



(12)发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 91103657.1

[51] Int.Cl⁵

C07D209 / 34

(43) 公开日 1991年12月11日

[22]申请日 91.5.30

[30]优先权

[32]90.5.31 [33]US [31]531,712

[71]申请人 美国氰胺公司

地址 美国康涅狄格州

[72]发明人 米歇尔·爱德华德·康登

加里·米歇尔·卡帕

杰夫里·霍华德·帕克

[74]专利代理机构 上海专利事务所

代理人 曾建成

A01N 43 / 38

说明书页数: 25 附图页数:

[54]发明名称 芳氧基螺烷基二氢吡啶除草剂

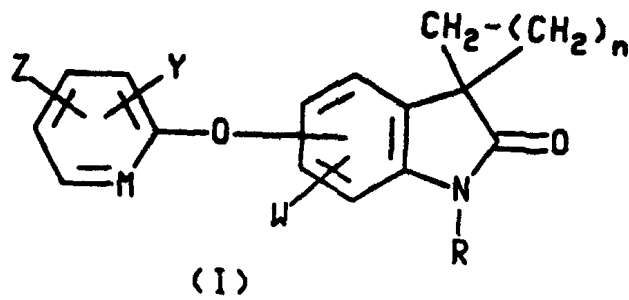
[57]摘要

本发明提供芳氧基-1'-(取代的)-螺[环烷烃-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮化合物,此种化合物的除草用途特别是用于谷物如稻子、麦子生长处所不希望的植物的选择控制,以及该化合物的制备方法。

>20<

(BJ)第1456号

1. 一种具有如下结构的化合物



其中, M 是 N 或 CX;

X、Y、Z 是各自独立的氢、卤素、CN、NO₂ 为或由一个或多个卤素任意取代的 C₁~C₆ 烷基;

W 是氢、卤素、CN、NO₂、C₁~C₆ 烷氧基、C₁~C₆ 羧基或由一个或多个卤素或 OR₁ 基团任意取代的 C₁~C₆ 烷基, 但 W、X、Y、Z 中至少有两个不是 CN 或 NO₂;

n 是整数, 1, 2, 3, 4 或 5;

R 是 C₃~C₆ 链烯基、C₃~C₆ 炔基或由一个或多个卤素、OR₁、COOR₁ 或 NH₂ 基团任意取代的 C₁~C₆ 烷基;

R₁ 是氢或 C₁~C₄ 烷基。

2. 如权利要求 1 所述的化合物, 其特征是 M 为 CX。

3. 如权利要求 2 所述的化合物, 其特征是 X、Y 是卤素, Z 是 CF₃。

4. 一种控制单子叶、双子叶植物的方法, 其特征是在所述植物的叶子上或含有所述植物种子或繁殖器官的土壤、水中施加有效除草量的、如权利要求 1 所述的芳氧基螺烷基二氢吲哚酮。

5. 如权利要求 4 所述的方法, 其特征是 M 指 CX, X、Y 为卤素, Z 是 CF₃。

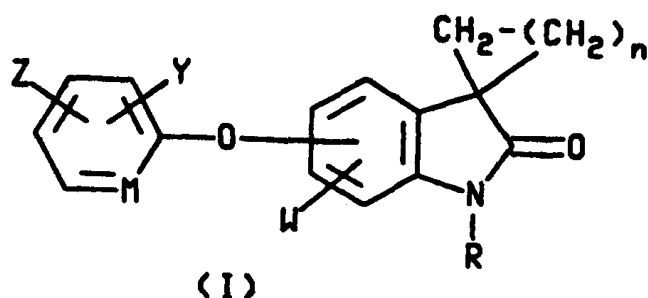
6. 如权利要求 4 所述的方法,其特征是在稻子、小麦生长处有选择地控制所不希望的植物种类。

7. 一种选择控制移植稻生长处所不希望的单子叶、双子叶植物的方法,其特征是对用作出苗前移植或预栽培处理的灌溉水或土壤中施加有效除草量的,如权利要求 1 所述的化合物。

8. 如权利要求 7 所述的方法,其特征是所述化合物如权利要求 2 所述,且该化合物被施用到灌溉水或土壤中,用量为 0.005 ~ 5.0 公斤/公顷。

9. 一种除草组合物,其特征是包括一惰性固态或液态稀释剂以及有效除草量的,具有如权利要求 1 结构的化合物。

10. 具有如下通式 I 结构的化合物之制备方法,



其中 M 是 N 或 CX;

X、Y、Z 是各自独立的氢、卤素、CN、或由一个或多个卤素任意取代的 C₁~C₆ 烷基;

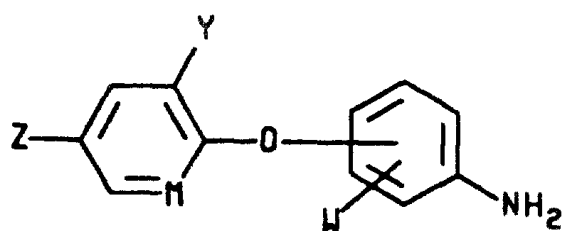
W 是氢、卤素、CN、NO₂、C₁~C₆ 烷氧基, C₁~C₆ 羰基烷氧基、或是由一个或多个卤素或 OR₁ 在团任意取代的 C₁~C₆ 烷基,其中 W、X、Y、Z 中至少有两个不是 CN 或 NO₂;

n 是整数 1、2、3、4 或 5;

R 是 C₁~C₆ 烷基;

R₁ 是氢或 C₁~C₄ 烷基;

该方法的特征是: 将具有通式 III 结构的化合物



(其中 M、Y、Z、W 如前所述) 与至少一摩尔当量的甲基硫代乙酸的 $C_1 \sim C_4$ 烷基酯的氯铈盐、在至少 1 当量的碱和外质子溶剂存在下于 $-78^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 温度反应形成第一中间产物；将所述第一中间产物与至少一附加当量的碱反应形成第二中间产物；在酸和一外质子溶剂、于大于 90°C 的温度下加热所述第二中间产物形成一芳氧基-3-(甲基硫代)-2-二氢吡啶酮；将此物与足够量的阮内镍在合适的质子溶媒中反应形成相应的芳氧基-2-二氢吡啶酮；将所述芳氧基-2-二氢吡啶酮在一碱金属氢化物；和一合适的溶剂存在下与双烷基硫酸酯反应，形成芳氧基-1-烷基-2-二氢吡啶酮；将所述芳氧基-1-烷基-2-二氢吡啶酮与通式 VI 的二卤代烷 (其中 m 是整数 $n+1$)

