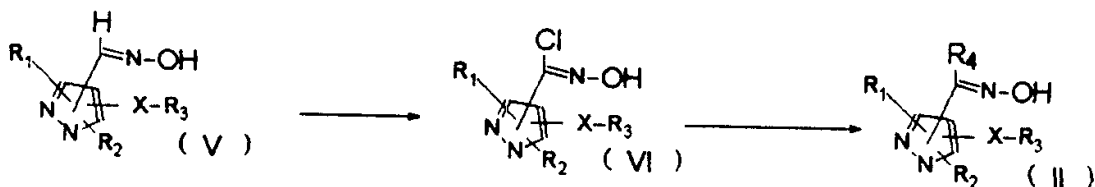
化合物（II）可用下列方法制得：



在上述反应中，所用的溶剂通常是醇类（如甲醇、乙醇、异丙醇等）和水，温度通常是室温至回流，时间是 30 分钟至 6 小时。

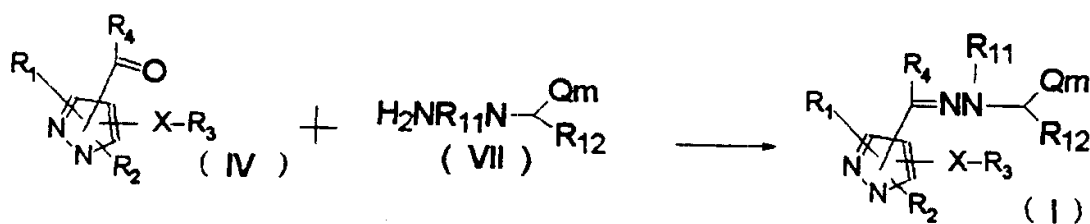
化合物（IV）可由已知方法合成。

化合物（II）也可用下列方法制得：



在上述反应中，（V）与氯化剂如氯气，氯化砷，NCS 等于惰性溶剂如乙酸乙酯，二氯甲烷、二氯乙烷、二氧六环中在 $-15 \sim 70^\circ\text{C}$ 下反应 30 分钟至 6 小时得到（VI）；（VI）与 HR_4 在碱（如无机碱包括碱或碱土金属的碳酸盐如碳酸钠、碳酸钾、碳酸钙、碳酸氢钠等，碱或碱土金属的氢氧化物如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和碱金属的氢化物如氢化锂、氢化钠等；有机碱类包括三乙胺，吡啶，4-二甲氨基吡啶等）和惰性溶剂存在下反应制得（II）。

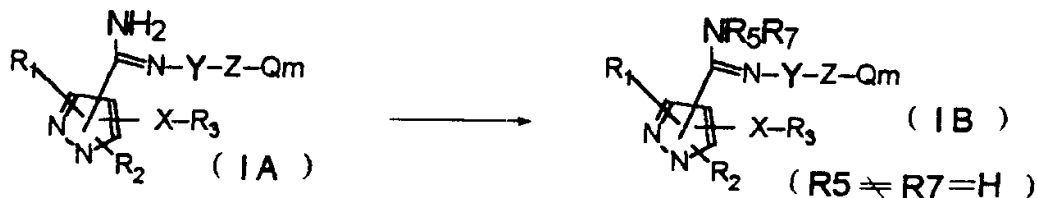
方法 B（ $Y = \text{NR}_{11}$ ， $Z = \text{CR}_{12}$ 时）：



在上述反应中，所用的溶剂通常是醇类（如甲醇、乙醇、异丙醇等）和水，温度通常是室温至

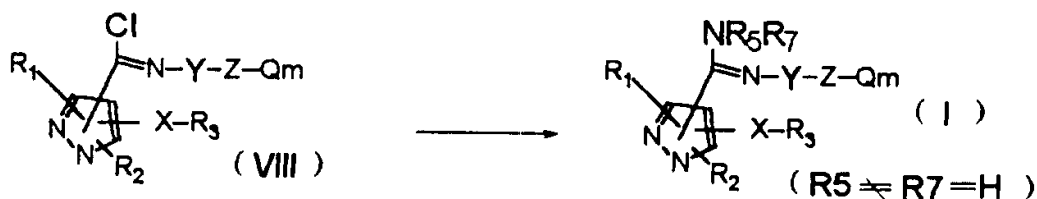
回流，时间是30分钟至10小时。

方法C (当 $R_4 = NR_5R_7$ 时) :



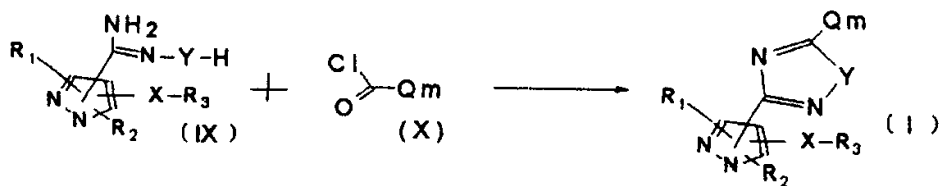
在上述反应中，(IA)同烷基化试剂、酰化试剂等在碱（如无机碱包括碱或碱土金属的碳酸盐如碳酸钠、碳酸钾、碳酸钙、碳酸氢钠等，碱或碱土金属的氢氧化物如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和碱金属的氢化物如氢化锂、氢化钠等；有机碱类包括三乙胺，吡啶，4-二甲氨基吡啶等）和惰性溶剂存在下，于 $-15\text{ }^\circ\text{C} \sim 150\text{ }^\circ\text{C}$ 反应30分钟至24小时制得 (IB)。

方法D (当 $R_4 = NR_5R_7$ 时) :



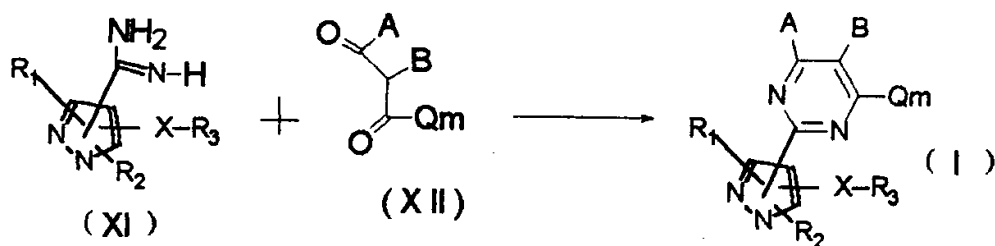
中间体 (VIII) 与 NR_5R_6 在碱（如无机碱包括碱或碱土金属的碳酸盐如碳酸钠、碳酸钾、碳酸钙、碳酸氢钠等，碱或碱土金属的氢氧化物如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和碱金属的氢化物如氢化锂、氢化钠等；有机碱类包括三乙胺，吡啶，4-二甲氨基吡啶等）和惰性溶剂存在下反应制得 (I)，温度是 $-20 \sim 150\text{ }^\circ\text{C}$ ，时间是30分钟至24小时。

方法E (当 $Y = O$ 或 NR_{10} ， $R_4 = NH$ ， $Z = CO$ ， R_4 和 Z 组成环时) :



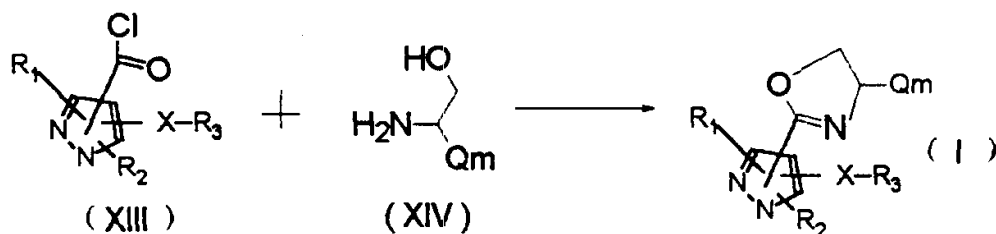
在上述反应中，溶剂通常为甲苯、苯、二氧六环，反应温度为室温至回流，反应时间通常为30分钟至48小时，在有或无碱存在下进行。

方法F (当 $Y = NH$ ， $R_4 = NH_2$ ， $Z = CO$ ， R_4 和 Z 组成环时) :

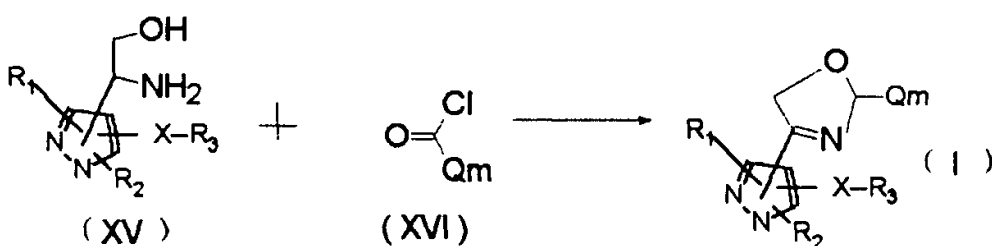


在上述反应中，中间体 (XI) 和 (XII) 在溶剂如苯类、醇类 (甲醇、乙醇、异丙醇) 或其对应的醇钠存在下，于室温至回流温度反应 30 分钟 ~ 24 小时制得 (I) 。

方法 G

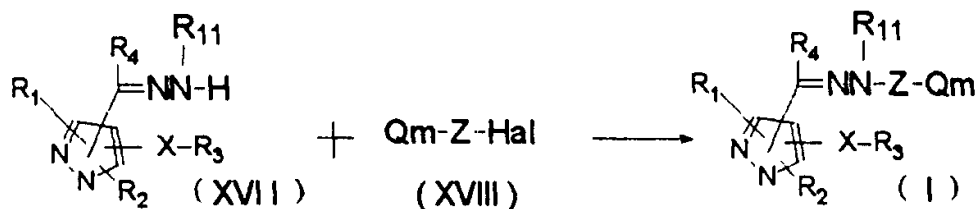


方法 H



方法 G 和 H 的操作同方法 E。

方法 I



在上述反应中所用的溶剂可以是任何不妨碍该反应的溶剂，它们包括卤代烃类 (如二氯甲烷，二氯乙烷，氯仿，四氯化碳，四氯乙烷)、醇类 (如丁醇，异丙醇，乙醇，乙二醇)、醚类 (如四氢呋喃，二氧六环，乙二醇双 (甲) 乙醚，乙醚，异丙醚)、芳香烃类 (如苯，甲苯，氯苯，硝基苯)、酯类 (如乙酸乙酯，乙酸甲酯)、腈类 (如乙腈)、二甲亚砜、二甲基甲酰胺和水。这些溶剂可单独使用也可混合使用。当混合使用这些溶剂进行量相反应时，可使用相转移催化剂，例如四丁基溴化铵、氯化三乙基苯甲基铵等。

