

Цей винахід відноситься до сполук, які мають фунгіцидну активність, їх одержанню та проміжних сполук для їх одержання.

В першому аспекті винахід відноситься до застосування сполук формули I та їх солей як фітопатогенних фунгіцидів.



де: A^1 є заміщеним 2-піридилем;

A^2 є необов'язково заміщеним фенілом;

L є $-(C=O)-$; $-SO_2-$ або $-(C=S)-$;

R^1 є воднем, необов'язково заміщеним алкілом або ацилом, і

R^2 є воднем або необов'язково заміщеним алкілом.

Радикал 2-піридил (A^1) може мати до чотирьох замісників, переважно до двох, які можуть бути однаковими або різними у відношенні один до одного. Переважно, замісники знаходяться в 3 і/або 5 положенні радикала 2-піридил.

Переважними замісниками в радикалі 2-піридил (A^1) є галоген, гідрокси, ціано, нітро, SF_5 , триалкілсіلیل, необов'язково заміщений аміно, ацил, або радикал E, CE або SE, де E є алкілом, алкенілом, алкінілом, циклоалкілом, циклоалкенілом, фенілом або гетероциклом, кожний з яких є необов'язково заміщеним, або радикал $-C(E)=N-Q$, де Q є E, CE, SE або необов'язково заміщеним аміно; або два суміжних замісника разом з атомами, з якими вони поєднуються, утворюють необов'язково заміщене кільце, яке може включати до 3 гетероатомів. Особливо переважними замісниками є алкокси, алкіл, ціано, галоген, нітро, алкоксикарбоніл, алкілсульфініл, алкілсульфоніл та трифторметил, особливо хлор і трифторметил.

Радикал феніл, A^2 , може мати до п'яти замісників, переважно до 3, особливо до двох, які можуть бути однаковими або різними у відношенні один до одного. Переважними замісниками є ті ж, що визначені для A^1 вище. Особливо переважними замісниками є алкокси, алкіл, галоген, нітро або трифторметил.

Переважно, зв'язуючою групою L є $-(C=O)-$.

R^1 , переважно, є водородом. Коли він не є водородом, переважно, він є алкілом, необов'язково заміщеним фенілом або алкоксикарбонілом.

Більшість сполук формули I є новими. Таким чином, винахід відноситься до сполук формули I, де A^1 є радикалом 2-піридилем, що має замісники в 3 і/або 5 положенні і не в іншому положенні, R^1 і R^2 є водородом, і A^2 і L є такими, що визначено вище.

Винахід також включає будь-яку із сполук, спеціально наведених як приклади нижче.

Будь-який радикал алкіл, присутній в молекулі, переважно, складається з від 1 до 10 атомів вуглеводню, особливо від 1 до 7 атомів вуглеводню, і особливо від 1 до 5 атомів вуглеводню.

Будь-який радикал алкеніл або алкініл, присутній в молекулі, переважно, складається з від 2 до 7 атомів вуглеводню, наприклад, аліл, вініл або пропаргіл.

Будь-який радикал циклоалкіл, циклоалкеніл або циклоалкініл, присутній в молекулі, переважно, складається з від 3 до 7 атомів вуглеводню, особливо циклопропіл, циклопентил, циклогексил або циклогексеніл.

Замісники, присутні в будь-якому радикалі алкілі, алкенілі, алкінілі, циклоалкілі, , циклоалкенілі, циклоалкінілі, можуть бути, наприклад, галогеном, ціано, необов'язково заміщеним алкокси, необов'язково заміщеним алкілтіо, меркапто, гідрокси, нітро, необов'язково заміщеним аміно, ацилом, ацилокси, ацилтіо, необов'язково заміщеним фенілом, необов'язково заміщеним гетероциклілом, необов'язково заміщеним фенілтіо, необов'язково заміщеним фенокси, необов'язково заміщеним гетероциклілокси або необов'язково заміщеним гетероциклілтіо.

Переважними замісниками в будь-якому радикалі алкілі, алкенілі або алкінілі є алкокси, галогеналкокси або алкілтіо, кожний містить від 1 до 5 атомів вуглеводню; галоген або необов'язково заміщений феніл. Особливо переважним радикалом є трифторметил.

Радикали циклоалкіл, циклоалкеніл, циклоалкініл можуть бути також заміщені необов'язково заміщеним алкілом, алкінілом або алкенілом чи навпаки.

Замісники, присутні в будь-якому радикалі фенілі або гетероциклілі, переважно, є такими, як визначено вище для замісників в A^1 .

Термін гетероцикліл включає як ароматичні, так і неароматичні гетероциклічні радикали. Гетероциклічні радикали зазвичай є 5-, 6- або 7-членними кільцями, які включають до 4 гетероатомів, вибраних із азоту, кисню та сірки. Прикладами гетероциклічних радикалів є фурил, тієніл, піроліл, піролініл, піролідініл, імідазоліл, діоксоланіл, оксазоліл, тіазоліл, імідазоліл, імідазолініл, піразоліл, піразолініл, піразолідініл, ізоксазоліл, ізотіазоліл, оксадіазоліл, триазоліл, тіадіазоліл, піраніл, піридил, піперидиніл, діоксаніл, морфоліно, дитіаніл, тіоморфоліно,

піридазиніл, піримідиніл, піразиніл, піперазиніл, триазиніл, тіазолініл, бензімідазоліл, тетразоліл, бензоксазоліл, імідазопіридиніл, 1,3-бензоксазиніл, 1,3-бензотіазиніл, оксазоліпіридиніл, бензофураніл, хінолініл, хіназолініл, хіноксалініл, сульфоланіл, дигідрохіназолініл, бензотіазоліл, фталімідо, бензофураніл, азепаїніл, оксазепаїніл, і тіазепаїніл, діазепаїніл і бензодіазепаїніл.

Аміногрупи можуть бути заміщені, наприклад, одним двома радикалами E або ацилом, кожний з яких може бути однаковим чи різним, або два замісники разом з азотом, з яким вони поєднуються, можуть утворити кільце, переважно 5-7-членне кільце, яке може бути заміщене і може включати інші гетероатоми, наприклад, морфолін, тіоморфолін або піперидин. Це кільце може бути заміщеним, як у випадку A.