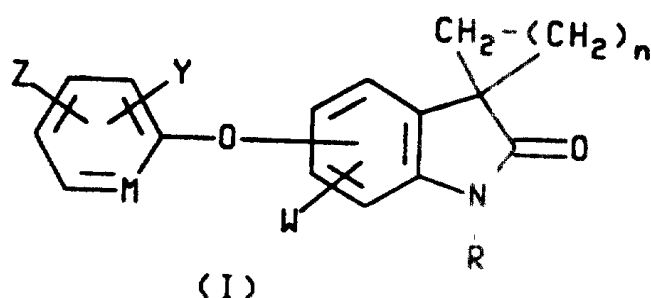


在至少 2 当量的碱金属氢化物及一极性溶剂存在下反应，形成通式 I 化合物；保护所述芳氧基-2-二氢吡啶酮得到 1-保护的-芳氧基-2-二氢吡啶酮；将所述保护的二氢吡啶酮与通式 VI 的二卤代烷在至少两当量的碱金属氢化物及极性溶剂存在下反应，得到相应的保护的螺烷基二氢吡啶酮中间产物；将此中间产物用含水酸去除保护基得到未取代的芳氧基螺烷基二氢吡啶酮化合物；将此化合物在碱及一溶剂存在下与卤代烷反应及到通式 I 的化合物。

芳氧基螺烷基二氢吡啶酮除草剂

谷物类农作物的稻谷、小麦具有世界性的经济价值。人们已意识到在农业生产中需要有有效的除草剂施用于重要的农作物处同时又不会引起所述谷物的过份损伤。如若不进行适当的控制，则所不希望的植物会消除或降低农作物的产量甚至引起歉收，为了有效地控制谷物生长处所不希望杂草的生长，选择除草剂尤其重要。

本发明提供芳氧基-1'-(取代的)螺[环烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮化合物，其有如下通式 I



其中 M 是 N 或 CX；

X, Y 及 Z 为独立的氢、卤素、CN、NO₂或由一个或多个卤素任意取代的 C₁—C₆ 烷基；

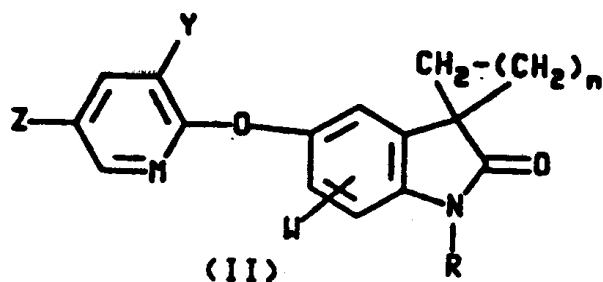
W 为氢、卤素、CN, NO₂、C₁—C₆ 烷氧基、C₁—C₆ 羰基烷氧基或由一个或多个卤素任意取代的 C₁—C₆ 烷基、或是 OR₁基团（条件是至少 W、X、Y、Z 中有二个不是 CN 或 NO₂）；

n 为 1、2、3、4 或 5 整数；

R 为 C₃—C₆ 链烯基、C₃—C₆ 炔基或由一个或多个如下基团即卤素、OR₁、COOR₁、NH₂任意取代的 C₁—C₆ 烷基；

R₁ 为氢或 C₁—C₄ 烷基。

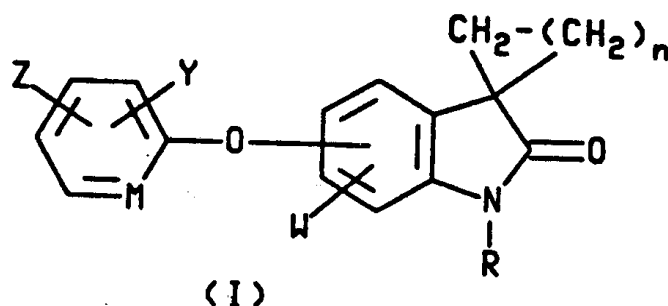
较佳的一类芳氧基螺烷基二氢吡啶酮化合物如通式 II 所示



其中 M 为 CX，而 W、X、Y、Z、R、n 如通式 I 所述。

令人惊异的是，我们现在发现上述的芳氧基螺烷基二氢吡啶酮对谷物如稻子、小麦具有高度的选择性同时又能对许多阔叶及草本植物类进行有效的控制。

本发明涉及芳氧基螺二氢吡啶酮化合物，其通式 I 如下：



其中，M 是 N 或 CX；

X、Y、Z 为独立的卤素、氢、CN、NO₂或由一个或多个卤素任意取代的 C₁—C₆ 烷基；

W 是卤素、氢、CN、NO₂、C₁—C₆ 烷氧基、C₁—C₆ 羰基烷氧基或由一个或多个卤素任意取代的 C₁—C₆ 烷基、或是 OR₁ 基团（条件是 W、X、Y、Z 中至少有二个必须不是 CN 或 NO₂）；