在上述反应中所用的碱为无机碱或有机碱。无机碱包括如碱或碱土金属的碳酸盐如碳酸钠、碳酸钾、碳酸钙、碳酸氢钠等，碱或碱土金属的氢氧化物如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和碱金属的氢化物如氢化锂、氢化钠等。

有机碱类包括三乙胺，吡啶，4 - 二甲氨基吡啶等。

通式 (I) 所示的化合物可以制成如溶液、乳剂、可湿性粉剂、悬浮剂、粉剂、膏剂、可溶性粉剂、颗粒剂、浸渍了活性化合物的天然材料及包入聚合物材料中的微细胶囊。

这些配方是用已知方法生产的，例如将活性化合物与填充剂即液体溶剂和 / 或固体载体混合，任选的使用表面活性剂即乳化剂和 / 或分散剂。

在使用水作为填充剂的情况下，有机溶剂等也可以用作助溶剂。作为液体溶剂，适用的主要有：芳烃如二甲苯、甲苯、或烷基萘，氯代芳烃或氯代脂肪烃如氯苯、氯乙烯或二氯甲烷，脂肪烃如环己烷或链烷烃如石油馏分、矿物油和植物油，醇类如丁醇或二醇，及其醚类和酯类，酮类如丙酮、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，以及水等。

作为固体载体，适用的有：铵盐和研磨的天然无机物如高岭土、粘土、滑石、白垩、石英、美国活性白土、蒙脱土，及研磨的合成无机物如高分散的二氧化硅、氧化铝和硅酸盐；作为颗粒剂的固体载体，适用的有：粉碎的天然岩石如方解石、大理石、浮石、海泡石和白云石，以及无机和有机粉末的合成颗粒，和有机材料如锯末、椰子壳、玉米芯和烟草杆的颗粒。

作为乳化剂，适用的有：非离子型和阴离子型乳化剂如聚氧乙烯脂肪酸酯、聚氧化乙烯脂肪醇醚，烧芳基聚二醇醚，烷基磺酸盐，烷基硫酸盐，芳基磺酸盐以及白蛋白水解产物；作为分散剂，适用的有：木质素亚硫酸盐和甲基纤维素。

在这些配方中可以使用粘合剂如羧甲基纤维素及粉末、颗粒或乳胶等形成的天然与合成聚合物如阿拉伯树胶、聚乙烯醇和聚乙酸乙烯酯，以及天然磷脂如脑磷脂、卵磷脂和合成磷脂。进一步可能的添加剂是矿物油和植物油。

这些配方一般含有 0.1% ~ 95% (重量) 活性化合物即通式 (I) 所示的化合物，较好的为 0.5% ~ 95%。

本发明的活性化合物可单独配成制剂使用，也可与已知的杀菌剂和杀虫杀螨剂混合使用。

可以同本发明的化合物混用的杀菌剂如下：

福美铁、福美双、福美锌、代森锰、代森锌、代森锰锌、多菌灵、苯菌灵、异菌脲、三唑酮、环唑醇 (cyproconazole)、己唑醇 (hexaconazole)、烯唑醇 (diniconazole)、粉唑醇 (flutriafol)、苄氧三唑醇 (diclobutrazol)、双苯三唑醇 (bitertanol)、戊唑醇 (tebuconazole)、氟菌唑 (triflumizole)、呋菌唑 (furconazole)、腈菌唑 (myclobutanil)、唑菌腈 (propanenitrile)、糠菌唑 (bromuconazole)、丙环唑 (propiconazole)、呋醚唑 (furconazole-cis)、氟硅唑 (flusilazole)、酰胺唑 (imibenconazole)、 α 恶醚唑 (difenconazole)、氟醚唑 (tetraconazole)、氟苯嘧啶醇 (nuarimol)、烯酰吗啉 (dimethomorph)、甲霜灵、咪霜灵、苯霜灵、 α 恶酰胺 (oxadixyl)、咪鲜胺 (prochloraz)、霜脲氰 (DPX-3217)、霜霉威 (propamocarb)、乙磷铝、乙霉威 (diethofencarb)、吡咯类化合物 拌种咯 (fenpiclonil)、拌种强 (CGA173506)、丁苯吗啉 (fenpropimorph)、苯锈啉 (fenpropidin)、啉斑肟 (pyrifenoxy)、戊菌隆 (pencycuron)、噁菌腈 (ferimzone)、唑菌噁 (triazoxide)、噁菌腈 (thicyofen)、氟啶胺 (fluazinam)、噁菌胺、pyrimethanil、cyprodinil、fluquinconazole、BAS 480F、BAS490F、CGA245704、CGA 329531、DE-795、DPX-JE874、ICLA0858、ICLA0054、KNF-S474、KTU 3616、KWG4168、LY214352、Mon 24000、XRD563、SSF126、SSF129 (以上试验代号的化合物可以从英国植物保护会议论文集等中查到)。

可以同本发明的化合物混用的杀虫杀螨剂如下：

拟除虫菊酯类化合物：如氟酯菊酯 (acrinathrin)、甲氰菊酯 (fenpropathrin)、顺式氯氰菊酯 (alphamethrin)、氟氯菊酯 (bifenthrin)、乙氰菊酯 (cycloprothrin)、氟氯氰菊酯 (beta-cyfluthrin)、氯氟氰菊酯 (cyhalothrin, PP563)、氯氰菊酯 (cypermethrin)、甲体氯氰菊酯 (alpha-cypermethrin)、乙体氯氰菊酯 (beta-cypermethrin)、高氰戊菊酯 (esfenvalerate)、醚

菊酯 (etofenprox), 吡氯氰菊酯 (fenpirithrin), 氟氰戊菊酯 (flucythrinate), 氟胺氰菊酯 (fluvalinate), 氯氟氰菊酯 (lambda-cyhalothrin , PP 321), 七氟菊酯 (tefluthrin), 四溴菊酯 (tralomethrin), 溴氟菊酯, brofenprox, Cis-resmethrin, clocythrin, deltamethrin, ICIA5682, MTI-732, pyresmethrin, Silafluofen, silafluofen (Hoe498), SSI-126, zetamethrin.

氨基甲酸酯类化合物: 如克百威、丁硫克百威、丙硫克百威、灭多威、硫双灭多威、棉铃威、苯硫威。

有机磷类化合物: 如丙虫磷、丙硫磷、甲丙硫磷、丙溴磷、氯唑磷、特丁磷、甲基吡恶磷、丁苯硫磷、噻唑硫磷、吡唑硫磷、毒死蜱、甲基毒死蜱、辛硫磷、地亚农、Dowco 429, MAT-7484.

苯甲酰胺类化合物: 如氟铃脲、伏虫隆、定虫隆、氟虫脲、PH-7023、GR-572、CGA157419、CGA184699.

吡啶甲胺类化合物: 如吡虫啉、NI-25、TLA-304.

吡唑类化合物: 如NNI850、MK-239、Fipronil.

哒嗪酮类化合物: 如NC-129、NC-170、NC-184、NC-194、NC-196.

天然产物: 如 abamectin、amitrazin、avermectin、azadirachtin.

其他杂环化合物: 如杀螨隆、啞螨醚、四螨嗪、AC303630、SU8801、YI-5301、SZI 121、CGA 59205、D2341、DPX-MP062、MP-599、PFR-97、RH-5992、RH-2485、RH-0345 (以上试验代号的化合物可以从英国植物保护会议论文集等中查到)。

实例 1: 可湿性粉剂

本发明化合物 50 份, 分别与 3 份木质素磺酸钙, 2 份十二烷基硫酸钠和 45 份合成水合氧化硅混合, 混合物均匀地磨碎和混合, 得到 50 % 的可湿性粉剂。

实例 2: 悬浮剂

化合物 25 份, 分别与 3 份聚氧亚乙基脱水山梨醇单油酸酯和 72 份水混合, 混合物被湿磨至需要的 25 % 的悬浮剂。

实例 3: 粉剂

本发明化合物 2 份, 分别与 88 份高岭土和 10 份滑石混合, 混合物被充分地磨碎, 得到 2 % 的粉剂。

实例 4: 乳油

本发明化合物 20 份, 分别与 14 份聚氧亚乙基苯乙基苯基醚, 6 份十二烷基苯磺酸钙和 60 份二甲苯混合, 混合物被充分地混合, 得到 20 % 的乳油。

实例 5: 颗粒剂

本发明化合物 2 份, 分别与 1 份合成水合氧化硅, 2 份木质素磺酸钙, 30 份膨润土和 65 份高岭土混合, 混合物充分磨碎和混合后, 加水, 均匀捏合、成粒、干燥; 得到 2 % 的颗粒剂。

实例 6: 水基悬浮液

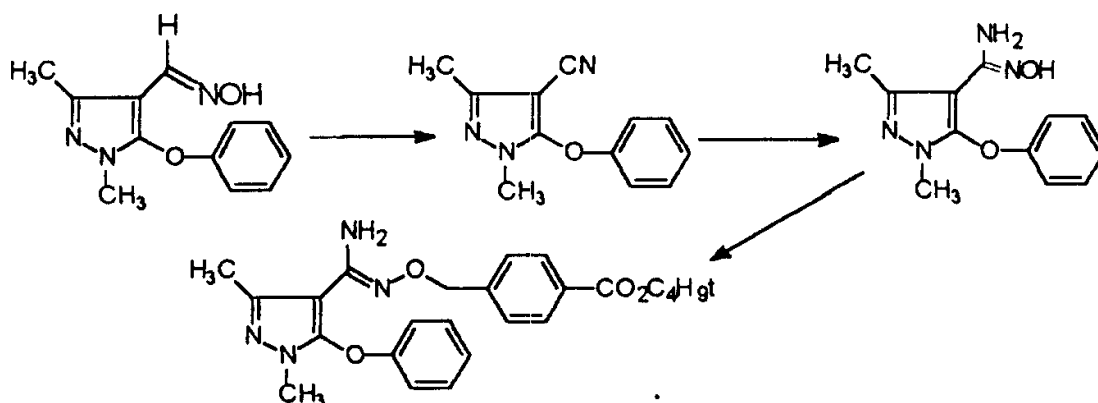
本发明化合物 20 份, 分别与 1.5 份脱水山梨醇三油酸酯和 28.5 份含 2 份聚乙烯醇的水