Термін ацил включає залишок сірку- та фосфорвмісних кислот, а також карбонових кислот. Прикладами ацильних радикалів є такі, як $-COR^{5a}$, $-COOR^{5a}$, $-CXNR^{5a}R^{6a}$, $-CON(R^{5a})OR^{6a}$, $-COONR^{5a}R^{6a}$, $-CON(R^{5a})NR^{6a}R^{7a}$, $-COSR^{5a}$, $-CSSR^{5a}$, $-S(O)_2R^{5a}$, $-S(O)_2OR^{5a}$, $-S(O)_2NR^{5a}R^{6a}$, $-P(=X)(OR^{5a})(OR^{6a})$, $-CO-COOR^{5a}$, де R^{5a} , R^{6a} і R^{7a} , які

можуть бути однаковими чи різними, є воднем, необов'язково заміщеним алкілом, необов'язково заміщеним алкенілом, необов'язково заміщеним алкінілом, необов'язково заміщеним циклоалкілом, необов'язково заміщеним циклоалкенілом, необов'язково заміщеним циклоалкінілом, необов'язково заміщеним фенілом або необов'язково заміщеним гетероциклом, або R^{5a} і R^{6a} , чи R^{6a} і R^{7a} разом з атомом(ами), з яким вони поєднуються, можуть утворити кільце, у є 1 або 2, і $X \in O$ чи S .

У випадку, коли фенільний або алкільний радикали заміщені, замісники в цих радикалах є такими, як визначено вище.

В переважних сполуках за винаходом

A^1 є одно- чи двозаміщеним радикалом 2-піридиллом, заміщеним хлором і/або трифторметилом у 3 і/або 5 положенні, наприклад 2-(5-хлор-3-трифторметил)-піридил;

L є $-C(=O)-$ і

R^1 є воднем або алкілом, наприклад метилом і особливо воднем, і

R^2 є воднем, алкілом (наприклад, метилом), бензилом або алкоксикарбонілом (наприклад, етоксикарбонілом) і особливо воднем.

Особливо переважними замісниками в A^2 фенілі є галогени.

Сполуки за винаходом мають активність фунгіцидів, особливо проти грибкових захворювань рослин, наприклад мучнистої роси й особливо справжньої мучнистої роси зернових (*Erysiphe graminis*) та удаваної мучнистої роси винограду (*Plasmopara viticola*), пірикуляріозу рису (*Pyricularia oryzae*), очкової плямистості злакових (*Pseudocercospora herpotrichoides*), гнилі рису (*Pellicularia sasakii*), сірої плісені (*Botrytis cinerea*), чорної ніжки (*Rhizoctonia solani*), бурої іржі пшениці (*Puccinia recondita*), пізньої гнилі томатів або картоплі (*Phytophthora infestans*), парші яблуні (*Venturia inaequalis*), плямистості колоскової луски (*Leptosphaeria nodorum*). Інші гриби, проти яких можуть бути ефективними сполуки, включають інші справжні мучнисті роси, інші іржі та широко вживані патогени походження Deuteromycete, Ascomycete, Phycomycete і Basidiomycete.

Винахід, таким чином, також відноситься до способу боротьби з грибами в зараженому чи підвладному зараженню ними вогнищі, який включає нанесення у вогнище сполуки формули I.

Винахід також відноситься до композиції, що використовується в сільському господарстві, яка включає сполуку формули I в суміші з прийнятним для сільського господарства розріджувачем чи носієм.

Композиція по винаході може, звичайно, включати більш ніж одну сполуку по винаході.

Крім того, композиція може включати один або більше додаткових активних інгредієнтів, наприклад, сполуки, відомі як такі, що мають регулюючі рост рослин, гербіцидні, фунгіцидні, інсектицидні або акарицидні властивості. Альтернативно, сполуку по винаході можна використовувати у послідовності з іншим активним інгредієнтом.

Розріджувач або носій в композиції по винаході може бути твердим або рідким необов'язково в сполученні з поверхнево-активною речовиною, наприклад, диспергуючим агентом, емульгатором або зволожувачем. Придатні поверхнево-активні речовини включають аніонні сполуки такі, як карбоксилат, наприклад, сіль жирної карбонової кислоти з довгим ланцюгом з металом; N-ацилсаркозинат; моно- і діефіри фосфорної кислоти та етоксилатів жирних спиртів або солі таких ефірів; сульфати жирних спиртів такі, як додецилсульфат натрію, октадецилсульфат натрію або цетилсульфат натрію; етоксильовані сульфати алкілфенолів; лігнінсульфонати; сульфонати нафтопродуктів; алкіл-арилсульфонати такі, як алкілбензолсульфонати або нижчі алкілнафталінсульфонати, наприклад, бутил-нафталінсульфат; солі сульфованих нафталінформальдегідних конденсатів; солі сульфованих фенолформальдегідних конденсатів; або більш складні сульфонали такі, як амідні сульфонатів, наприклад, сульфований продукт конденсації олеїнової кислоти та N-метилтаурину або діалкілсульфосукцинати, наприклад, натрієва сіль сульфонату діоктилсукцинату. Неіонні агенти включають продукти конденсації ефірів жирних кислот, жирних спиртів, амідів жирних кислот або алкіл-чи алкеніламінованих жирних фенолів з окисом етилену, жирні складні ефіри багатоатомних неповних спиртових ефірів, наприклад, сорбітанові ефіри жирних кислот, продукти конденсації таких ефірів з окисом етилену, наприклад, поліоксиетиленсорбітанові ефіри жирних кислот, блоксополімери окису етилену та окису пропілену, ацетиленгліколі такі, як 2,4,7,9-тетраметил-5-децин-4,7-діол або етоксильовані ацетиленгліколі.

Приклади катіонних поверхнево-активних речовин включають, наприклад, аліфатичний моно-, ди- або поліамін такий, як ацетат, нафтенат або олеат; кисеньвмісний амін такий, як окис аміну чи поліоксиетиленалкіламін; зв'язаний з амідом амін, одержаний конденсацією карбонової кислоти з ди- або поліаміном; сіль четвертичного амонію.