n 是整数 1, 2, 3, 4 或 5。

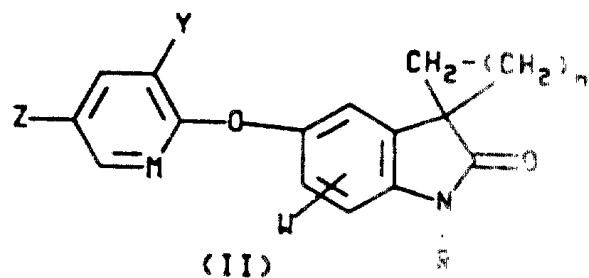
R 是 C₃—C₆ 链基、C₃—C₆ 炔基或由一个或多个卤素，OR₁、

COOR₁ 或 N₂ 基团任意取代的 C₁—C₆ 烷基

R₁ 是氢或 C₁—C₄ 烷基。

“卤素”一词表示 F、Cl、Br、I。

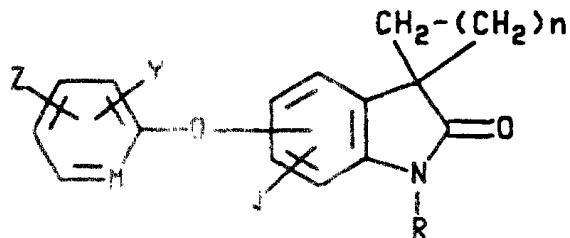
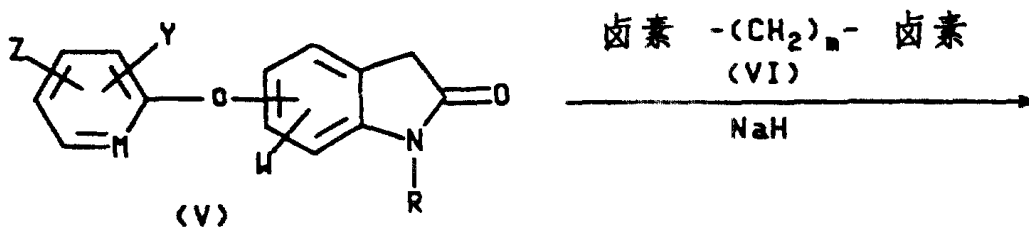
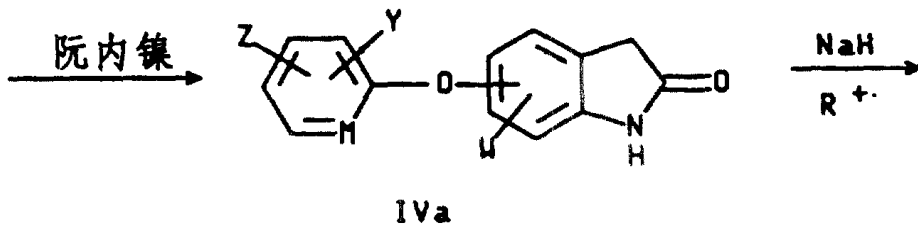
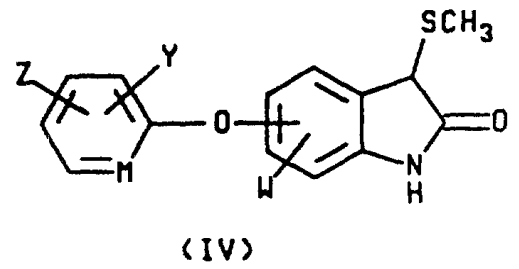
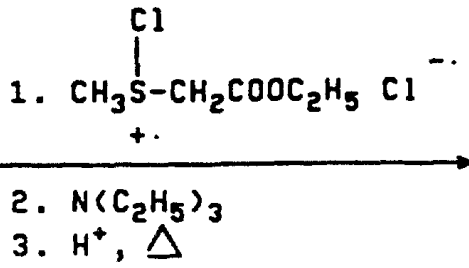
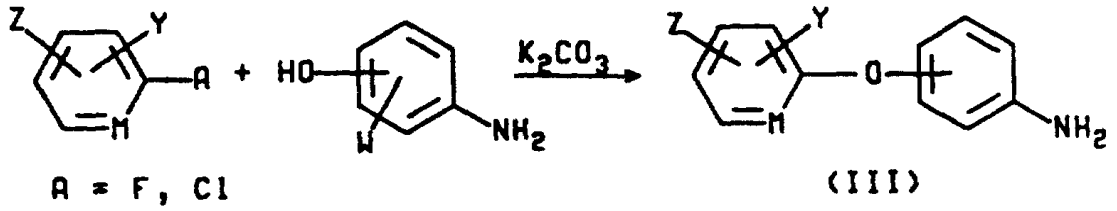
本发明的一最佳实施例如通式 II 化合物；



其中 M 是 CX，而 W、X、Y、Z、n 同式 I。

通式 I 的化合物可按如下所示流程 I 制备：

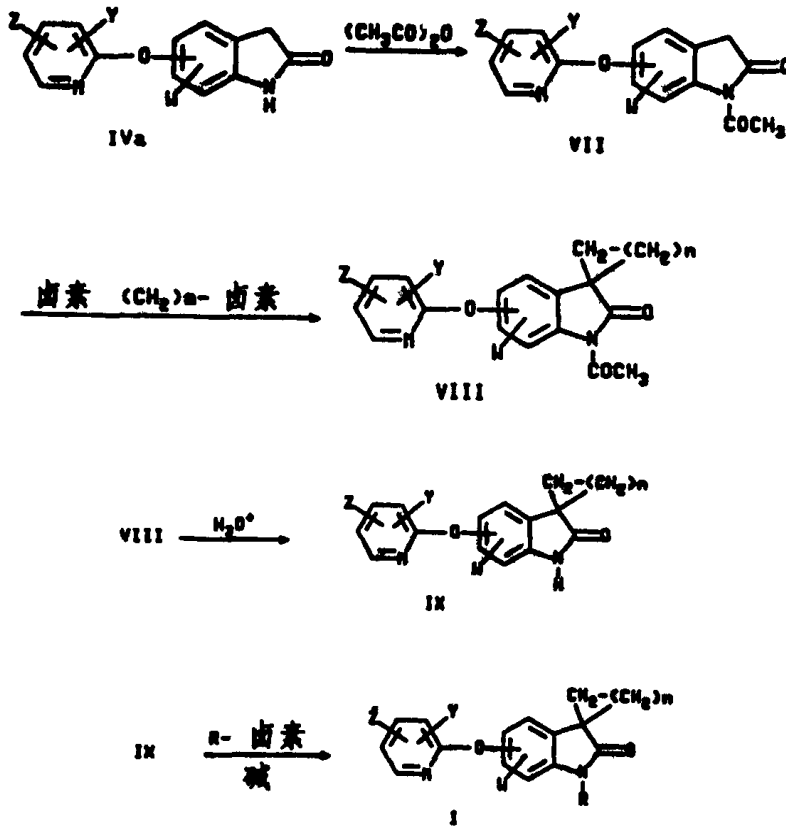
(流程)



适当地取代的芳基氯或芳基氟可以与合适取代的氨基苯酚在碱诸如碱金属碳酸盐存在下及在极性溶剂如乙腈中反应而得到如通式 III 的芳氧基苯胺化合物。接着，此通式 III 中间产物与甲基硫化乙酸乙酯的氯磺盐 (Chlorosulfonium salt) 在至少一个当量的碱如三乙胺和一对质子有惰性的溶剂如二氯甲烷的存在下，于 $-78^{\circ}\text{C} \sim -30^{\circ}\text{C}$ 温度下反应，同时至少有一个附加当量的碱在所述冰浴温度下，将反应液加热至室温后，除去溶剂及多余的碱盐，并有一催化剂量的酸如对-甲苯磺酸存在下，以及在沸点范围在 $90^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ 的芳香烃或氯化芳香烃中加热到回流温度而得到芳氧基甲基硫代二氢吲哚酮 (aryloxymethylthioindolinone) 化合物 (通式 IV)，所述通式 IV 化合物可在阮式镍及一种质子溶剂或混合溶剂如低级烷醇或醇及二甲基甲酰胺中脱硫化而得到相应的芳氧基二氢吲哚酮中间产物，而后采用合适的烷基化剂如二烷基硫酸酯于至少一个当量的碱金属氢化物及一合适的溶剂中烷基化而得到通式 V 的芳氧基二氢吲哚酮化合物。而后此通式 V 二氢吲哚酮可利用适当的二卤代烷烃通式 (VI) (这里 m 是指 $n+1$ 的整数) 及至少 2 当量的碱金属氢化物于一极性溶剂如二甲基亚砷进行双烷基化而得到所希望的通式 I 的化合物。