溶液混合,用砂磨机将混合物磨成粒径不大于 3 的细粉。每种混合物再与含 0.05 份黄原胶和 0.1 份硅酸铝镁的 40 份水溶液混合;然后,再与 10 份丙二醇混合,得到 20 % 的水基悬浮液。

实例 7 : 油溶液

本发明化合物 0.1 份,分别溶解于 5 份二甲苯和 5 份三氯乙烷中,所得溶液与 89.9 份脱臭煤油混合,得到 0.1 % 的油溶液。

实例 8 (化合物 79) 反应式:



(1) 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲腈的合成

1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲腈 21.3 克与 100 毫升乙酸酐回流反应 2 小时,回收部分乙酸酐及乙酸后,冷却并加水 100 毫升搅拌,即得固体,过滤、水洗、干燥得 20.5 克无色结晶体。熔点 73 ~ 75 °C。

(2) 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶酰胺肼的合成

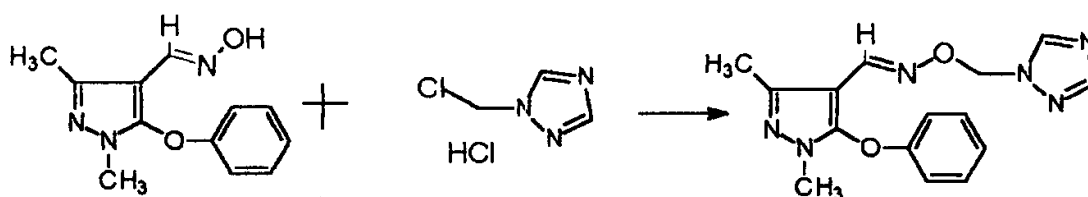
1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲腈(8.5 克), 碳酸钾(8.0 克), 盐酸羟胺(4.0 克)于 50 毫升甲醇中,回流过夜,回收大部分甲醇后,加水搅拌,过滤,干燥即得所需物 9.8 克。熔点: 157 ~ 160 °C。

(3) 目的物的合成

上步中间体(1.5 克),对溴甲基苯甲酸叔丁酯(1.8 克),氢氧化钠(0.3 克)于 30 毫升丁酮中,回流反应 8 小时,脱溶后冷却,加水,乙酸乙酯萃取,干燥,脱溶。柱层析得目的物 2.0 克。熔点:84~86 °C。

¹HNMR(CDCl₃,TMS) ppm : 7.84~7.98(d,2H), 7.11~7.49(m,5H), 6.82~7.00(d,2H), 5.06(s,2H), 4.77(bs,2H), 3.58(s,3H), 2.37(s,3H), 1.62(s,9H)。

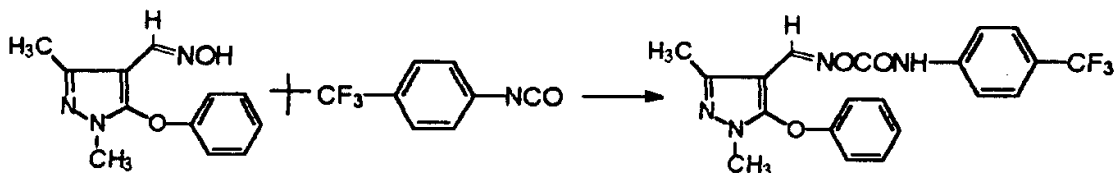
实例 9 (化合物 306) 反应式:



将 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲腈 2.3 克、氯甲基三唑盐酸盐(1.5 克)、碳酸钾(3.0 克)于 30 毫升丙酮中的混合液加热回流反应 8 小时,回收大部分溶剂后,加水 20 毫升,乙酸乙酯

萃取、干燥、脱溶得油状物（2.8克）即目的物。

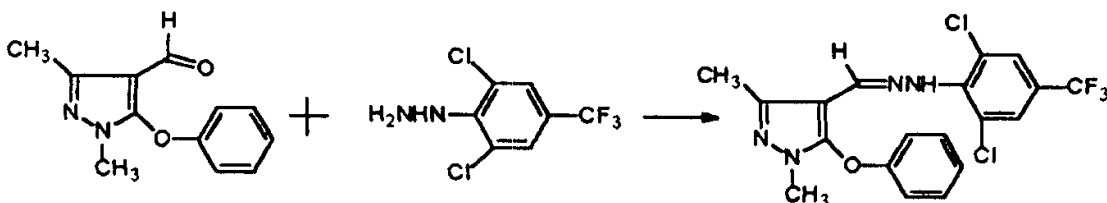
实例 10 (化合物 309) 反应式:



将 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲醛肟(1.0克)溶于 10 毫升四氢呋喃中,加入对三氟甲基苯基异氰酸酯(1.0克)及 1 滴三乙胺,搅拌反应 2 小时后,过滤即得目的物(1.8克),熔点 110~112 °C。

HNMR (DMCO, TMS) ppm: 8.71(bs,1H), 8.09(s,1H), 7.64(s,4H), 7.45(m,2H), 7.27(m,1H), 3.64(s,3H), 2.41(s,3H)。

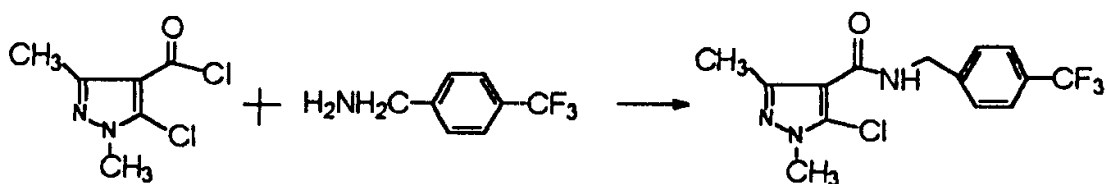
实例 11 (化合物 231) 反应式:



将 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲醛 (0.5克)与 2,6-二氯-4-三氟甲基苯肼(0.53克)及 1 滴冰醋酸溶于 20 毫升甲醇中,加热回流反应 5 小时,冷却,乙酸乙酯萃取,水洗,脱溶得油状物。放置得固体 (0.95克)。熔点:70~74 °C。

HNMR (CDCl₃, TMS) ppm: 6.84~7.67(7H), 3.62(s,3H), 2.49(s,3H)。

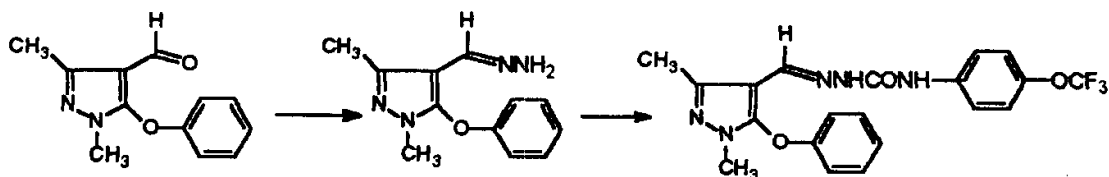
实例 12 (化合物 145) 反应式:



将 1,3-二甲基-5-氯-4-吡啶甲酰氯(3.0克)溶于 20 毫升乙醚中,滴加 4-三氟甲基苯胺(2.8克),室温搅拌 1 小时,过滤并用乙醚洗即得目的物 4.8克。熔点:201~203 °C。

HNMR(CDCl₃, TMS)PPM : 7.87(bs,1H), 7.42~7.55(d,2H), 6.84~7.06(d,2H), 6.49(bs,1H), 3.86(s,3H), 2.46(s,3H)。

实例 13 (化合物 315) 反应式:

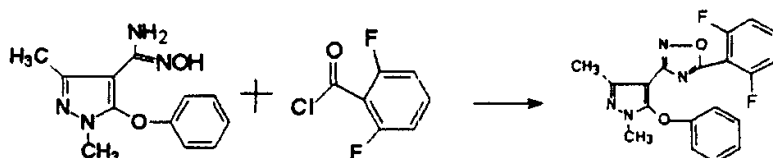


将 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡啶甲醛 4.0克与水合肼(10 毫升)于 10 毫升甲醇中反应过夜,

加水 50 毫升, 搅拌即析出固体 3.0 克。取此 0.5 克溶于 10 毫升乙醚中同 0.45 克的对三氟甲氧基苯基异氰酸酯反应, 立即析出沉淀, 过滤, 乙醚洗得产品 0.85 克。熔点: 119~120 °C。

¹H NMR (DMSO, TMS) ppm: 10.51(s, 1H), 8.11(1H), 7.72(1H), 6.94~7.60(m, 9H), 3.57(s, 3H), 2.39(s, 3H)。

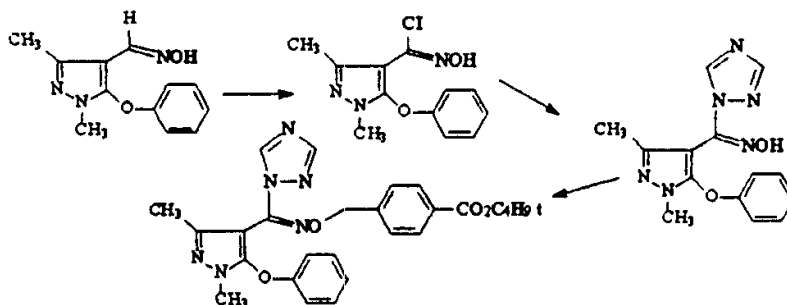
实例 14 (化合物 389) 反应式:



将 0.8 克 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡唑酰胺肟和 0.7 克 2,6-二氟苯甲酰氯溶于 20 毫升的甲苯中, 回流反应 8 小时, 脱溶。柱层析提纯得产品 0.9 克。熔点: 106~108 °C。

¹H NMR (CDCl₃, TMS) ppm: 6.82~7.45 (m, 8H), 3.68(s, 3H), 2.58(s, 3H)。

实例 15 (化合物 87) 反应式:



(1) 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-α-氯吡唑甲酰胺的制备

将 15 克 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-吡唑甲酰胺溶于 100 毫升氯仿中, 10 °C 以下通入稍过量的氯气, 过滤, 氯仿洗, 得产品 8.8g。熔点: 138~152 °C。

¹H NMR (DMCO, TMS) ppm: 6.82~7.14 (m, 5H), 3.58 (s, 3H), 2.27 (s, 3H)。

(2) 1,3-二甲基-5-苯氧基-4-α-(1,2,4-三唑)吡唑甲酰胺的制备

1,3-二甲基-5-苯氧基-4-α-氯吡唑甲酰胺 (6 克), 1,2,4-三唑 (3.2 克), 碳酸钾 (4.7 克) 与 60 毫升 DMF 混合加热至回流, 反应 8 小时。冷却, 乙酸乙酯萃取, 有机层酸洗, 水洗, 饱和食盐水洗, 无水硫酸镁干燥, 脱溶, 即得产品 3 克, 熔点: 150~153 °C。

¹H NMR (DMSO, TMS) ppm: 8.64 (s, 1H), 8.00 (s, 1H), 7.00~7.40 (m, 3H), 6.67~6.89 (m, 2H), 3.53 (s, 3H), 1.96 (s, 3H)。

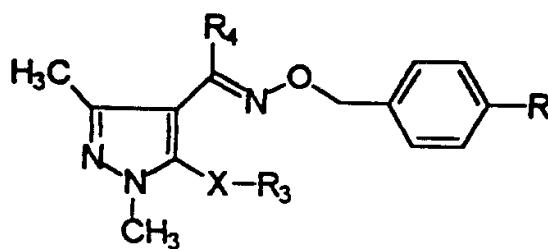
(3) 目的物的制备

1,3-二甲基-5-苯氧基-4-α-1,2,4-三唑吡唑甲酰胺 1 克, 氢氧化钠 1 克与 20 毫升丁酮混合, 室温搅拌 0.5 小时后, 加入对苯甲酸叔丁基酯苄溴 1 克, 回流 4 小时。加水, 乙酸乙酯萃取, 有机层酸洗, 水洗, 无水硫酸镁干燥, 脱溶, 柱层析提纯得产品, 为油状物 1.2 克。

¹H NMR (CDCl₃, TMS) ppm: 8.42 (s, 1H), 7.99 (s, 1H), 7.84~7.99 (m, 2H), 7.00~7.38 (m, 3H), 6.67~6.84 (m, 2H), 5.11 (s, 2H), 3.67 (s, 3H), 2.09 (s, 3H), 1.65 (s, 9H)。

用类似的方法可制备表 1~7 所示的其它化合物:

表1



化合物编号	X	R3	R4	R
1	O	C6H5	Cl	C4H9 t
2	O	C6H5	NH2	C4H9 t
3	O	C6H5	NHCH3	C4H9 t
4	O	C6H5	NHCO2CH3	C4H9 t
5	O	C6H5	NHCOCH3	C4H9 t
6	O	C6H5	N(Me)2	C4H9 t
7	O	C6H5	NHSO2CH3	C4H9 t
8	O	C6H6	OCH3	C4H9 t
9	O	C6H5	SCH3	C4H9 t
10	O	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
11	O	C6H5	咪唑-1-基	C4H9 t
12	S	C6H5	Cl	C4H9 t
13	S	C6H5	NH2	C4H9 t
14	S	C6H5	NHCH3	C4H9 t
15	S	C6H5	NHCO2CH3	C4H9 t
16	S	C6H6	NHCOCH3	C4H9 t
17	S	C6H5	N(Me)2	C4H9 t
18	S	C6H5	NHSO2CH3	C4H9 t
19	S	C6H5	OCH3	C4H9 t
20	S	C6H5	SCH3	C4H9 t
21	S	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
22	S	C6H5	咪唑-1-基	C4H9 t
23	S	C10H7	Cl	C4H9 t
24	S	C10H7	NH2	C4H9 t
25	S	C10H7	NHCH3	C4H9 t
26	S	C10H7	NHCO2CH3	C4H9 t
27	S	C10H7	NHCOCH3	C4H9 t
28	S	C10H7	N(Me)2	C4H9 t
29	S	C10H7	NHSO2CH3	C4H9 t
30	S	C10H7	OCH3	C4H9 t
31	S	C10H7	SCH3	C4H9 t
32	S	C10H7	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
33	S	C10H7	咪唑-1-基	C4H9 t
34	O	C10H7	Cl	C4H9 t
35	O	C10H7	NH2	C4H9 t

36	O	C10H7	NHCH3	C4H9 t
37	O	C10H7	NHCO2CH3	C4H9 t
38	O	C10H7	NHCOCH3	C4H9 t
39	O	C10H7	N(Me)2	C4H9 t
40	O	C10H7	NHSO2CH3	C4H9 t
41	O	C10H7	OCH3	C4H9 t
42	O	C10H7	SCH3	C4H9 t
43	O	C10H7	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
44	O	C10H7	咪唑-1-基	C4H9 t
45	O	C10H7	Cl	CO2C4H9 t
46	O	C10H7	NH2	CO2C4H9 t
47	O	C10H7	NHCH3	CO2C4H9 t
48	O	C10H7	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
49	O	C10H7	NHCOCH3	CO2C4H9 t
50	O	C10H7	N(Me)2	CO2C4H9 t
51	O	C10H7	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
52	O	C10H7	OCH3	CO2C4H9 t
53	O	C10H7	SCH3	CO2C4H9 t
54	O	C10H7	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
55	O	C10H7	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
56	S	C10H7	Cl	CO2C4H9 t
57	S	C10H7	NH2	CO2C4H9 t
58	S	C10H7	NHCH3	CO2C4H9 t
59	S	C10H7	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
60	S	C10H7	NHCOCH3	CO2C4H9 t
61	S	C10H7	N(Me)2	CO2C4H9 t
62	S	C10H7	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
63	S	C10H7	OCH3	CO2C4H9 t
64	S	C10H7	SCH3	CO2C4H9 t
65	S	C10H7	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
66	S	C10H7	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
67	S	C6H5	Cl	CO2C4H9 t
68	S	C6H5	NH2	CO2C4H9 t
69	S	C6H5	NHCH3	CO2C4H9 t
70	S	C6H5	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
71	S	C6H5	NHCOCH3	CO2C4H9 t
72	S	C6H5	N(Me)2	CO2C4H9 t
73	S	C6H5	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
74	S	C6H6	OCH3	CO2C4H9 t
75	S	C6H5	SCH3	CO2C4H9 t
76	S	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
77	S	C6H5	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
78	O	C6H5	Cl	CO2C4H9 t

79	O	C6H5	NH2	CO2C4H9 t
80	O	C6H5	NHCH3	CO2C4H9 t
81	O	C6H5	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
82	O	C6H6	NHCOCH3	CO2C4H9 t
83	O	C6H5	N(Me)2	CO2C4H9 t
84	O	C6H5	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
85	O	C6H5	OCH3	CO2C4H9 t
86	O	C6H5	SCH3	CO2C4H9 t
87	O	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
88	O	C6H5	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
89	O	C6H6	CN	CO2C4H9 t
90	O	C6H6	CN	C4H9 t
91	O	C6H6	NHCH2CO2CH3	C4H9 t
92	O	C6H6	NHCH2CO2CH3	CO2C4H9 t
93	O	C6H5	H	CO2C(Me)2CN
94	O	C6H5	H	CO2C(Me)2CCl3
95	O	C6H5	Cl	CO2C(Me)2CN
96	O	C6H5	Cl	CO2C(Me)2CCl3

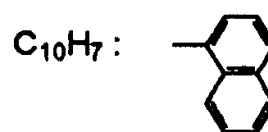
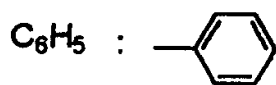
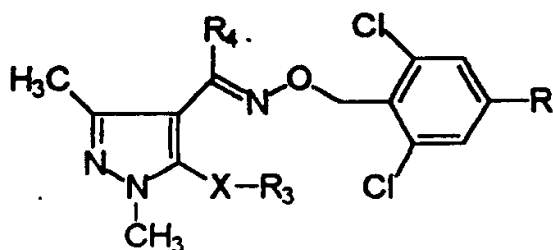


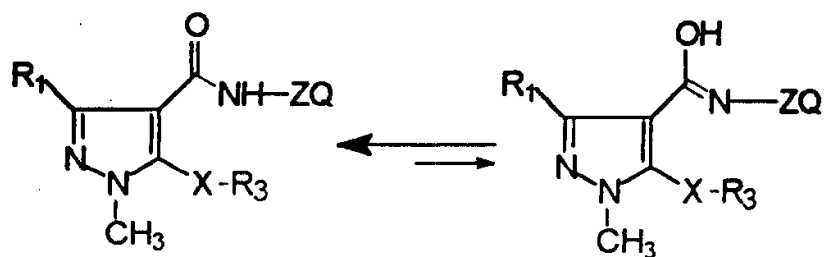
表2



化合物编号	X	R3	R4	R
97	O	C6H5	Cl	C4H9 t
98	O	C6H5	NH2	C4H9 t
99	O	C6H5	NHCH3	C4H9 t
100	O	C6H5	NHCO2CH3	C4H9 t
101	O	C6H5	NHCOCH3	C4H9 t
102	O	C6H5	N(Me)2	C4H9 t
103	O	C6H5	NHSO2CH3	C4H9 t
104	O	C6H6	OCH3	C4H9 t
105	O	C6H5	SCH3	C4H9 t
106	O	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
107	O	C6H5	咪唑-1-基	C4H9 t
108	S	C6H5	Cl	C4H9 t
109	S	C6H5	NH2	C4H9 t
110	S	C6H5	NHCH3	C4H9 t
111	S	C6H5	NHCO2CH3	C4H9 t
112	S	C6H6	NHCOCH3	C4H9 t
113	S	C6H5	N(Me)2	C4H9 t
114	S	C6H5	NHSO2CH3	C4H9 t
115	S	C6H5	OCH3	C4H9 t
116	S	C6H5	SCH3	C4H9 t
117	S	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	C4H9 t
118	S	C6H5	咪唑-1-基	C4H9 t
119	S	C6H5	Cl	CO2C4H9 t
120	S	C6H5	NH2	CO2C4H9 t
121	S	C6H5	NHCH3	CO2C4H9 t
122	S	C6H5	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
123	S	C6H5	NHCOCH3	CO2C4H9 t
124	S	C6H5	N(Me)2	CO2C4H9 t
125	S	C6H5	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
126	S	C6H6	OCH3	CO2C4H9 t
127	S	C6H5	SCH3	CO2C4H9 t
128	S	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
129	S	C6H5	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
130	O	C6H5	Cl	CO2C4H9 t
131	O	C6H5	NH2	CO2C4H9 t