Композиції по винаході можуть мати будь-яку форму, відому в цій області для включення агрохімікатів, наприклад, розчин, дисперсія, водна емульсія, порошок, що опудрює, покриття для насіння, фумігант, димова завіса, порошок, що диспергується, конденсат, що емульгується або гранули. Крім того, вона може знаходитись у формі, придатній для безпосереднього застосування або у вигляді концентрату чи вихідної композиції, яку необхідно розбавити прийнятною кількістю води чи іншого розріджувача перед застосуванням.

Концентрат, що емульгується, включає сполуку по винаході, розчинну у розчиннику, що не змішується з водою, який перетворюється в емульсію з водою в присутності емульгатора.

Порошок, що опудрює, включає сполуку по винаході однорідно змішану та подрібнену з твердим порошкоподібним розріджувачем, наприклад, каоліном.

Твердий гранулят включає сполуку по винаході, зв'язану з розріджувачем, подібним тим, які можна використовувати в порошках, що опудрюють, але суміш гранульована відомими способами.

Альтернативно, вона включає активний інгредієнт, абсорбований на розчиннику перед гранулюванням, наприклад, на землі Фуллера, аттапульгіті, дрібних частинках вапняку.

Порошки, що змочуються, гранули або зерна звичайні; включають активний інгредієнт в суміші з придатною поверхнево-активною речовиною або інертним порошкоподібним розріджувачем; таким, як каолін.

Іншим придатним концентратом є текуча суспензія-концентрат, яка утворюється при розтиранні сполуки з

водою або іншою рідиною, зволожувачем та суспендуєчим агентом.

Концентрація активного інгредієнта в композиції по даному винаході, що використовується для обробки рослин, переважно, знаходиться в інтервалі від 0,0001 до 1,0% по масі, особливо від 0,0001 до 0,01% по масі. У вихідній композиції кількість активного інгредієнта може коливатися в широких межах і може складати, наприклад, від 5 до 95% від масі композиції.

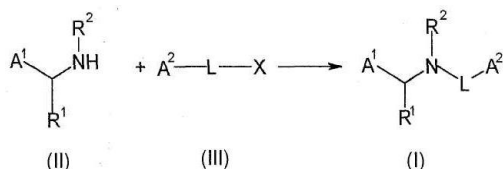
В способі по винаході сполуку зазвичай наносять на насіння, рослини або середовище їх розповсюдження. Таким чином, сполуку можна безпосередньо вносити у ґрунт перед, в час або після сівби так, що активний компонент, який знаходиться у ґрунті, може контролювати ріст грибів, які поражають насіння. Коли безпосередньо обробляється ґрунт, активну сполуку можна наносити будь-яким способом, який дозволяє їй бути однорідно змішаною з ґрунтом, а саме, обприскування, розсіювання урзкид твердої форми гранул або застосуванням активного інгредієнта одночасно з сівбою при внесенні його в ту ж сіялку, що й насіння. Придатна норма розходу знаходиться у межах від 5 до 1000г на гектар, більш переважно, від 10 до 500г на гектар.

Альтернативно, активну сполуку можна наносити безпосередньо на рослину шляхом, наприклад, обприскування або обпудрювання, в період появи гриба на рослині чи перед його появою, як профілактична міра. В обох випадках переважним способом нанесення є обприскування листя. Зазвичай важливо одержати гарний захист від грибів на ранній стадії росту рослин, оскільки він є періодом, коли рослина може найбільш сильно пошкодитися. Розчин для обприскування або дуст зазвичай може містити гербіцид перед або після появи сходів, якщо це необхідно. Інколи, на практиці корені рослини обробляють до або в час висадки, наприклад, при опусканні коріння в придатну рідку або тверду композицію. Коли активна сполука наноситься безпосередньо на рослину, придатна норма розходу складає від 0,025 до 5кг на гектар, переважно, від 0,05 до 1кг на гектар.

Крім того, сполуки по винаході можна наносити на рослини або їх частини, які генетично модифікувались з проявом такої властивості, як резистентність до фунгіцидів, інсектицидів і/або гербіцидів.

Сполуки формули I можна одержати взаємодією сполуки формули II або її гідрохлориду з сполукою формули III по схемі I, де X є групою, що пішла, такою, як галоген. Коли L є $-(C=O)-$ або SO_2- , переважні реакційні умови включають перемішування II з відповідним бензоїл- або сульфонілхлоридом в присутності триетиламіну.

Схема I



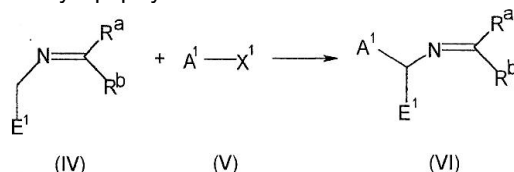
Сполуки формули I, де R^1 є необов'язково заміщеним алкілом, можна одержати алкілуванням відомим способом сполук формули I, де R^2 є воднем.

Сполуки формули III відомі або їх можна одержати відомим способом.

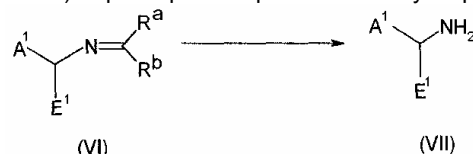
Деякі проміжні сполуки нижченаведеної формули IIa є відомими, тобто сполуками загальної формули II, де R^1 і R^2 є воднем. Однак в даній області не відомий препаративний спосіб, який дозволяє одержати з високим виходом сполуки формули IIa. В даний момент розроблено такий спосіб.

Таким чином, даний винахід відноситься до способу одержання сполук формули IIa, що включає стадії:

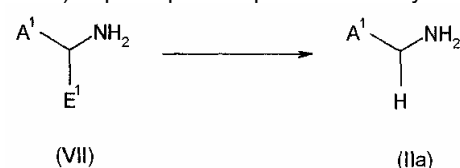
а) взаємодію в лужних умовах сполуки формули IV з сполукою формули V для одержання проміжних сполук формули VI



б) перетворення проміжної сполуки формули VI в проміжну сполуку формули VII



в) перетворення проміжної сполуки формули VII в сполуку формули IIa



де R^1 і R^2 , які можуть бути однаковими або різними, є алкілом, алкенілом, алкінілом, циклоалкілом, циклоалкенілом, гетероциклілом або фенілом, кожний з яких може бути заміщеним (переважно, необов'язково заміщеним фенілом) або воднем;

E^1 є як групою-акцептором електронів, так і групою, яка може заміщатися воднем з використанням

методики, відомої кваліфікованому хіміку по стадії с) (переважно, карбоксильною групою);

X¹ є відхідною групою (переважно, галогеном); і

A¹ і R¹ є, як визначено вище.