另外，通式 IV 中间产物可采用标准方法如在乙酸酐中乙酰化保护，得到通式 VII 的 1-乙酰基-芳氧基二氢吲哚酮。保护的通式 VII 二氢吲哚酮按前述方法双烷基化而得到该保护的通式 VIII 螺二氢吲哚酮，而后借助简单的酸水解解除其保护，得到不取代的通式 IX 芳氧螺二氢吲哚酮，而后所述通式 IX 化合物用标准方法如与烷基卤化物在碱中反应进行烷基化，形成所需的通式 I 化合物，此反应过程如流程 II 所示。

(流程 II)



本发明的芳氧基-1'-（取代的）-螺[环烷-1,3'-二氢吲哚]-2'-酮化合物对控制多种草本，木本，一年生，多年生，单子叶，双子叶植物均是有效的除草剂。所述化合物特别用于在谷物如稻子，小麦生长地有效地控制上述植物。

本发明的化合物在施用于植物叶基或含有种子或其它繁殖器管如块茎、根茎、生殖根的水及土壤中。施用配比为 0.005 ~ 5.0 公斤/公顷时能有效地控制多种所不希望的植物。此化合物可在种植后，但在出苗前使用，或者在栽培前施于土壤中或出苗后施于植物叶子

及杆茎上。

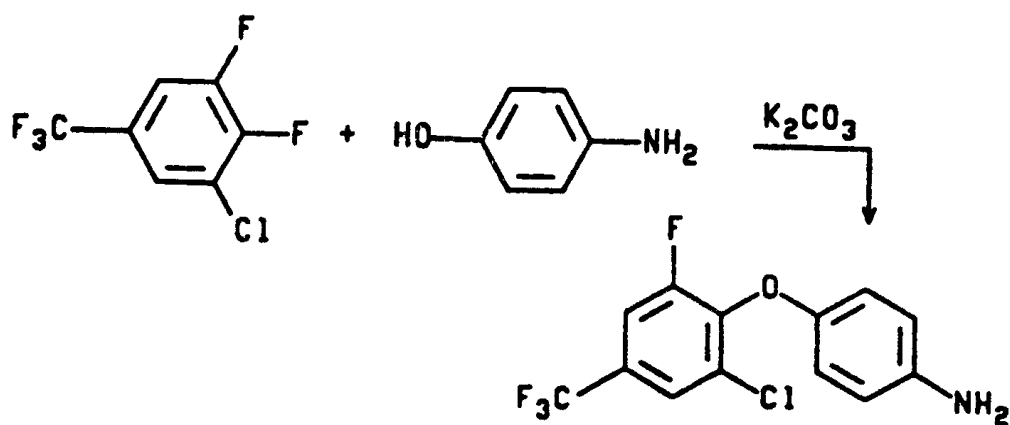
本发明的化合物能有效地控制所不希望的植物如移植后的稻禾培育过程生长的一些杂草。此化合物可施加于含有移植稻禾植物以及杂草的种子或杂草的其它繁殖器管的土壤或水中，或可用于直接插种的稻谷及杂草的种子或杂草的其它繁殖器管，或施加到在稻禾生长处的杂草的叶茎上。

本发明的芳氧螺烷基二氢吡啶酮化合物可方便地以液体或固体除草组合物使用，后者含有惰性载体或稀释剂及除草有效量的通式 I 化合物及辅助剂。液态除草组合物可含有载体、辅剂如有机溶剂及水以及乳化剂、稳定剂、分散剂、悬浮剂、辅展剂、渗透剂、润湿剂等。普通的固态载体或稀释剂包括陶土、滑石粉、硅藻土、二氧化硅等。较佳的除草组合物为那些诸如可分散的颗粒、可湿性的粉末、可流动的或可乳化的水质浓缩物，后者可在使用的位点与用水稀释，此外，干的组合物如颗粒剂粉尘剂等也可采用。

为更好地理解本发明，以下结合实例进行详述，但本发明并不受实例及所附权利要求的限制。¹HNMR 一词是指质子核共振光谱。

实例 1

对-[(2-氯- α, α, α -三氟-6-氟-对-甲苯基)氧基]苯胺的制备

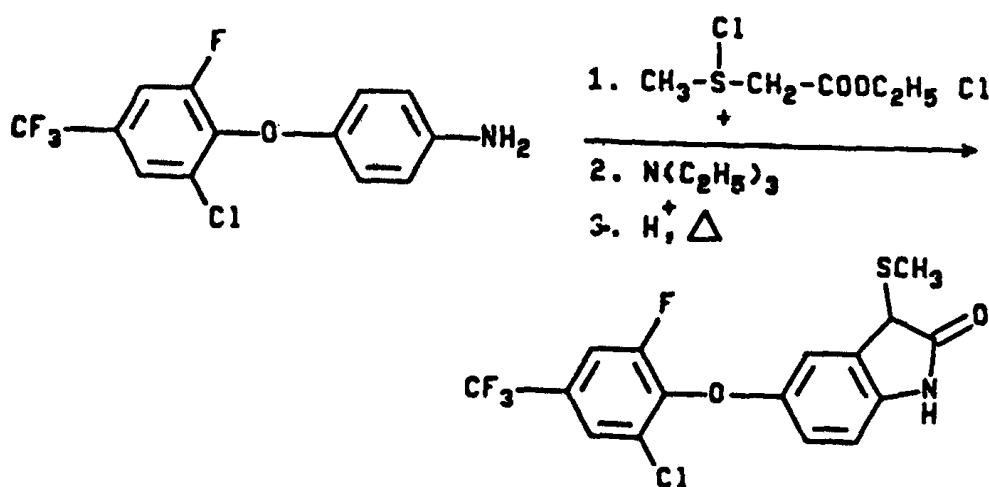


在氮气气氛中将迅速搅拌的对-氨基苯酚(43.6g, 0.40 摩尔) 间-氯- $\alpha,\alpha,\alpha,3,4$ -五氟-甲苯(86.6g, 0.40 摩尔) 及碳酸钾(82.8g, 0.60 摩尔) 在乙腈中的混合物于回流温度下加热 24 小时, 冷却并用水和乙醚的混合物稀释。分离有机相, 依次用水、盐水清洗。水相用乙醚混合并萃取。所有有机相合并, 用 M_2SO_4 干燥并在真空中浓缩, 得到深褐色固体即标题产物 102.5g(84%)、熔点 $55\sim 57^\circ\text{C}$ 。