132	O	C6H5	NHCH3	CO2C4H9 t
133	O	C6H5	NHCO2CH3	CO2C4H9 t
134	O	C6H6	NHCOCH3	CO2C4H9 t
135	O	C6H5	N(Me)2	CO2C4H9 t
136	O	C6H5	NHSO2CH3	CO2C4H9 t
137	O	C6H5	OCH3	CO2C4H9 t
138	O	C6H5	SCH3	CO2C4H9 t
139	O	C6H5	1,2,4-三唑-1-基	CO2C4H9 t
140	O	C6H5	咪唑-1-基	CO2C4H9 t
141	O	C6H5	H	CO2C(Me)2CN
142	O	C6H5	H	CO2C(Me)2CCl3
143	O	C6H5	Cl	CO2C(Me)2CN
144	O	C6H5	Cl	CO2C(Me)2CCl3

表3



化合物编号	XR3	R1	Z	Q
145	Cl	CH3	-	CH2C6H4-4-CF3
146	Cl	CH3	-	CH2C6H4-4-C4H9 t
147	Cl	CH3	-	CH2C6H4-4-Cl
148	Cl	CH3	-	CH2C6H4-4-OCF3
149	OPh	CH3	-	CH2C6H4-4-OCF3
150	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-CF3
151	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-C4H9 t
152	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-Cl
153	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-OCF3
154	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-OC2HF4
155	Cl	CH3	-	C6H4-3-OCH(CH3)2
156	Cl	CH3	O	CH2C6H4-4-Bu t
157	OPh	CH3	O	CH2C6H4-4-CO2But
158	Cl	CH3	-	NH2C6H3-2,6-(Me)2
159	Cl	CH3	-	NHC6H4-4-NO2
160	Cl	CH3	-	NHC6H5
161	Cl	CH3	O	CH2C6H4-4-OCF3
162	Cl	CH3	O	CH2-1-(1,2,4-三唑)
163	Cl	CH3	-	C6H4-4-F
164	Cl	Cl	-	C6H4-4-CF3
165	Cl	Cl	-	C6H4-4-C4H9 t
166	Cl	Cl	-	C6H4-4-Cl
167	Cl	Cl	-	C6H4-4-OCF3
168	Cl	Cl	-	C6H4-3-OCH(CH3)2
169	Cl	Cl	-	C6H4-4-F
170	Cl	Cl	-	CH2C6H4-4-CF3
171	Cl	Cl	-	CH2C6H4-4-C4H9 t
172	Cl	Cl	-	CH2C6H4-4-Cl
173	Cl	Cl	-	CH2C6H4-4-OCF3
174	Cl	Cl	-	CH2C6H4-4-OC2HF4
175	Cl	Cl	-	NHC6H4-4-CF3
176	Cl	Cl	-	NHC6H4-4-C4H9 t
177	Cl	Cl	-	NHC6H4-4-Cl

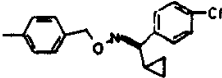
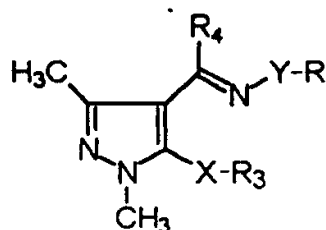
178	Cl	Cl	-	NHC6H4-4-OCF3
179	Cl	Cl	-	NHC6H4-4-OC2HF4
180	OPh	CH3	-	C6H4-3-OCH(CH3)2
181	Cl	Cl	-	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
182	Cl	CH3	-	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
183	Cl	Cl	-	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
184	Cl	CH3	-	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
185	Cl	CF3	-	CH2-2-噻吩-4-CO2CH3
186	Cl	CF3	-	CH2-3-C5H3N-6-Cl
187	Cl	CF3	-	3-C5H3N-6-Cl(吡啶)
188	Cl	CF3	-	CH2-2-C4H3O(咪唑)
189	Cl	CF3	-	NHC6H4-4-CF3
190	CF3	Cl	-	CH2-2-噻吩-4-CO2CH3
191	CF3	Cl	-	CH2-3-C5H3N-6-Cl
192	CF3	Cl	-	3-C5H3N-6-Cl
193	CF3	Cl	-	CH2C6H4-4-CF3
194	CF3	Cl	-	NHC6H4-4-CF3
195	Cl	CH3	-	
196	Cl	CF3	-	C6H2-2,6-(Br)2-4-OCF3
197	OPh	CF3	-	NHC6H4-4-CF3
198	OPh	CF3	-	NHC6H4-4-NO2
199	Cl	CF3	-	NHC6H4-4-CN
200	Cl	CF3	-	C6H2-2,6-(Br)2-4-OCF3

表4



化合物编号	XR3	R4	YR
201	Cl	NH2	CH2C6H4-4-CF3
202	Cl	NH2	CH2C6H4-4-C4H9 t
203	Cl	NH2	CH2C6H4-4-Cl
204	Cl	NH2	CH2C6H4-4-OCF3
205	Cl	NH2	CH2C6H4-4-OC2HF4
206	Cl	NH2	NHC6H4-4-CF3
207	Cl	NH2	NHC6H4-4-C4H9 t
208	Cl	NH2	NHC6H4-4-Cl
209	Cl	NH2	NHC6H4-4-OCF3
210	Cl	NH2	NHC6H4-4-OC2HF4
211	Cl	NH2	C6H4-3-OCH(CH3)2
212	Cl	NH2	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
213	Cl	NH2	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
214	Cl	NH2	C6H4-4-CF3
215	Cl	NH2	C6H4-4-C4H9 t
216	Cl	NH2	C6H4-4-Cl
217	Cl	NH2	C6H4-4-OCF3
218	Cl	NH2	C6H4-4-OC2HF4
219	Cl	NH2	C6H4-4-F
220	OPh	H	CH2C6H4-4-CF3
221	OPh	H	CH2C6H4-4-C4H9 t
222	OPh	H	CH2C6H4-4-Cl
223	OPh	H	CH2C6H4-4-OCF3
224	OPh	H	CH2C6H4-4-OC2HF4
225	OPh	H	NHC6H4-4-CF3
226	OPh	H	NHC6H4-4-C4H9 t
227	OPh	H	NHC6H4-4-Cl
228	OPh	H	NHC6H4-4-OCF3
229	OPh	H	NHC6H4-4-OC2HF4
230	OPh	H	C6H4-3-OCH(CH3)2
231	OPh	H	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
232	OPh	H	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
233	OPh	H	C6H4-4-CF3
234	OPh	H	C6H4-4-C4H9 t
235	OPh	H	C6H4-4-Cl
236	OPh	H	C6H4-4-OCF3

237	OPh	H	C6H4-4-OC2HF4
238	OPh	H	C6H4-4-F
239	OPh	Cl	CH2C6H4-4-CF3
240	OPh	Cl	CH2C6H4-4-C4H9 t
241	OPh	Cl	CH2C6H4-4-Cl
242	OPh	Cl	CH2C6H4-4-OCF3
243	OPh	Cl	CH2C6H4-4-OC2HF4
244	OPh	Cl	NHC6H4-4-CF3
245	OPh	Cl	NHC6H4-4-C4H9 t
246	OPh	Cl	NHC6H4-4-Cl
247	OPh	Cl	NHC6H4-4-OCF3
248	OPh	Cl	NHC6H4-4-OC2HF4
249	OPh	Cl	C6H4-3-OCH(CH3)2
250	OPh	Cl	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
251	OPh	Cl	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
252	OPh	Cl	C6H4-4-CF3
253	OPh	Cl	C6H4-4-C4H9 t
254	OPh	Cl	C6H4-4-Cl
255	OPh	Cl	C6H4-4-OCF3
256	OPh	Cl	C6H4-4-OC2HF4
257	OPh	Cl	C6H4-4-F
258	Cl	Cl	CH2C6H4-4-CF3
259	Cl	Cl	CH2C6H4-4-C4H9 t
260	Cl	Cl	CH2C6H4-4-Cl
261	Cl	Cl	CH2C6H4-4-OCF3
262	Cl	Cl	CH2C6H4-4-OC2HF4
263	Cl	Cl	NHC6H4-4-CF3
264	Cl	Cl	NHC6H4-4-C4H9 t
265	Cl	Cl	NHC6H4-4-Cl
266	Cl	Cl	NHC6H4-4-OCF3
267	Cl	Cl	NHC6H4-4-OC2HF4
268	Cl	Cl	C6H4-3-OCH(CH3)2
269	Cl	Cl	NHC6H2-2,6-Cl2-4-CF3
270	Cl	Cl	CH2C6H2-2,6-Cl2-4-CF3
271	Cl	Cl	C6H4-4-CF3
272	Cl	Cl	C6H4-4-C4H9 t
273	Cl	Cl	C6H4-4-Cl
274	Cl	Cl	C6H4-4-OCF3
275	Cl	Cl	C6H4-4-OC2HF4
276	Cl	Cl	C6H4-4-F
277	Cl	H	OCH2CO2C2H5
278	Cl	H	OCH(Me)CO2C2H5
279	Cl	H	OCH2-1-(1,2,4-三唑)
280	Cl	H	OCONHCH3