Переважні лужні умови для стадії а) включають реакцію з гідридом, алкоголятом або карбонатом лужного металу.

Переважні реакційні умови для стадії b) включають обробку розбавленою кислотою, зокрема, розбавленою соляною кислотою.

Коли E¹ є карбоксильною групою або карбоксиефірною групою, придатні реакційні умови для декарбоксилювання [стадія с)] відомі кваліфікованому хіміку. Переважні умови декарбоксилювання включають нагрівання сполуки VII з розбавленою водною соляною кислотою.

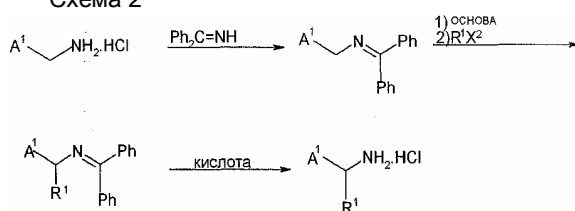
Сполуки формули IV відомі або їх можна одержати відомим способом.

Проміжні сполуки VI і VII можна виділити. В альтернативному випадку їх можна одержати *in situ* і наступна реакційна стадія здійснюється без їх виділення або очистки. Переважно, одержувати проміжну сполуку VI *in situ*, в той час, як проміжну сполуку VII переважно виділяти.

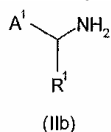
В цьому описі, якщо по контексту не вимагається інакше, слово "включають" або його варіації такі, як "включає" або "той, що включає", слід розуміти, що означає включення вказаного дещо цілого, але не виключення будь-якого іншого дещо цілого, включаючи стадії способу.

Гідрохлорид сполук формули IIb, тобто сполук загальної формули II, де R¹ є необов'язково заміщеним алкілом, і R² є воднем, можна одержати по реакційній схемі 2. X¹ є групою, що пішла, такою, як бром, і основа переважно є трет-бутилатом калію. Переважними реакційними умовами для перетворення гідрохлориду IIb є обробка розбавленою соляною кислотою.

Схема 2



Багато із сполук формули IIb та їх гідрохлориди є новими. Таким чином, даний винахід також відноситься до сполуки формули IIb і її солі



де A¹ має значення, визначені вище, і R¹ є необов'язково заміщеним алкілом.

Радикал 2-піридил (A²) може мати до чотирьох замісників, переважно до двох, які можуть бути однаковими або різними у відношенні один до одного. Переважно, замісники знаходяться в 3 і/або 5 положенні радикала 2-піридила.

У випадку заміщення переважними замісниками в радикалі 2-піридилі (A¹ у формулі IIb є галоген, гідрокси, ціано, нітро, SF₅, триалкілсілil, необов'язково заміщений аміно, ацил або радикал E, CE або SE, де E є алкілом, алкенілом, алкінілом, циклоалкілом, циклоалкенілом, фенілом або гетероциклілом, кожний з яких є необов'язково заміщеним, або радикал -C(E)=N-Q, де Q є E, CE, SE або необов'язково заміщеним аміно; або два суміжних замісника разом з атомами, з якими вони поєднуються, утворюють необов'язково заміщене кільце, яке може містити до 3 гетероатомів. Особливо переважними замісниками є алкокси, алкіл, галоген, нітро та трифторметил, зокрема, хлор і трифторметил.

Переважно, A¹ є одно- або двозаміщеним радикалом 2-піридилом, заміщеним хлором і/або трифторметилом.

Винахід ілюструється наступними прикладами. Структури виділених нових сполук були досліджені ЯМР і/або іншими відповідними аналізами.

Приклад 1

N-[(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метил]-α,α,α-трифтор-о-толуамід (сполука 1)

Розчин (3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метиламіну (0,35г) в сухому ефірі (2мл) добавили до розчину 2-трифторметилбензоїлхлориду (0,39г) і триетиламіну (0,27мл) в сухому ефірі (5мл), і суміш перемішували протягом ночі. Добавили воду (20мл) та етилацетат (10мл) і органічну фазу відділили та промили водним розчином бікарбонату натрію, висушили та випарили при пониженому тиску. Залишок очистили хроматографією на силікагелі, одержуючи продукт, вказаний у заголовку, т.пл. 127-130°C.

Приклад 2

N-[(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метил]-N-метил-2,6-дихлорбензамід (сполука 63)

Гідрид натрію (0,07г 60% дисперсії в маслі) добавили при перемішуванні до розчину сполуки 21 (дивись в таблиці нижче) в сухому тетрагідрофурані в атмосфері азоту при кімнатній температурі. Суміш нагріли до 30°C і через 10 хвилин її перемішували при кімнатній температурі протягом 30 хвилин. Добавили метил йодид (0,12мл) і суміш перемішували при кімнатній температурі протягом ночі. Суміш гасили прикапуванням розчину метанола в тетрагідрофурані, потім води. Тетрагідрофуран видаляли відгонкою при пониженому тиску і залишок розподілили між водою та ефіром. Водний шар екстрагували двічі ефіром і об'єднані екстракти промили водою а потім розсолон і висушили. Екстракт випарили при пониженому тиску, одержуючи продукт, вказаний в заголовку, т. пл. 83-84°C.

Приклад 3

N-[(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метил]-2,6-дихлорбензамід (сполука 59)

До розчину продукту, що перемішується, із стадії b) (див. нижче) 0,30г і триетиламіну (0,4мл) в тетрагідрофурани (5мл) прикапували 2,6-дихлорбензоїлхлорид (0,2мл) при кімнатній температурі і перемішували продовжували протягом 12 годин. Реакційну суміш концентрували, добавляли воду (10мл) і суміш перемішували протягом 15 хвилин. Суміш відфільтрували і одержану тверду речовину промили водою, а потім петролейним ефіром (т.кип. 40-60°C). Тверду речовину перекристалізовували з діізопропілового ефіру, одержуючи продукт, вказаний у заголовку, т. пл. 161-165°C.