用基本相同的方法, 以间-氯- $\alpha,\alpha,\alpha,4$ -四氟甲苯代替起始反应物对-[(2-氯- α,α,α -中氟-甲苯基)-氧基]苯胺, 得到淡褐色固体, 熔点 $65\sim 65.5^\circ\text{C}$ 。

实例 2

5-[(2-氯- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-3-(甲基硫代)-2-二氢吡啶酮的制取



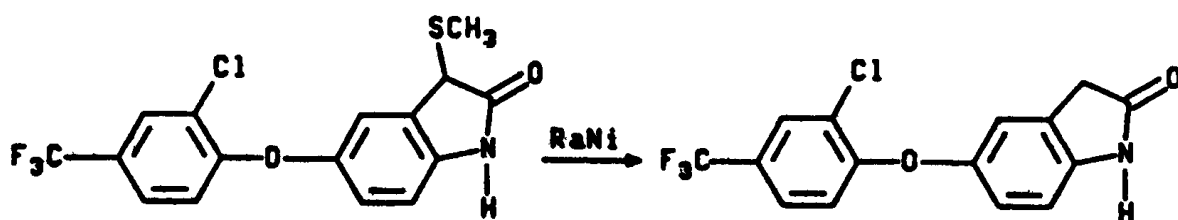
将于 -70°C 温度下甲基硫代乙酸乙酯(49.0 毫升, 0.378 摩尔) 的二氯甲烷液滴加到已搅拌的氯气(19ml, 0.412 摩尔) 的二氯甲烷液, 经 20 分钟滴加完毕, 再在 -70°C 温度下搅拌 5 分钟后, 在此反应混合物中滴加入对-[(2-氯- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]苯胺(105g, 0.343 摩尔) 与三乙胺(48ml, 0.343 摩尔) 的二氯甲烷液的混合物滴加 45 分钟, 再搅拌一小时, 滴入纯三乙胺(83ml, 0.60 摩

尔) 处理, 允许温度经 2 小时到达室温, 而后用水稀释。分离各相态, 水相接着用二氯甲烷萃取。合并各有机相用 M_2SO_4 干燥并在真空中浓缩而得到深色油状残余物。将此残余物溶于甲苯, 用对-甲苯磺酸 (6.4g, 0.37mol) 处理, 在回流温度下加热 6 小时而后冷却至室温。将所得沉淀物过滤, 空气中干燥得到褐色固体标题产物 51.6g (38%), 熔点 $137\text{ }^\circ\text{C}\sim 142\text{ }^\circ\text{C}$ 。

用基本相同的方法以对-[(2-氯- α,α,α -三氟-对-甲苯基)-氧基]苯胺为起始反应物, 得到 5-[(2-氯- α,α,α -三氟-对-甲苯基)氧基]-3-(甲基硫代)-2-二氢吲哚酮褐色固体, 熔点 $174.5\text{ }^\circ\text{C}\sim 178\text{ }^\circ\text{C}$ 。

实例 3

5-[(2-氯- α,α,α -三氟-对-甲苯基)-氧基]-2-二氢吲哚酮的制备



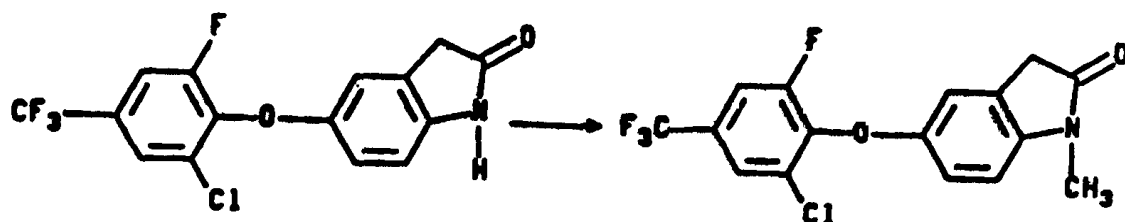
在搅拌下将 5-[(2-氯- α,α,α -三氟-对-甲苯基-氧基)-2-二氢吲哚酮 (25.0g, 0.067 摩尔) 与甲醇和二甲基用酰胺 5:1 混合液的混合, 加热至 $50\text{ }^\circ\text{C}$, 在 N_2 气氛下, 用一份份的烷内镍 W-2 催化剂的水质淤浆处理直至用色谱法测定完全脱硫, 冷却至室温, 通过一硅藻土床过滤。将过滤真空浓缩, 用 1:1 的乙酸乙酯和乙醚的混合液稀释, 水洗, M_2SO_4 干燥, 而后真空再浓缩得到褐色固体标题产物 16.5g (75%), 用 ^1H NMR 分析法鉴定一致。

用基本相同的方法, 以 5-[(2-氯- $\alpha,\alpha,\alpha,\beta$ -四氟-对-甲苯基)-

氧基]-3-(甲基硫代)-2-二氢吲哚酮作为反应物,得到 5-[(2-氯- α , α , α -6-四氟-对-甲苯基)氧基]-2-二氢吲哚酮褐色固体,与¹HNMR 分法鉴定一致。

实例 4

5-[(2-氯- α , α , α ,6-四氟-对-甲苯基)-氧基]-1-甲基-2-二氢吲哚酮的制备



将 5-[(2-氯- α , α , α ,6-四氟-对-甲苯基)氧基]-2-二氢吲哚酮 (16.8g, 0.0485mol) 的甲苯液用 60% 的氢氧化钠矿物油分散液 (2.13g, 0.0534 摩尔 NaOH) 在 60℃ 温度下处理, 搅拌 30 分钟, 在 60℃ 下滴入二甲基硫酸盐的甲苯液 (5.1ml, 0.0534mol)、滴入时间为 20 分钟, 搅拌 2 小时, 冷却至室温而后用乙酸乙酯和水的混合液稀释。分离各相, 有机相用盐水洗涤合并各部份的水相, 接着用乙酸乙酯萃取。合并有机相、用 MgSO₄ 干燥, 真空浓缩得到浅褐色半固体残余物。