281	Cl	H	OCONHC6H4-4-Cl
282	Cl	H	OCONHC6H4-4-CF3
283	Cl	H	OCONHC6H4-4-OCF3
284	Cl	H	OCONHC6H3-3,4-Cl2
285	Cl	H	NHCONHC6H4-4-Cl
286	Cl	H	N(CH3)CONHC6H4-4-Cl
287	Cl	H	NHCONHC6H4-4-CF3
288	Cl	H	NHCONHC6H4-4-OCF3
289	Cl	H	NHCONHC6H3-3,4-Cl2
290	Cl	H	OCOC6H4-4-F
291	Cl	H	OCOC6H4-4-Cl
292	Cl	H	OCOC6H3-2,6-F2
293	Cl	H	NHCOC6H4-4-F
294	Cl	H	NHCOC6H4-4-Cl
295	Cl	H	NHCOC6H3-2,6-F2
296	Cl	H	OCONHCOC6H3-2,6-F2
297	Cl	H	OCONHCOC6H4-2-F
298	Cl	H	OCONHCOC6H3-2,6-Cl2
299	Cl	H	OCONHCOC6H4-2-Cl
300	Cl	H	NHCONHCOC6H3-2,6-F2
301	Cl	H	NHCONHCOC6H4-2-F
302	Cl	H	NHCONHCOC6H3-2,6-Cl2
303	Cl	H	NHCONHCOC6H4-2-Cl
304	OPh	H	OCH2CO2C2H5
305	OPh	H	OCH(Me)CO2C2H5
306	OPh	H	OCH2-1-(1,2,4-三唑)
307	OPh	H	OCONHCH3
308	OPh	H	OCONHC6H4-4-Cl
309	OPh	H	OCONHC6H4-4-CF3
310	OPh	H	OCONHC6H4-4-OCF3
311	OPh	H	OCONHC6H3-3,4-Cl2
312	OPh	H	NHCONHC6H4-4-Cl
313	OPh	H	N(CH3)CONHC6H4-4-Cl
314	OPh	H	NHCONHC6H4-4-CF3
315	OPh	H	NHCONHC6H4-4-OCF3
316	OPh	H	NHCONHC6H3-3,4-Cl2
317	OPh	H	OCOC6H4-4-F
318	OPh	H	OCOC6H4-4-Cl
319	OPh	H	OCOC6H3-2,6-F2
320	OPh	H	NHCOC6H4-4-F
321	OPh	H	NHCOC6H4-4-Cl
322	OPh	H	NHCOC6H3-2,6-F2
323	OPh	H	OCONHCOC6H3-2,6-F2
324	OPh	H	OCONHCOC6H4-2-F

325	O _{Ph}	H	OCONHCOC ₆ H ₃ -2,6-Cl ₂
326	O _{Ph}	H	OCONHCOC ₆ H ₄ -2-Cl
327	O _{Ph}	H	NHCONHCOC ₆ H ₃ -2,6-F ₂
328	O _{Ph}	H	NHCONHCOC ₆ H ₄ -2-F
329	O _{Ph}	H	NHCONHCOC ₆ H ₃ -2,6-Cl ₂
330	O _{Ph}	H	NHCONHCOC ₆ H ₄ -2-Cl
331	Cl	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
332	Cl	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
333	Cl	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
334	Cl	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
335	O _{Ph}	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
336	O _{Ph}	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
337	O _{Ph}	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
338	O _{Ph}	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
339	O _{Ph}	H	OCH ₂ P(S)(OC ₂ H ₅) ₂
340	O _{Ph}	H	OCH ₂ P(O)OC ₂ H ₅ (SC ₃ H ₇)
341	O _{Ph}	H	P(S)(OC ₂ H ₅) ₂
342	O _{Ph}	H	P(O)OC ₂ H ₅ (SC ₃ H ₇)
343	O _{Ph}	H	OCH ₂ -3-C ₆ H ₃ N-6-Cl
344	O _{Ph}	NH ₂	OCH ₂ -3-C ₆ H ₃ N-6-Cl
345	O _{Ph}	CN	OCO.NH.C ₆ H ₃
346	O _{Ph}	CO ₂ CH ₃	OCH ₃
347	O _{Ph}	H	OCOCH ₂ CH ₂ CO ₂ H
348	O _{Ph}	H	OCOCH=CHCO ₂ CH ₃
349	O _{Ph}		

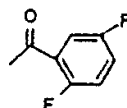
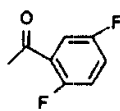
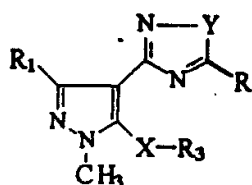


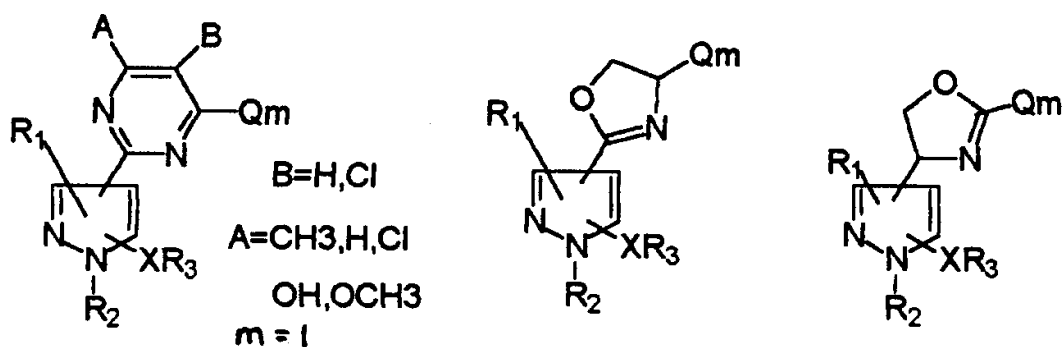
表 5



化合物编号	R1	XR3	Y	R
350	CH3	Cl	O	CH2C6H4-4-Cl
351	CH3	Cl	O	CH2C6H4-4-F
352	CH3	Cl	O	CH2C6H4-4-C4H9 t
353	CH3	Cl	O	CH2C6H4-4-CO2CH3
354	CH3	Cl	O	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
355	CH3	Cl	O	CH2-5-C5H3N-2-Cl
356	CH3	Cl	O	CH2-3-C5H3N-2-Cl
357	CH3	Cl	O	C6H3-2,6-F2
358	CH3	Cl	O	C6H4-3-Cl
359	CH3	Cl	O	C6H4-4-Cl
360	CH3	Cl	O	C6H4-4-F
361	CH3	Cl	O	C6H4-4-C4H9 t
362	CH3	Cl	O	C6H4-4-CO2CH3
363	CH3	Cl	O	C6H4-4-CO2C4H9 t
364	CH3	Cl	O	5-C5H3N-2-Cl
365	CH3	Cl	O	3-C5H3N-2-Cl
366	CH3	Cl	NCH3	CH2C6H4-4-Cl
367	CH3	Cl	NCH3	CH2C6H4-4-F
368	CH3	Cl	NCH3	CH2C6H4-4-C4H9 t
369	CH3	Cl	NCH3	CH2C6H4-4-CO2CH3
370	CH3	Cl	NCH3	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
371	CH3	Cl	NCH3	CH2-5-C5H3N-2-Cl
372	CH3	Cl	NCH3	CH2-3-C5H3N-2-Cl
373	CH3	Cl	NCH3	C6H4-4-Cl
374	CH3	Cl	NCH3	C6H4-4-F
375	CH3	Cl	NCH3	C6H4-4-C4H9 t
376	CH3	Cl	NCH3	C6H4-4-CO2CH3
377	CH3	Cl	NCH3	C6H4-4-CO2C4H9 t
378	CH3	Cl	NCH3	5-C5H3N-2-Cl
379	CH3	Cl	NCH3	3-C5H3N-2-Cl
380	CH3	Cl	NCH3	C6H3-2,6-F2
381	CH3	Cl	NCH3	C6H4-3-Cl
382	CH3	OPh	O	CH2C6H4-4-Cl
383	CH3	OPh	O	CH2C6H4-4-F
384	CH3	OPh	O	CH2C6H4-4-C4H9 t

385	CH3	OPh	O	CH2C6H4-4-CO2CH3
386	CH3	OPh	O	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
387	CH3	OPh	O	CH2-5-C5H3N-2-Cl
388	CH3	OPh	O	CH2-3-C5H3N-2-Cl
389	CH3	OPh	O	C6H3-2,6-F2
390	CH3	OPh	O	C6H4-3-Cl
391	CH3	OPh	O	C6H4-4-Cl
392	CH3	OPh	O	C6H4-4-F
393	CH3	OPh	O	C6H4-4-C4H9 t
394	CH3	OPh	O	C6H4-4-CO2CH3
395	CH3	OPh	O	C6H4-4-CO2C4H9 t
396	CH3	OPh	O	5-C5H3N-2-Cl
397	CH3	OPh	O	3-C5H3N-2-Cl
398	CH3	OPh	NCH3	CH2C6H4-4-Cl
399	CH3	OPh	NCH3	CH2C6H4-4-F
400	CH3	OPh	NCH3	CH2C6H4-4-C4H9 t
401	CH3	OPh	NCH3	CH2C6H4-4-CO2CH3
402	CH3	OPh	NCH3	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
403	CH3	OPh	NCH3	CH2-5-C5H3N-2-Cl
404	CH3	OPh	NCH3	CH2-3-C5H3N-2-Cl
405	CH3	OPh	NCH3	C6H4-4-Cl
406	CH3	OPh	NCH3	C6H4-4-F
407	CH3	OPh	NCH3	C6H4-4-C4H9 t
408	CH3	OPh	NCH3	C6H4-4-CO2CH3
409	CH3	OPh	NCH3	C6H4-4-CO2C4H9 t
410	CH3	OPh	NCH3	5-C5H3N-2-Cl
411	CH3	OPh	NCH3	3-C5H3N-2-Cl
412	CH3	OPh	NCH3	C6H3-2,6-F2
413	CH3	OPh	NCH3	C6H4-3-Cl
414	Cl	OPh	NCH3	C6H4-4-Cl
415	Cl	OPh	NCH3	C6H4-4-F
416	Cl	OPh	NCH3	C6H4-4-C4H9 t
417	Cl	OPh	NCH3	C6H4-4-CO2CH3
418	Cl	Cl	O	C6H4-4-Cl
419	Cl	Cl	O	C6H4-4-F
420	Cl	Cl	O	C6H4-4-C4H9 t
421	Cl	Cl	O	C6H4-4-CO2CH3