Одержання вихідних речовин.

а) Етил 2-(3,5-дихлор-2-піридил)гліцинат

До розчину гідриду натрію, що перемішується, (0,445г) в сухому диметилформаміді (4мл) при 0°C добавили етил N-(дифенілметил)гліцинат (1,485г) в сухому диметилформаміді (3мл) і перемішували продовжували протягом 20 хвилин. Потім протягом 10 хвилин при 5°C прикапували 2,3,5-трихлорпіридин (1,58г) в сухому диметилформаміді (4мл) і реакційну суміш перемішували протягом 2 годин при кімнатній температурі. Добавили 2М соляну кислоту (25мл) і перемішували продовжували протягом 2 годин. Розчин промили діетиловим ефіром і шари розділили. Водну фазу нейтралізували насиченим водним розчином бікарбонату натрію і екстрагували етилацетатом. Об'єднані етилацетатні шари промили розсолон (x2), висушили (MgSO₄), відфільтрували і розчинник видалили, зоставив залишок, який очистили хроматографією на силікагелі, елюючи етилацетатом/петролейним ефіром (40-60°C), одержуючи продукт, вказаний під а).

б) (3,5-дихлор-2-піридил)метиламін гідрохлорид

Суміш продукту із стадії а) (0,24г) і 3М соляної кислоти (20мл) нагрівали із зворотнім холодильником протягом 4 годин. Після охолодження суміш промили діетиловим ефіром і шари розділили. Воду видалили із водної фази азеотропною перегонкою з толуолом (x3), одержуючи продукт, вказаний під б).

Приклад 4

N-[3-хлор-5-трифторметил-2-піридил]-2-фенілетил]-2,6-дихлорбензамід (сполука 83)

До розчину продукту стадії с) (див. нижче) (0,31г) в дихлорметані (10мл) добавили триетиламін (0,28мл), потім 2,6-дихлорбензоїлхлорид (0,15мл). Суміш перемішували при кімнатній температурі протягом 1,5 години і потім випарили досуху. Добавили діетиловий ефір (20мл) і розчин промили 2М соляною кислотою (10мл), потім водою (10мл). Органічний шар відділили, висушили (MgSO₄) і розчинник видалили. Залишок очистили хроматографією на силікагелі [петролейний ефір (т.кип. 40-60°C) [діетиловий ефір (1:1)], одержуючи сполуку 83 у вигляді твердої речовини, т.пл. 164-168°C.

Одержання вихідних речовин

N-[(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)-2-метил]-бензофенонімін

До розчину бензофеноніміну (1,67мл) в сухому дихлорметані (25мл) при 10°C добавили (3-хлор-5-трифторметил-2-піридил) метиламін гідрохлорид (2,47г). Розчин перемішували при кімнатній температурі протягом 3 годин і потім відфільтровували. Фільтрат випарили досуху і очистили хроматографією на силікагелі [петролейний ефір/діетиловий ефір (4:1)], одержуючи продукт, вказаний під а).

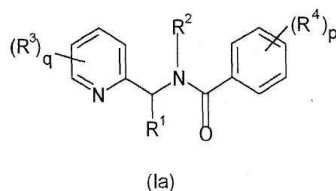
б) N-[1-(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)-2-фенілетил]-бензофенонімін

До розчину трет-бутилату калію (0,33г) в тетрагідрофурани (5мл) при -60°C добавили продукт стадії а) в тетрагідрофурани (10мл). Після перемішування при -60°C протягом 10 хвилин, прикапували бензилбромід (0,36мл) в сухому тетрагідрофурани (20мл) при -50°C. Розчину дали нагрітись до кімнатної температури і перемішували продовжували на протязі ночі. Суміш випарили досуху і добавили діетиловий ефір (35мл) та оцтову кислоту (2мл). Суміш промили водою (3x10мл) і фази розділили. Органічну фазу висушили (MgSO₄) і розчинник видалили, одержуючи продукт, вказаний під б).

с) 1-(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)-2-фенілетиламін гідрохлорид

До розчину продукту стадії б) (1,29г) в діетиловому ефірі (5мл) добавили 1М соляну кислоту (10мл) при кімнатній температурі і розчин перемішували при кімнатній температурі на протязі 2 годин. Суміш відфільтровували для одержання твердої речовини, яку промили водою (15мл), потім ефіром (15мл). Після висушування у вакуумі одержували продукт, вказаний під с). Воду видалили із водної фази азеотропною перегонкою з толуолом (x3), одержуючи додаткову кількість необхідного продукту.

Аналогічно одному із попередніх прикладів одержали такі сполуки загальної формули Ia. Таблиця включає сполуки, описані в попередніх прикладах.



Таблиця 1

Сполука	R ¹	R ²	(R ⁴) _p	т. пл (°)
1	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 2-CF ₃	127-30
2	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 2-сукцинімід	173-4
3	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 3-Br	88
4	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 3,5-Cl ₂	138-9
5	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 3,4-Cl ₂	147-50
6	H	H	3-Cl, 5-CF ₃ 2,5-Cl ₂	123