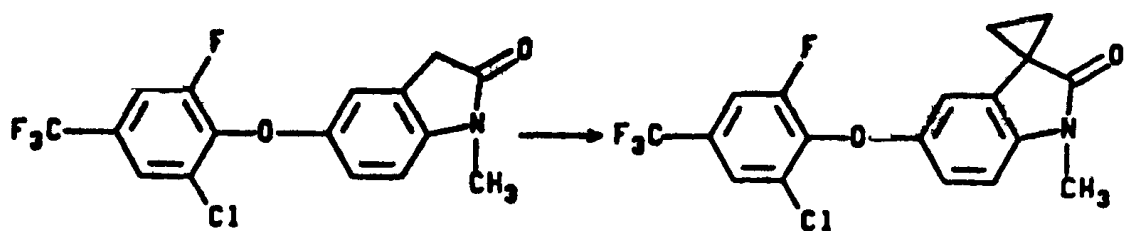
在 3~5% 乙酸乙酯的己烷液混合物中研磨 (trituration), 过滤获得淡粉红色固体标题产物 13.45g (77%)、熔点 111℃~112℃。

用基本相同的方法, 以 5-[(2-氯- α , α , α -三氟-对-甲苯基)氧基]-2-二氢吲哚酮作为起始反应物, 获得 5-[(2-氯- α , α , α -三氟-对-甲苯基)氧基]-1-甲基-2-二氢吲哚酮米色固体, 得率 65%, 熔点 180℃~185℃。

实例 5

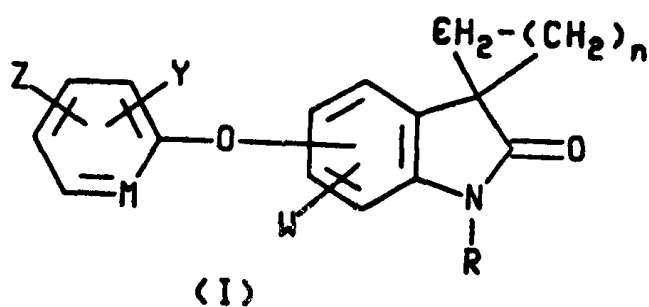
5-[(2-氯- α , α , α ,6-四氟-对-甲苯基)-氧基]-1'-甲基-螺[环

丙烷-1,3'-二氢吲哚酮]-2'-酮的制取



将 5-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-1-甲基-2-二氢吲哚(13.4g, 0.0372 摩尔)的二甲基亚砷液于室温下, 一次加入 60% 的 N_2H 的矿物油分散液(3.28g, 0.082mol N_2H)、处理, 搅拌 30 分钟, 再滴入 1,2-二溴乙烷(7.70g, 0.041mol)的二甲基亚砷溶液中历经 45 分钟, 搅拌 3 小时, 并将反应液倒入至乙酸乙酯和水的混合液中。分离各相, 水相用乙醚萃取; 所有有机相合并, 用 M_2SO_4 干燥, 真空浓缩, 得到褐色半固体残余物。研制并色谱层析得到标题产物为白色固体, 7.70g(54%), 熔点 $128^\circ C \sim 130^\circ C$ 。

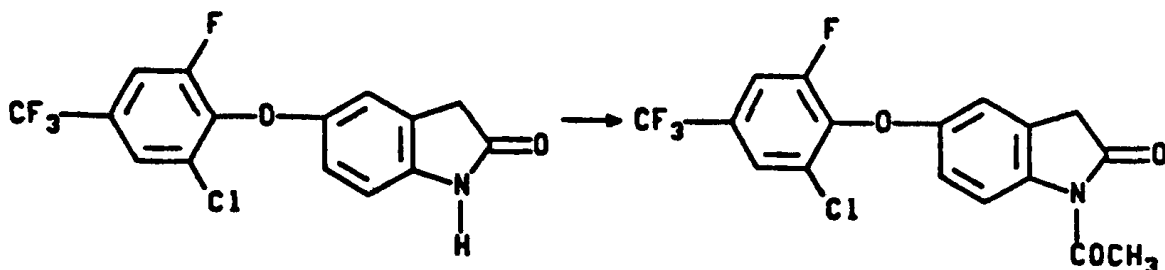
用基本相同的方法, 以合适取代的芳氧基二氢吲哚酮和适当的二卤代烷烃作为起始反应物, 得到如下化合物:



<u>M</u>	<u>Y</u>	<u>Z</u>	<u>R</u>	<u>W</u>	<u>n</u>	<u>% Yield</u>	<u>mp$^\circ C$</u>
C-Cl	H	CF ₃	CH ₃	H	1	47	181-182
N	Cl	CF ₃	CH ₃	H	1	44	138-141
C-Cl	F	CF ₃	CH ₃	H	3	63	106-109
C-Cl	H	CF ₃	CH ₃	H	3	50	109-111

实例 6

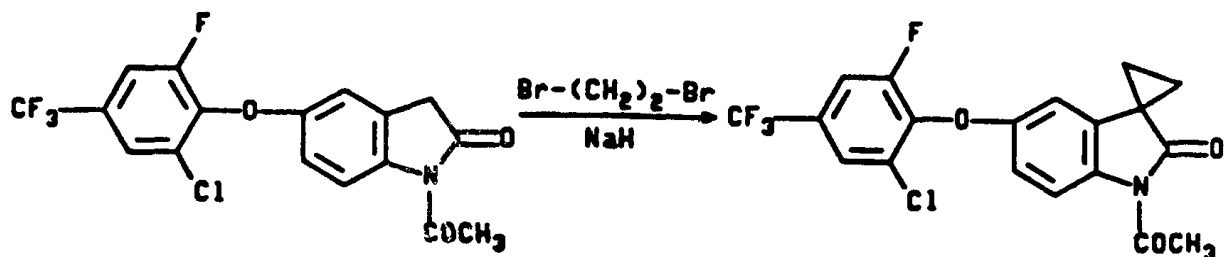
5-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-1-乙酰基-2-氢吲哚酮的制取



将 5-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-2-二氢吲哚(6.8g, 18.9 毫摩尔)的乙酸酐液加热至回流温度,并搅动 30 分钟后冷却至室温,真空浓缩和到褐色湿残余物。将此残余物用二甲苯再蒸发两次,而后用 10% 乙酸乙酯的己烷液层析色谱法处理,得到标题产物白色固体 5.1g(67%),熔点 119 °C~121 °C,用¹HNMR 鉴定一致。

实例 7

5'-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-1'-乙酰基-螺[环丙烷-1-3'-二氢吲哚]-2'-酮的制备