表 6

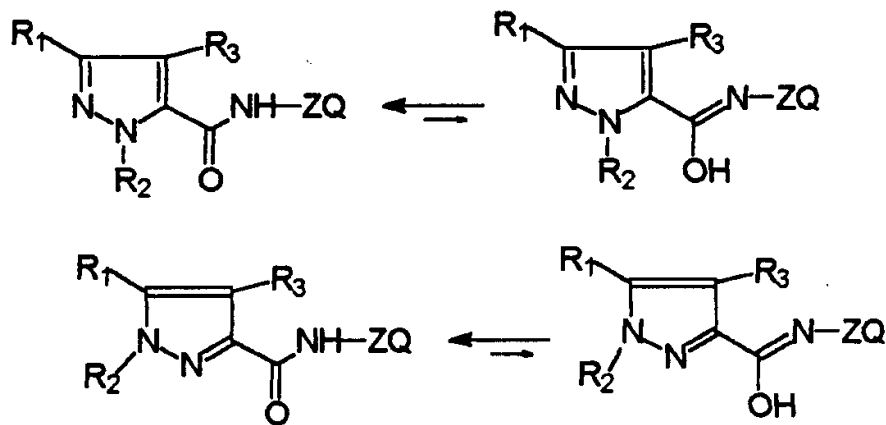


R1 和 XR3 的位置可在吡唑的 3 位、4 或 5 位。

R1	XR3	R2	Q
CH3	Cl	CH3	CH2C6H4-4-Cl
CH3	Cl	CH3	CH2C6H4-4-F
CH3	Cl	CH3	CH2C6H4-4-C4H9 t
CH3	Cl	CH3	CH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	Cl	CH3	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
CH3	OPh	CH3	CH2-3-C5H3N-6-Cl
CH3	Cl	CH3	CH2-3-C5H3N-2-Cl
CH3	Cl	CH3	C6H3-2,6-F2
CH3	Cl	CH3	C6H4-3-Cl
CH3	Cl	CH3	C6H4-4-Cl
CH3	Cl	CH3	C6H4-4-F
CH3	Cl	CH3	C6H4-4-C4H9 t
CH3	Cl	CH3	C6H4-4-CO2CH3
CH3	Cl	CH3	C6H4-4-CO2C4H9 t
CH3	Cl	CH3	5-C5H3N-2-Cl
CH3	OPh	CH3	3-C5H3N-2-Cl
CH3	Cl	CH3	NHC6H5
CH3	Cl	CH3	NH-3-C5H3N-6-Cl
CH3	F	CH3	CH2C6H4-4-Cl
CH3	F	CH3	CH2C6H4-4-F
CH3	F	CH3	CH2C6H4-4-C4H9 t
CH3	F	CH3	CH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	F	CH3	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
CH3	F	CH3	CH2-3-C5H3N-6-Cl
CH3	F	CH3	CH2-3-C5H3N-2-Cl
H	H	Ph	C6H3-2,6-F2
CH3	F	CH3	C6H4-3-Cl
CH3	F	CH3	C6H4-4-Cl
CH3	F	CH3	C6H4-4-F

CH3	F	CH3	C6H4-4-C4H9 t
CH3	F	CH3	C6H4-4-CO2CH3
CH3	F	CH3	C6H4-4-CO2C4H9 t
CH3	F	CH3	5-C5H3N-2-Cl
CH3	F	CH3	3-C5H3N-2-Cl
CH3	F	CH3	NHC6H5
CH3	F	CH3	NH-5-C5H3N-2-Cl
F	F	CH3	CH2C6H4-4-Cl
F	F	CH3	CH2C6H4-4-F
F	F	CH3	CH2C6H4-4-C4H9 t
F	F	CH3	CH2C6H4-4-CO2CH3
F	F	CH3	CH2C6H4-4-CO2C4H9 t
F	F	CH3	CH2-3-C5H3N-6-Cl
F	F	CH3	CH2-3-C5H3N-2-Cl
F	F	CH3	C6H3-2,6-F2
F	F	CH3	C6H4-3-Cl
F	F	CH3	C6H4-4-Cl
F	F	CH3	C6H4-4-F
F	F	CH3	C6H4-4-C4H9 t
F	F	CH3	C6H4-4-CO2CH3
F	F	CH3	C6H4-4-CO2C4H9 t
F	F	CH3	5-C5H3N-2-Cl
F	F	CH3	3-C5H3N-2-Cl
F	F	CH3	NHC6H5
CF3	H	CH3	C6H4-3-CF3
CF3	H	C2H5	C6H4-4-C4H9 t
F	CH3	F	C6H3-2-OC2H5-4-C4H9t
F	F	CH3	NH-5-C5H3N-2-Cl

表 7



R1	R2	R3	ZQ
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-Cl
CH3	C2H5	H	OCH2C6H4-4-CN
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-CF3
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-OCF3
CH3	CH3	H	OCH2C6H4-4-NO2
CH3	CH3	H	OCH2-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	H	OCH2-2-咪喃
CH3	CH3	H	OCH2-2-噻吩
CH3	CH3	H	OCH2-1-1,2,4-三唑
CH3	CH3	H	OCH2-1-吡唑
CH3	CH3	H	OCH2-2-噻啶
CH3	CH3	H	C6H4-3-OCH(CH3)
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-Cl
CH3	C2H5	Cl	OCH2C6H4-4-CN
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CF3
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-OCF3
CH3	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-NO2
CH3	CH3	Cl	OCH2-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	Cl	OCH2-2-咪喃
CH3	CH3	Cl	OCH2-2-噻吩

CH3	CH3	Cl	OCH2-1-1,2,4-三唑
CH3	CH3	Cl	OCH2-1-吡唑
CH3	CH3	Cl	OCH2-2-噻啉
CH3	CH3	Cl	C6H4-3-OCH(CH3)2
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-C4H9t
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2CH3
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-Cl
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-CN
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-CF3
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-OCF3
C4H9t	CH3	H	OCH2C6H4-4-NO2
C4H9t	CH3	H	OCH2-3-吡啉-6-Cl
C4H9t	CH3	H	OCH2-2-咪唑
C4H9t	CH3	H	OCH2-2-噻吩
C4H9t	CH3	H	OCH2-1-1,2,4-三唑
C4H9t	CH3	H	OCH2-1-吡唑
C4H9t	CH3	H	OCH2-2-噻啉
C4H9t	CH3	H	C6H4-3-OCH(CH3)
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-C4H9t
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2CH3
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-Cl
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CN
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CF3
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-OCF3
C4H9t	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-NO2
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-3-吡啉-6-Cl
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-2-咪唑
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-2-噻吩
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-1-1,2,4-三唑
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-1-吡唑
C4H9t	CH3	Cl	OCH2-2-噻啉
C4H9t	CH3	Cl	C6H4-3-OCH(CH3)2
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-C4H9t
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-CO2CH3
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-Cl
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-CN

C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-CF3
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-OCF3
C2H5	CH3	H	OCH2C6H4-4-NO2
C2H5	CH3	H	OCH2-3-吡啶-6-Cl
C2H5	CH3	H	OCH2-2-咪唑
C2H5	CH3	H	OCH2-2-噻酚
C2H5	CH3	H	OCH2-1-1,2,4-三唑
C2H5	CH3	H	OCH2-1-吡啶
C2H5	CH3	H	OCH2-2-噻啶
C2H5	CH3	H	C6H4-3-OCH(CH3)
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-C4H9t
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2C4H9t
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CO2CH3
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-Cl
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CN
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-CF3
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-OCF3
C2H5	CH3	Cl	OCH2C6H4-4-NO2
C2H5	CH3	Cl	OCH2-3-吡啶-6-Cl
C2H5	CH3	Cl	OCH2-2-咪唑
C2H5	CH3	Cl	OCH2-2-噻酚
C2H5	CH3	Cl	OCH2-1-1,2,4-三唑
C2H5	CH3	Cl	OCH2-1-吡啶
C2H5	CH3	Cl	OCH2-2-噻啶
C2H5	CH3	Cl	C6H4-3-OCH(CH3)2
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-Cl
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CN
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CF3
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-OCF3
CH3	CH3	Cl	NHC6H4-4-NO2
CH3	CH3	Cl	NHCH2-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	Cl	NHCH2-2-咪唑
CH3	CH3	Cl	NHCH2-2-噻酚
CH3	CH3	Cl	NHCH2-1-1,2,4-三唑
CH3	CH3	Cl	NHCH2-1-吡啶
CH3	CH3	Cl	NHCH2-2-噻啶

CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-OCH(CH3)
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-Cl
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CN
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CF3
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H2-2,6-Cl2-4-OCF3
CH3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-NO2
CH3	CH3	Cl	NH-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	Cl	NH-2-咪喃
CH3	CH3	Cl	NH-2-噻酚
CH3	CH3	Cl	NH-1,1,2,4-三唑
CH3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶
CH3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶-4,6-(OMe)2
CH3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶-4,6-(Me)2
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-Cl
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-CN
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-CF3
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-OCF3
CH3	CH3	H	NHC6H4-4-NO2
CH3	CH3	H	NHCH2-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	H	NHCH2-2-咪喃
CH3	CH3	H	NHCH2-2-噻酚
CH3	CH3	H	NHCH2-1,1,2,4-三唑
CH3	CH3	H	NHCH2-1-吡啶
CH3	CH3	H	NHCH2-2-嘧啶
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-OCH(CH3)
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-C4H9t
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CO2C4H9t
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CO2CH3
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-Cl
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CN
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CF3
CH3	CH3	H	NHCH2C6H2-2,6-Cl2-4-OCF3
CH3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-NO2

CH3	CH3	H	NH-3-吡啶-6-Cl
CH3	CH3	H	NH-2-咪喃
CH3	CH3	H	NH-2-噻吩
CH3	CH3	H	NH-1-1,2,4-三唑
CH3	CH3	H	NH-2-嘧啶
CH3	CH3	H	NH-2-嘧啶-4,6-(Me) ₂
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ CH ₃
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-Cl
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CN
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CF ₃
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-OCF ₃
CF3	CH3	H	OCH ₂ C ₆ H ₄ -4-NO ₂
CF3	CH3	H	OCH ₂ -3-吡啶-6-Cl
CF3	CH3	H	OCH ₂ -2-咪喃
CF3	CH3	H	OCH ₂ -2-噻吩
CF3	CH3	H	OCH ₂ -1-1,2,4-三唑
CF3	CH3	H	OCH ₂ -1-吡唑
CF3	CH3	H	OCH ₂ -2-嘧啶
CF3	CH3	H	C ₆ H ₄ -3-OCH(CH ₃) ₂
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-CO ₂ CH ₃
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-Cl
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-CN
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-CF ₃
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-OCF ₃
CF3	CH3	H	NHC ₆ H ₄ -4-NO ₂
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -3-吡啶-6-Cl
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -2-咪喃
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -2-噻吩
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -1-1,2,4-三唑
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -1-吡唑
CF3	CH3	H	NHCH ₂ -2-嘧啶
CF3	CH3	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-OCH(CH ₃) ₂
CF3	CH3	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ C ₄ H ₉ t
CF3	CH3	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-CO ₂ CH ₃
CF3	CH3	H	NHCH ₂ C ₆ H ₄ -4-Cl