7	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-Cl ₂	128
8	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-Cl ₂	146-7
9	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-(OMe)	166
10	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-OPr ¹	98-100
11	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OCOMe	100-4
12	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Bu [†]	139-41
13	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂	137-40
14	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-F ₂	152-4
15	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-F ₂	135
16	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Cl	108-10
17	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-Me ₂	158
18	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F	116-7
19	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me	135-6
20	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br	масло
21	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	130-3
22	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Ome	140-4
23	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl	77-80
24	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	-	98-100
25	H	H	5-CF ₃	2,6-Cl ₂	152-3
26	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Me ₂	123
27	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-F ₂	88-91
28	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,6-Me ₃	146-9
29	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-(CH) ₄	138-140
30	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl-4-F	111-3
31	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl-6-F	152-3
32	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,6-F ₃	126-8
33	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3,6-F ₃	129
34	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-(OMe) ₂	151
35	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OCF ₃	89-90
36	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-CF ₃	133-4
37	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 4-NO ₂	147-9
38	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Ph	146-8
39	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F, 6-CF ₃	118-120
40	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F, 3-CF ₃	102-5
41	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-F, 6-CF ₃	134-6
42	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-F, 2-CF ₃	100-3
43	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	F ₅	99-101
44	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-I	118-9
45	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br, 5-OMe	122-5
46	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-(CF ₃) ₂	напівтвердий
47	H	Me	5-CF ₃	2,6-Cl ₂	89-94
48	H	Et	5-CF ₃	2,6-Cl ₂	82-3
49	H	H	5-CF ₃	2-Cl	91-3
50	H	H	5-CF ₃	2-F	64-6
51	H	H	5-CF ₃	2-OMe	86-9
52	H	H	5-CF ₃	2-CF ₃	128-13
53	H	H	5-CF ₃	2-NO ₂	124-6
54	H	H	5-CF ₃	2,6-F ₂	122-4
55	H	H	5-CF ₃	2,3-Me ₂	103-6
56	H	H	5-CF ₃	4-Cl	107-10
57	H	H	5-CF ₃	2-Br	116-9
58	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,6-Cl ₃	152-3
59	H	H	3,5-Cl ₂	2,6-Cl ₂	161-5
60	H	H	5-Cl	2,6-Cl ₂	129-32
61	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-NMe ₂	143-4
62	H	H	5-Cl	2-NO ₂	129-32
63	H	Me	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	83-4
64	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 4-Me	138-9
65	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OPh	97-9
66	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-Br	144-6

67	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 3-Cl	118-9
68	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 5-Cl	143-4
69	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F, 6-I	133-5
70	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-SMe	116-7
71	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3,5,6-F ₄	112-4
72	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Ph	117-8
73	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F, 3-Me	120-1
74	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me, 5-Br	107-8
75	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 5-Br	119-20
76	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OMe, 5-Cl	181-2
77	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 5-NO ₂	143-4
78	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 5-SMe	94-5
79	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OEt	167-8
80	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OCH ₂ Ph	134-5
81	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OMe, 4-SMe	162-3
82	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me, 5-NO ₂	129-30
83	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	164-8
84	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂	147-9
85	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	115-8
86	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂	масло
87	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-F	112-6
88	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-Me, 5-NO ₂	масло
89	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Me, 5-NO ₂	152
90	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,5-(OMe) ₂	165
91	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-(OMe) ₂	117
92	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OMe, 4-Cl	200
93	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,5-(OMe) ₃	184
94	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,5-(CF ₃) ₂	101
95	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 4-Cl	116
96	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3,4-(OMe) ₃	125
97	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,5-(CF ₃) ₃	112
98	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 3-OMe	149
99	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-(NO ₂) ₂	152
100	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,5-Br ₂	136
101	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 5-OMe	масло
102	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br, 3-NO ₂	148
103	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 4-CF ₃	138
104	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br, 5-NO ₂	151
105	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-OPr	122
106	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-(1-піроліл)	масло
107	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br, 5-Cl	138
108	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-[(2-CN-феніл)тіо]	масло
109	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-CN	134
110	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-NO ₂ , 4,5-(OMe) ₂	143-4
111	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Me	137-8
112	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-OMe	148-9
113	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-CF ₃	120-1
114	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-NO ₂	115-6
115	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-NO ₂	114-5
116	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-F	78-9
117	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-NO ₂ , 4-Cl	127-8
118	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3,4-Me ₂	128-9
119	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-Cl, 4-OMe	122-3
120	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-CN	108-10
121	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-CN	122-3
122	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-CN, 4-OMe	116-7
123	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-бензилокси	Масло
124	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-фенокси	71-2
125	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-F	123-4
126	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl	99

127	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-Me ₂	124
128	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br	113
129	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-Br	105
130	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-CF ₃	100
131	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,6-F ₃	121
132	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-I	129
133	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F	Напівтвердий
134	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl	136
135	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-F ₂	111
136	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-F ₂	102
137	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-CF ₃ , 5-F	100
138	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-CF ₃ , 2-F	Масло
139	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me	89
140	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-NO ₂	133
141	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl	161
142	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3-Me ₂	173
143	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Br	157
144	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-Br	169
145	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-CF ₃	166
146	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4,6-F ₃	154
147	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-I	174
148	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F	127
149	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Cl	197
150	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-F ₂	153
151	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-F ₂	129
152	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-F, 3-CF ₃	147
153	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	3-F, 6-CF ₃	182
154	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me	176
155	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-NO ₂	197
156	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	-	199
157	бензил	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-F	189
158	H	H	3-CF ₃	2-NO ₂	129-36
159	H	H	3-CF ₃	2-Br	95-8
160	H	H	3-CF ₃	2-Cl	108-10
161	H	H	3-CF ₃	2-CF ₃	110-15
162	H	H	3-CF ₃	2-I	126-36
163	H	H	3-CF ₃	2-Cl, 6-F	161-2
164	H	H	3-CF ₃	2,6-F ₂	142-6
165	H	H	3-CF ₃	2,6-(OMe) ₂	128-9
166	H	H	3-CF ₃	2-CF ₃ , 5-F	128-9
167	H	H	3-CF ₃	2,4,6-Cl ₃	181-4
168	H	H	3-CF ₃	2,3,6-F ₃	127-9
169	H	H	3-CF ₃	2-Br, 6-Cl	169-70
170	H	H	3-CF ₃	2,6-Cl ₂	169-71
171	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Me, 6-NO ₂	164-5
172	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-(OMe), 3-Cl	177-8
173	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-(OMe) ₂ , 3-NO ₂	184-5
174	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,3,5-Cl ₃ , 6-OH	300-10
175	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂ , 3-OH	96-8
176	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-OH	116-8
177	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	-	110
178	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-MeO	146
179	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	3,5-Cl ₂	157
180	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-Cl ₂	масло
181	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-MeS	139-142
182	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-CH ₂ Cl	92-3
183	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2(2-Br-h)CH ₂ S	масло
184	Et	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	113-6
185	Et	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-F	116-8
186	Et	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Cl	90-2