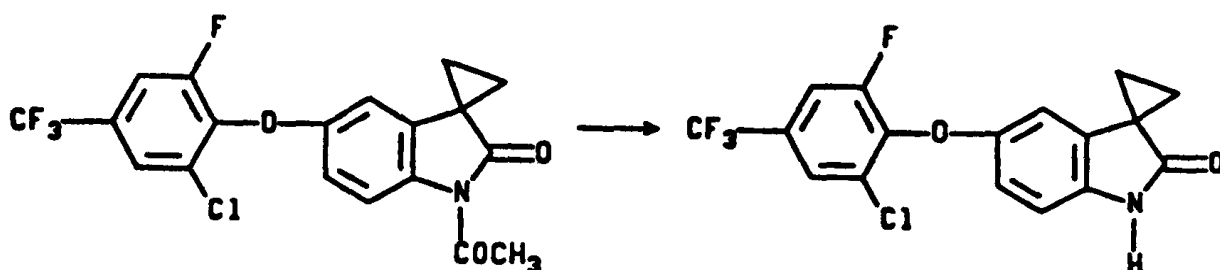


将 5-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-1-乙酰基-2-二氢吲哚酮(5.1g, 12.7 毫摩尔)的二甲基亚砜液用 N₂H(1.12g, 27.9 毫摩尔)一份份地加入经历 30 分钟,再滴入 1,2-二溴乙烷(2.62g, 14.0 毫摩尔)的二甲基亚砜液处理一小时,室温搅拌(借助薄层色

谱法观察至反应完全。将反应混合液倒入水和乙醚的混合液中，用 10% HCl 处理并分离。有机相用水清洗，干燥 ($MgSO_4$)，真空浓缩得到残余物，将残余物在硅胶上用 5~10% 乙酸乙酯的己烷液相色谱法处理得到标题产物为淡黄色固体 1.1g (20%)，熔点 118.5 °C~121 °C，用 1H NMR 鉴定一致。

实例 8

5'-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-螺[环丙烷-1, 3'-二氢吲哚]-2'-酮的制取



将 5'-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四氟-对-甲苯基)氧基]-1'-乙酰基-螺[环丙烷-1, 3'-二氢吲哚]-2'-酮 (0.60g, 1.95 毫摩尔)、5 毫升 IN H_2SO_4 及四氢吡喃的混合液在回流温度下加热 24 小时 (直至用气相色谱分析得知反应完全为止)。将此反应混合物用乙酸乙酯及水稀释，分离各相态。干燥有机相 ($MgSO_4$)，真空浓缩得到残余物。此物用硅胶和乙酸乙酯/-己烷 25/75 色谱法处理得到白色固体标题产物 0.41g (76%)，熔点 168 °C~170 °C，用 1H NMR 法鉴定一致。

实例 9

试验化合物芽后除草活性的评估

本发明化合物的芽后除草活性由下面的试验说明，试验是将试验化合物分散在含水丙酮混合物中对不同单子叶、双子叶植物进行处理，在试验时，使籽苗在苗圃上生长二周。试验化合物分散在 50/50 丙酮/水混合物中，内中还含有约 0.5% 土温 20TWEEN₂₀ 即 Atlas

Chemical Industries 的聚氧基乙烯脱水山梨糖醇单月桂酸酯 (mon-elaurate) 表面活性剂。化合物量为每公顷提供 0.032 ~ 0.5kg 的活性化合物，通过喷咀以 40psi 的压力在一定时间内喷洒到植物上。喷药后，将植物放到暖房搁架上以暖房相同的方式护理。处理后 1 ~ 2 周内按如下提供的测定系统方法测定，所获数据如表 I。

测定值是通过肉眼观察植物的长势、畸形程度、高矮、萎黄病及所有植物外观相对经对照的植物而得出的。

<u>测定</u>		<u>控制百分率(与抽检比较)</u>
9	完全杀死	100
8	几乎完全杀死	91~99
7	良好除草效果	80~90
6	有除草效果	65~79
5	一定的杀伤	45~64
4	有杀伤作用	30~44
3	中等效果	16~29
2	轻微效果	6~15
1	些微效果	1~5
0	无效果	0

所用植物种类

<u>栏目</u>	<u>俗名</u>	<u>学名</u>
<u>简称</u>		
Barnyard gr	稗子	ECHINOCHLOA CRUS-GALLI, (L) BEAU
Large Crab	马唐	DIGITARIA SANGUINALIS, (L) SCOP
Green Fox	狗尾草	SETARIA VIRIDIS, (L) BEAUV

Milet Pros	黍	PANICUM MILIACEUM, L.
Mrnglry Sp	牵牛	IPOMOEA SPP.
Pigweed Sp	藜	AMARANTHUS SPP.
Ragweed	豚草	AMBROSIA ARTEMISIIFOLIA, L.
Velvetleaf	绒毛叶	ABUTILON THEOPHRASTI, MEDIC.
Corn Field	玉米	ZEA MAYS, L.
Rice Uplnd	旱地稻	ORYZA SATIVA, L.
Soybean	大豆	GLYCINE MAX, (L) MERR.
W Wheat XX	冬小麦	TRITICUM AESTIVUM, L.

表 I
试验化合物的芽后除草评估

化合物	比例 kg/ha	稗子	马唐	狗尾草	黍	牵牛	藜	豚草	绒毛叶	玉米	高地稻	大豆	冬小麦
5'-[(2-氯- α , α -三氟- 对-甲基) 氧基]-1'- 甲基-螺-[环戊烷-1, 3'- 二氢吡啶-2'-酮	0.500	2	9	6	5	8	9	8	9	4	2	7	3
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.125	0	5	0	1	5	9	6	9	0	0	3	0
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.032	0	0	0	0	6	5	2	5	0	0	1	0
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	2	7	7	6	8	9	9	9	3	0	3	1
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.125	5	9	8	7	9	9	9	9	4	0	4	1
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.032	3	7	6	6	8	9	9	8	2	0	1	0
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	3	9	8	8	9	9	9	9	4	4	7	4
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.125	4	7	2	6	8	9	8	9	4	1	6	3
5'-[(2-氯- α , α -6-四 氟-对-甲基) 氧基]- 1'-甲基-螺-[环戊烷-1, 3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.032	3	7	4	5	9	9	6	7	2	2	7	2

表 I(续)
试验化合物的芽后除草评估

化合物	比例 kg/ha	稗子	马唐	狗尾草	黍	牵牛	藜	豚草	绒毛叶	玉米	高地稻	大豆	冬小麦
5'-[(2-氯- α , α , α -6-四 氟-对-甲苯基)氧基]-	0.500	9	9	9	9	9	9	9	9	4	8	9	8
1'-甲基-螺-(环丙烷-1, 3'-二氢吡啶)-2'-酮	0.125	8	9	9	9	9	9	9	9	8	4	8	6
5'-[(2-氯- α , α , α -三氟- 对-甲苯基)氧基]-4'-甲 基-螺-(环丙烷-1,3'-二 氢吡啶)-2'-酮	0.032	9	9	7	8	9	9	9	9	4	2	7	3
5'-[(2-氯- α , α , α -三氟- 对-甲苯基)氧基]-4'-甲 基-螺-(环丙烷-1,3'-二 氢吡啶)-2'-酮	0.500	1	1	1	1	8	9	5	9	1	1	2	1
5'-[(2-氯- α , α , α -三氟- 对-甲苯基)氧基]-4'-甲 基-螺-(环丙烷-1,3'-二 氢吡啶)-2'-酮	0.125	1	0	0	0	9	9	2	8	1	0	2	0
5'-[(2-氯- α , α , α -三氟- 对-甲苯基)氧基]-4'-甲 基-螺-(环丙烷-1,3'-二 氢吡啶)-2'-酮	0.032	0	0	0	0	9	9	2	5	0	0	1	0