CF3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CN
CF3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-CF3
CF3	CH3	H	NHCH2C6H2-2,6-Cl2-4-OCF3
CF3	CH3	H	NHCH2C6H4-4-NO2
CF3	CH3	H	NH-3-吡啶-6-Cl
CF3	CH3	H	NH-2-咪喃
CF3	CH3	H	NH-2-噻酚
CF3	CH3	H	NH-1-1,2,4-三唑
CF3	CH3	H	NH-2-嘧啶
CF3	CH3	H	NH-2-嘧啶-4,6-(Me)2
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-C4H9t
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CO2C4H9t
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CO2CH3
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-Cl
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CN
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-CF3
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-OCF3
CF3	CH3	Cl	NHC6H4-4-NO2
CF3	CH3	Cl	NHCH2-3-吡啶-6-Cl
CF3	CH3	Cl	NHCH2-2-咪喃
CF3	CH3	Cl	NHCH2-2-噻酚
CF3	CH3	Cl	NHCH2-1-1,2,4-三唑
CF3	CH3	Cl	NHCH2-1-吡啶
CF3	CH3	Cl	NHCH2-2-嘧啶
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-OCH(CH3)
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-C4H9t
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CO2C4H9t
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CO2CH3
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-Cl
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CN
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-CF3
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H2-2,6-Cl2-4-OCF3
CF3	CH3	Cl	NHCH2C6H4-4-NO2
CF3	CH3	Cl	NH-3-吡啶-6-Cl
CF3	CH3	Cl	NH-2-咪喃
CF3	CH3	Cl	NH-2-噻酚
CF3	CH3	Cl	NH-1-1,2,4-三唑
CF3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶
CF3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶-4,6-(OMe)2
CF3	CH3	Cl	NH-2-嘧啶-4,6-(Me)2

部分化合物的物性和核磁 (90MHz)数据:

- 2 熔点: 98~100 °C.
- 10 油状物, HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 8.42 (s,1H), 7.90 (s, 1H), 6.44~7.44 (m, 9H), 5.02 (s,2H), 3.65 (s,3H), 2.01 (s,3H), 1.31 (s,9H)
- 146 熔点: 91~93 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 7.71 (q,4H), 6.40 (bs, 1H), 4.57 (d,2H), 3.78 (s,3H), 2.48 (s, 3H), 1.31 (d,6H)
- 150 熔点: 190~192 °C. 152 熔点: 210~212 °C.
- 155 熔点: 90~92 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 7.78 (bs,1H), 6.91~7.40 (m, 3H), 6.57~6.75 (d,2H), 4.58 (m,1H), 3.83 (s,3H), 2.52 (s, 3H), 1.31 (d,6H)
- 159 熔点: 200 °C(分解). 160 熔点: 74~76 °C.
- 169 熔点: 173~175 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 8.08 (bs,1H), 7.45~7.69 (m, 2H), 6.88~7.15 (m,2H), 3.88 (s,3H)
- 170 熔点: 135~136 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 7.53(q,4H), 6.84 (bs, 1H), 4.69 (d,2H), 3.87 (s,3H)
- 182 熔点: 170~172 °C.
- 277 熔点: 75~78 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 7.98 (s,1H), 4.58 (s,2H), 4.15 (q,2H), 3.75 (s,3H), 2.24 (s, 3H), 1.22 (t,3H)
- 285 熔点: 227~230 °C(d). HNMR (DMSO, TMS) ppm : 10.73 (bs, 1H), 8.53 (bs, 1H), 7.87 (s,1H), 7.64 (d,2H), 7.33 (d,2H), 3.76 (s,3H), 2.41 (s, 3H)
- 286 熔点: 175~177 °C. HNMR (DMSO, TMS) ppm : 8.96(s, 1H), 8.84 (s, 1H), 7.56 (s,1H), 7.42 (d,2H), 7.31 (d,2H), 3.78 (s,3H), 3.67 (s,3H), 2.41 (s, 3H)
- 287 熔点: 231~233 °C. 288 熔点: 222~224 °C.
- 289 熔点: 176~178 °C. 295 熔点: 196~199 °C.
- 304 油状物, HNMR (DMCO, TMS) ppm : 7.69 (s,1H), 6.89 (m,2H), 7.47 (m,2H), 7.19 (m,1H), 4.42 (s,2H), 4.15 (q,2H), 3.57 (s,3H), 2.26 (s, 3H), 1.20 (t,3H)
- 308 熔点: 115~118 °C. HNMR (CDCl₃ + DMSO, TMS) ppm : 8.32 (bs,1H), 8.08 (s,1H), 7.36 (m,2H), 7.28 (m,4H), 7.16 (m,1H), 7.07 (m,2H), 3.65 (s,3H), 2.24 (s,3H)
- 312 熔点: 200~203 °C. HNMR (DMSO, TMS) ppm : 10.48 (bs,1H), 8.89 (bs,1H), 7.61 (s,1H), 7.18~7.55 (m,7H), 7.00 (d,2H), 3.58 (s,3H), 2.39 (s,3H)
- 318 熔点: 113~115 °C. HNMR (CDCl₃+ DMSO, TMS) ppm : 8.19 (s,1H), 7.97 (d, 2H), 7.52 (d,2H), 6.95~7.50 (m,5H), 3.62 (s,3H), 2.39 (s,3H)
- 324 熔点: 135~137 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 9.91 (bs,1H), 8.13 (m,1H), 8.06 (s,1H), 7.61 (m, 1H), 6.89 (m,2H), 7.00~7.55 (m,5H), 3.65 (s,3H), 2.47 (s,3H)
- 344 熔点: 112~114 °C. HNMR (CDCl₃, TMS) ppm : 8.40 (s,1H), 7.56~7.78 (m,1H), 7.04~7.56 (m, 5H), 6.77~7.04 (d, 2H), 5.00 (s, 2H), 4.80 (bs,1H), 3.58 (s,3H), 2.37 (s,3H)
- 349 油状物 385 熔点: 180~182 °C.

本发明的化合物具有很好的杀菌、杀虫和杀螨活性。用于防治多种病原菌引起的病害如: 霜霉病、灰霉病、白粉病、纹枯病、稻瘟病、锈病等; 也可用于防治鳞翅目昆虫如粘虫、小菜蛾, 同翅目昆虫如飞虱、蚜虫等, 双翅目昆虫如蚊、蝇等以及螨类如棉红蜘蛛、朱砂叶螨等包括若虫、成虫特别是卵, 即对卵有优异的活性。

1、对蚕豆蚜的试验

用本发明的化合物，用药浓度为 500ppm，供试蚜虫为 3 天龄，每次处理试虫 50~100 头，以清水对照，重复三次，处理后放置 20~23℃ 观察室中，24 小时后调查死亡率，部分结果如下：

化合物编号	死亡率(%)
2	100
79	100

2、对朱砂叶螨的试验

采用浸液法，本发明的化合物用药浓度为 500ppm。将已移接成螨 50~70 头的 2 片菜豆苗真叶，放入已配好的药液中浸 5 秒钟后取出，放置 20~25℃ 观察室中，以清水对照，重复三次，24 小时后调查死亡率，部分结果见如下：

化合物编号	死亡率(%)
2	100
79	100
146	100

3、杀卵活性试验 - 盆栽法

将健壮朱砂叶螨成螨 5 头接于二真叶盆栽菜豆苗上，2 日后去除成螨，调查螨卵基数，在稀释好的药液中浸渍 5 秒钟，然后置于室温内培养，处理后 6 日待空白对照全部孵化完毕，调查卵的孵化及孵化出幼螨的存活情况，部分结果如下：

化合物编号	浓度(ppm)	卵基数(粒)	活螨数	综合效果(%)
2	10	102	0	100
79	10	255	0	100
杀螨隆	10	230	109	46.4

4、杀卵活性试验 - 叶碟法

将健壮朱砂叶螨成螨 5 头接于直径为 1 厘米的菜豆苗叶碟上，于观察室保湿培养，24 小时后去除成螨，调查螨卵基数，在稀释好的药液中浸渍 5 秒钟，7 日待空白对照全部孵化完毕，调查卵的孵化及孵化出幼螨的存活情况，部分结果如下：

化合物编号	浓度(ppm)	卵基数(粒)	未孵卵数(粒)	抑制率(%)
79	12.5	63	62	98.4

5、灰霉病试验

本发明的化合物用药浓度为 1000ppm。喷雾法处理黄瓜苗，24 小时后利用灰霉菌进行人工接种，以清水对照，重复三次，保湿 5 天后调查发病情况，部分结果如下：

化合物编号	防效(%)
288	100

6、白粉病试验

本发明的化合物用药浓度为 1000ppm。盆栽小麦长至二叶期，喷雾处理 24 小时后人工接种白粉病粉孢子，以清水对照，重复三次，保湿 7 天后调查发病情况，部分结果见如下：

化合物编号	防效(%)	化合物编号	防效(%)
277	95	305	100
278	95	331	100
304	100	343	90

7、霜霉病试验

本发明的化合物用药浓度为 1000ppm。喷雾法处理黄瓜苗，24 小时后利用孢子囊悬浮液进行人工接种，以清水对照，重复三次，保湿 7 天后调查发病情况，部分结果见如下：

化合物编号	防效(%)
2	95
306	95
385	75

8、纹枯病试验

本发明的化合物用药浓度为 1000ppm。喷雾法处理水稻苗，24 小时后利用纹枯病菌进行人工接种，以清水对照，重复三次，保湿 3 天后调查发病情况，部分结果如下：

化合物编号	防效(%)	化合物编号	防效(%)
145	100	155	100
150	100	159	100