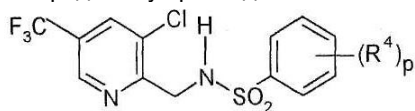
187	Et	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-F	78-80
188	Pr	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	121-3
189	Pr	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-F	110-2
190	Pr	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Cl	88-90
191	Pr	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-F	113-5
192	Pr	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-Cl ₂	масло
193	Pr ¹	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-Cl ₂	148-52
194	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-BuO	100-3
195	H	H	5-ціано	2,6-Cl ₂	176-8
196	H	H	5-ціано	2-Cl, 6-F	171-3
197	H	H	5-ціано	2-Br, 6-Cl	159-61
198	H	H	5-ціано	2-NO ₂	151-3
199	H	H	5-ціано	4-Cl	116-8
200	H	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-фталімідо	173-4
201	Me	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-BuO	94-5
202	H	H	5-OCOMe	2,6-Cl ₂	153-4
203	H	H	5-OCOMe	2-Cl, 6-F	137-8
204	H	H	5-OCOMe	2-Br, 6-Cl	158-9
205	H	H	5-OCOMe	2-I	144-5
206	H	H	5-OCOEt	2,6-Cl ₂	98-100
207	H	H	5-OCOEt	2-Br, 6-Cl	96-8
208	H	H	5-OCOEt	2-Cl, 6-F	97-9
209	H	H	5-OCOEt	4-Cl	112-4
210	H	H	5-OCOEt	2-Cl	84-7
211	H	H	5-OCOEt	2-NO ₂	85-9
212	H	H	5-OSO ₂ Me	2,6-Cl ₂	132-3
213	H	H	6-OH	2,6-Cl ₂	269-70
214	H	H	6-Me-3-OSO ₂ Me	2,6-Cl ₂	185-8
215	H	H	6-Cl	2,6-Cl ₂	139-41
216	H	H	4-Cl	2,6-Cl ₂	156-7
217	Pr ¹	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	135-7
218	NC-CH ₂	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,6-Cl ₂	160-3
219	NC-CH ₂	H	3-Cl, 5-CF ₃	2-Cl, 6-F	155-6
221	NC-CH ₂	H	3-Cl, 5-CF ₃	4-Cl	118-9
222	NC-CH ₂	H	3-Cl, 5-CF ₃	3,5-Cl ₂	122-4
223	NC-CH ₂	H	3-Cl, 5-CF ₃	2,4-Cl ₂	110-2

Приклад 5

N-[1-(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)]-2,4-дихлорбензолсульфонамід (сполука 501)

Триетиламін (0,28мл) добавили до суспензії (3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метиламіну гідрохлориду (0,25г) в тетрагідрофурані (6мл). Через 15 хвилин білу суспензію відфільтрували і промили тетрагідрофураном. Фільтрат та промивні води добавили до 2,4-дихлорбензолсульфонілхлориду (0,25г) і суміш перемішували протягом ночі при кімнатній температурі, добавили воду і перемішували протягом 30 хвилин. Зібрали білу тверду речовину з т.пл. 125-126°C (сполука 501).

Подібним чином одержали такі сполуки загальної формули Ia. Таблиця включає сполуку, описану у попередньому прикладі.



(Ia)

Таблиця 2

Сполука	(R ⁴) _p	Т.пл. (°C)
501	2,4-Cl ₂	125-6
502	4-Me	113-4
503	2-Cl	114-5
504	2-Cl, 4-F	99-101
505	2-F	126-8
506	2,3-N=CH-CH=CH	145-6

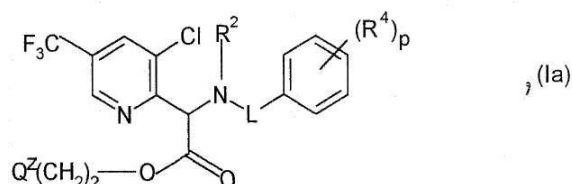
507	2-CN	154-7
508	2-Br	134-6
509	2,6-Cl ₂	160-1
510	2,5-(OMe) ₂	119-23
511	2,6-F ₂	141-3
512	2-Cl-6-Me	170-2
513	2-NO ₂	116-8
514	6-Me-3-NO ₂	113-5
515	2,3-CH=CH-CH=CH	94-5
516	2,4-F ₂	93-5
517	2,5-Cl ₂	92-3
518	3,4-Cl ₂	117-8
519	5-Cl-2-MeO	94-5
520	2,4,6-Cl ₃	137-9
521	4-Cl-2, -5-Me ₂	130-2
522	2,4-Cl ₂ -5-Me	155-7
523	4-Cl	132-3
524	2,3-Cl ₂	104-6
525	2-CF ₃	102-4
526	-	99-100
527	3-PhO	88-9
528	3,4-(OMe) ₂	126-7
529	3,5-Cl ₂	125-7
530	5-F-2-Me	88-9

Приклад 6

2-(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)1-N-(3,4-диметоксибензоіл)гліцинат (сполука 601)

Триетиамін (0,28мл) добавили до розчину етил 2-(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил) гліцинату (1г, приготованого аналогічно вихідній речовині по прикладу 3) в диметилформаміді (10мл) при перемішуванні, потім 3,4-диметоксибензоїлхлорид (0,70г). Суміш перемішували протягом 45 хвилин і випарили. Залишок екстрагували етилацетатом і екстракти випарили, одержуючи потрібний продукт, т.пл. 40-43°C (сполука 601).

Аналогічно одержали такі сполуки в таблиці 3 загальної формули Іс. Таблиця включає сполуку, описану в попередньому прикладі.