实例 10

试验化合物的萌芽前除草评估

本发明化合物的芽前除草活性的下述试验为例，试验中将不用的单子叶、双子叶植物的种籽分别与盆栽土壤混保并在约一英寸的浅苗床土壤上培植，移植后，将浅苗床用含有试验化合物的经选择的含水丙酮液喷洒在浅苗床上，用量为相当于每公顷苗床面积约 0.500kg。然后将处理后的苗床放到暖房搁架上以暖房常规护理程序护理。处理后 2~3 周，检查苗床并按前述的评定系统对植物进行评定。获得的本发明化合物的除草效果及谷物选择性数据如表 II。

表 II
试验化合物的芽前除草评估

化合物	比例 kg/ha	稗子	马唐	狗尾草	黍	牵牛	藜	豚草	绒毛叶	玉米	稻	大豆	冬小麦
5'-[(2-氯- α , α , α -三氟-对-甲苯基)氧基]-1'-甲基-螺-[环戊烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	0	6	7	2	3	5	2	0	0	0	0	0
5'-[(2-氯- α , α , α -6-四氯-对-甲苯基)氧基]-4'-甲基-螺-[环戊烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	2	9	9	8	9	9	8	9	2	0	4	3
5'-[(2-氯- α , α , α -6-四氯-对-甲苯基)氧基]-4'-甲基-螺-[环己烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	0	9	9	3	9	9	3	4	0	0	0	0

表 II (续)
试验化合物的芽前除草评估

化合物	比例 kg/ha	稗子	马唐	狗尾草	黍	牵牛	藜	豚草	绒毛吐	玉米	稻	大豆	冬小麦
5'-[(2-氯- α , α , α -6-四氯-对-甲基)氧基]-1'-甲基-螺-[环丙烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	9	9	9	9	9	9	9	9	9	1	9	8
5'-[(2-氯- α , α , α -三氯-对-甲基)氧基]-1'-甲基-螺-[环丙烷-1,3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.500	0	2	3	2	3	9	0	0	0	0	0	0

实例 11

移植稻子的芽前、芽后除草效果评估

本发明化合物的选择性以如下试验为例，试验中，将 2 份 10 天的稻禾苗移植到内径为 10.5cm 重 32 盎司的塑料容器中，容器中含有 700g 的沙壤土。将稗子种到土壤表层 0.5~1.0cm 深处，种植后，将容器充水灌溉，水位保持在高出土壤 0.5~3.0cm。移植下种后 0~12 天内，土壤表层用含有选择的试验化合物的含水丙酮液处理，化合物含量约相当于一公顷 0.008~1.0kg。而后经处理过的杯子放置入暖房搁板上，浇水使水位维持前述水平并按暖房要求护理。处理后三之五周，终止试验，检查每个杯子，并按实例 9 中的评定系统法测定。获得的数据如表 III。

所用植物种类

栏目	<u>所用植物种类</u>	
	俗名	学名
<u>简称</u>		
Barnydgr	稗子	ECHINOCHLOA CRUS-GALLI, (L) BEAU
Rice Tebon	稻子	ORYZA SATIVA, (L) TEBONNET

实例 12

移植稻子的芽前除草评估

本发明化合物的选择性以下述试验为例。试验中将 2 株 10 龄稻苗移植到内径 10.5cm、重 32 盎司的容器中，容器内含 700g 沙壤土，将稻子栽培过程中主要的杂草种子载到土层 0.5~1.0cm 处。载种后，给容器灌水，水位维持在土表上 5 0.5~3.0cm，杯中已灌水的土壤表面用含有试验化合物的选择含水丙酮液处理，含药量相当于 0.016 ~ 0.25kg/lca。然后将处理过的杯子移入暖房搁架上水位维持原高度并按暖房要求护理。处理后 3~5 周，停止试验并按实例 9 中的评估系统方法测定每个杯子，所得数据如表 IV。

表 IV

移植稻子的芽前除草评估

<u>化合物名称</u>	<u>比例</u>	<u>稻子</u>	<u>稗子</u>	<u>慈菇属</u>	<u>莎草属</u>
5'-[(2- 氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四	0.250	1	9	8	9
氟-对-甲苯基) 氧基]-	0.125	1	9	6	9
1'- 甲基-螺[环丙烷-1,	0.063	1	9	4	9
3'-二氢吡啶]-2'-酮	0.032	0	9	4	9

所用植物种类

栏目 简称	俗名	学名
Pyg Arowhd	慈菇属	Sagittaria pygmaea, L.
Barnydgr	稗子	Echinochloa drus-galli (L) beau
Flatsedge	莎草属	Cyperus serotinus, Rottb.
Rice Koshi	稻子	Oryza sativa

实例 13

灌溉条件下的芽后除草评估

本发明化合物在美国南北农村常用的灌溉条件下的芽后除草活性以如下试验说明。让不同的植物在装于内径 10.5cm、重 32 盎司的塑料容器中的 700g 土壤土上生长。稻苗生长约 2 周后，用如实例 6 中所述的分散在含水丙酮的试验化合物混合液处理。处理后，将一半数量的容器灌溉，水位为超出土表 0.5 ~ 3.0cm。然后将处理的杯子移入暖房，浇水以保持原来的水位，如暖房要求护理。

处理后 3 ~ 5 周停止试验，按例 9 所提供的评估系统方法测定，所获得数据如表 V。

表 V
灌溉条件下的芽后除草评估

化合物名称	比例	灌溉		未灌溉	
		稗子	高地稻	稗子	高地稻
5'-[(2-氯- $\alpha, \alpha, \alpha, 6$ -四	0.250	4	9	5	9
氟-对-甲基-螺[环丙	0.125	4	9	4	8
烷]-1,3'-二氢吡啶]-	0.063	2	9	2	3
2'-酮	0.032	1	3	1	0

所用植物种类

栏目

俗名

学名

简称

Barnydgr

稗子

Echinochloa crus-galli
(L) Beau

Upland Rice

高地稻
子

oryza sativa, L.