Таблиця 3

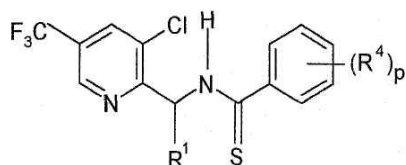
Сполука	Q ^Z	R ^Z	L	(R ⁴) _p	Т.пл.(°)
601	H	H	-C(=O)-	3,4-Me ₂	40-3
602	H	бензил	-C(=O)-	4-MeO	116-9
603	H	H	-C(=O)-	2,4-Cl ₂	107-10
604	H	H	-SO ₂ -	3,4-Cl ₂	89-92
605	H	H	-C(=O)-	-	масло
606	H	H	-C(=O)-	2-Me	масло
607	H	H	-C(=O)-	4-MeO	91-4
608	H	H	-C(=O)-	3-NO ₂	масло
609	H	H	-C(=O)-	4-трет-бутил	масло
610	H	H	-C(=O)-	2-CF ₃	масло
611	H	H	-C(=O)-	2,6-Cl ₂	масло
612	H	H	-SO ₂ -	3-CF ₃	74-6
613	H	H	-C(=O)-	2-F	масло
614	H	H	-C(=O)-	2-Cl	масло
615	H	H	-C(=O)-	3-Br	62-4
616	H	H	-SO ₂ -	2,5-Cl ₂	масло
617	H	етил	-C(=O)-	-	масло
618	H	етил	-C(=O)-	2-Cl	масло
619	H	етил	-C(=O)-	3-NO ₂	масло
620	H	етил	-C(=O)-	4-MeO	масло
621	H	H	-C(=O)-	2-Br	155-6
622	H	H	-C(=O)-	3,4-(OMe) ₂	40-3
623	H	бензил	-C(=O)-	4-MeO	116-9

Приклад 7

N-[(3-хлор-5-трифторметил-2-піридил)метил]-2-хлорбензолтіоамід (сполука 701)

Розчин сполуки 23 (3,84г) і реактив Лавессона (4,45г) в толуолі (50мл) нагрівали при 80°C протягом 1 години. Суміш очищали хроматографією на силікагелі, одержуючи вказану в заголовку сполуку, т.пл. 102-103°C.

Подібним чином одержали такі сполуки. Таблиця включає сполуку, описану в попередньому прикладі.



Таблиця 4

Сполука	R ¹	(R ⁴)	Т.пл.(°C)
701	H	2-Cl	102-5
702	H	4-Me	97-9
703	H	3-Me	72-5
704	H	2-MeO	172-5
705	H	3-MeO	86-8
706	H	4-MeO	107-9
707	H	3-Cl	92-5
708	H	4-Cl	123-5
709	H	4-Me ₂ N	145-7
710	H	3-EtO	62-4
711	H	4-EtO	115-8
712	H	3-NO ₂	108-9
713	H	4-трет-бутил	88-91
714	H	4-NO ₂	190-2
715	H	4-PrO	95-8
716	H	4-Pr'O	86-8
717	H	3-Cl, 4-MeO	147-9
718	H	3-BuO	масло
719	H	3-Cl, 4-Me ₂ N	107-9
720	H	4-Br	122-4
721	H	3,4,5-(OMe) ₃	132-3
722	Me	3-Me	119-21
723	Me	3-MeO	107-8
724	Me	4-MeO	122-3
725	Me	2-Cl	114-5
726	Me	3-Cl	112-5
727	Me	4-Cl	127-9
728	Me	3-EtO	100-1
729	Me	4-EtO	101-4
730	Me	3-NO ₂	117-9
731	Me	4-трет-бутил	112-4
732	Me	4-NO ₂	246-8
733	Me	4-PrO	97-8
734	Me	4-Pr'O	92-3
735	Me	3-Cl, 4-MeO	103-5
736	Me	3-BuO	73-6
737	Me	3-Cl, 4-Me ₂ N	85-8
738	Me	4-Br	140-2
739	Me	3,4,5-(OMe) ₃	118-120
740	H	2-Me	101-4
741	H	2,3-CH=CH-CH=CH-	154-6
742	H	4-BuO	76-80
743	H	4-PhCH ₂ O-	110-4
744	Me	4-Me	134-5
745	Me	2-MeO	109-12
746	Me	4-Me ₂ N	177-80
747	Me	2,3-CH=CH-CH=CH-	123-5
748	Me	4-BuO	100-3
749	Me	4-PhCH ₂ O-	132-4

Приклад досліджень

Сполуки оцінили на ефективність проти одного чи більш з наступного:

Phytophthora infestans: пізньої гнилі

Plasmopara viticola: удаваної мучнистої роси винограду

Erysiphe graminis f.sp.tritici: справжньої мучнистої роси пшениці

Pyricularia oryzae: пирикуляріозу риса

Leptosphaeria nodorum: п'ятнистості колоскової луски

Botrytis cinerea: сірої плісені.

Водний розчин сполуки бажаної концентрації, який включає зволожувач, нанесли шляхом обприскування або поливу на основу стебла дослідних рослин. Після визначеного періоду часу рослини або частини рослин заразили відповідними дослідними патогенами відповідним чином до чи після застосування сполук і видержували в умовах навколишнього середовища, що контролювались, придатних для підтримки росту рослин і розвитку захворювання. Після відповідного періоду часу візуально встановили ступінь зараження вражених частин рослин. Сполуку оцінювали в балах від 1 до 3, де 1 означає невеликий або відсутність ефекту, 2 означає середній ефект і 3 означає від гарного до повного ефекту. При концентрації 500м.д. (маса/об'єм) або менше ефект сполуки був оцінений 2 і більше балами проти вищевказаних грибів.

Phytophthora infestans

1, 3, 6, 8, 13,14, 17-21, 22, 23, 25,27, 29, 31-34, 17-46, 59, 62-64, 66, 68-71, 85, 87, 95, 98,101, 107,110,122-124, 128, 130, 132, 171, 173, 180 і 701.

Plasmopara viticola

1, 3,13, 14, 15,17-21, 22, 23, 25, 27, 29, 31-34, 37,39, 41-46, 59, 63, 64,66, 69, 71, 84, 86, 87, 102-110, 124,128, 130, 132, 150 і 171.

Erysiphe graminis f.sp.tritici

16, 25, 28, 146, 147,148, 151, 155, 156,165, 150 і 151.

Pyricularia oryzae

16, 25, 31, 38, 41, 45, 65, 89, 97, 146, 157, 169, 150, 151, 152, 156, 158 і 176.

Leptosphaeria nodorum

15, 16, 18, 22, 33, 34, 92, 63, 128, 130, 143, 149 і 150.

Botrytis cinerea

127, 130,., 134 і 139.