



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ №

000000

(19) **SU** (11) **1640954** **A 1**

(51) 5 с 07 с 225/20, А 01 N 33/08

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4751850/04

(22) 20.10.89

(71) Днепропетровский химико-технологический институт и Институт химической физики АН СССР

(72) А.В.Присяник, А.С.Москаленко, Т.В.Хохлова, Н.Ю.Кольцов, Л.И.Баранова и Р.Г.Костяновский

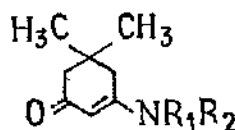
(53) 632.954:547.03 (088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР № 162003, кл. А 01 N 43/50, 1963.

(54) N-ЗАМЕЩЕННЫЕ 3-АМИНО-5,5-ДИМЕТИЛЦИКЛОГЕКС-2-ЕН-1-ОНА В КАЧЕСТВЕ СТИМУЛЯТОРОВ РОСТА ПРИ ПРОРАЩИВАНИИ СЕМЯН САХАРНОЙ СВЕКЛЫ

(57) Изобретение относится к замещенным аминам, в частности к 3-[ди-(2'-оксиэтил)-амино]- или 3-(2'-2', диметилгидразино)-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она, которые проявляют ростстимулирующую активность при обработке семян сахарной свеклы. Цель - выявление более активных соединений. Получение ведут реакцией димедона с диэтаноломином или диметилгидразином соответственно. Для соединения I: 78, 64-68. $C_{12}H_{21}NO_3$. Для II: 72, 0. 168-170. $C_{10}H_{19}N_2O$. 2 табл.

Изобретение относится к области органической химии, в частности к замещенным аминам общей формулы



где R_1 и R_2 оба обозначают группу $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ или R_1 - водород, а R_2 - группу $\text{N}(\text{CH}_3)_2$, проявляющим ростстимулирующую активность при обработке семян сахарной свеклы.

Цель изобретения - изыскание новых веществ, обладающих повышенной ростстимулирующей активностью при проращивании семян сахарной свеклы.

Пример 1. Получение 3-[ди-(2'-оксиэтил)-амино]-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат I).

14,0 г (0,1 моль) димедона растворяют в 100 мл хлороформа, добавляют 10,5 г (0,1 моль) диэтанолamina и кипятят с насадкой Дина-Старка в течение 1,5 ч до полного прекращения выделения воды. Затем отгоняют 1/3 хлороформа, реакционную массу охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают. Выход 18,0 г (78%), температура плавления 64-68°C (ярко-желтые кристаллы). Строение соединения доказано с помощью данных элементного анализа и спектра ИМР.

Элементный анализ: $C_{12}H_{21}NO_3$, мол. м. 297,30

№ SU 1640954 A1

Найдено (%): Вычислено (%):

C 63,40 C 63,41

H 9,69 H 9,31

N 9,10 N 6,16

Спектр ПМР (спектрометр Bruker WP-400, частота 400 МГц, внутренний стандарт ТМС, растворитель CDCl_3), δ , м.д.:

4,50 с (1H, H)

3,78 т (4H, 2CH_2), 3 j 4,4 Гц;

2,98 т (2Г, 2CH_2) 3 j 4,4 Гц;

2,27 с (4H, 2CH_2); 1,05 с (6H, 2CH_3).

Шифр государственной регистрации 9394989.

Пример 2. Получение 3-(2',2'-диметилгидразино)-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат II).

Смесь 8,4 г (0,06 моля) Димедона, 3,6 г (0,06 моля) 1,1-диметилгидразина и 50 мл толуола кипятят в течение 1 ч в колбе с обратным холодильником, затем в течение 1 ч до полного прекращения выделения реакционной воды с насадкой Дина-Старка. От полученной реакционной массы отгоняют 25 мл толуола, остаток охлаждают и отфильтровывают выпавший осадок. Выход 13,1 г (72,0%), температура плавления 168-170°C.

Строение соединения доказано данными элементного анализа и спектра ПМР.

Элементный анализ:

$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$ мол.м. 182,27

Найдено (%): Вычислено (%):

C 65,90 C 65,90

H 9,39 H 9,95

N 15,37 N 15,37

Шифр государственной регистрации 9394789.

Спектр ПМР (спектрометр Bruker WP-400, частота 400 МГц, внутренний стандарт ТМС, растворитель CDCl_3), δ , м.д.:

=CH(1H) 5,56 NH(1H) 5,16;

N(CH_3)₂(6H) 2,51; CH_2CO (2H) 2,19;

$\text{CH}_2\text{-C=C}$ (2H) 2,10; C(CH_3)₂(6H) 1,06;

N

Синтезированные препараты I и II были изучены как стимуляторы роста семян сахарной свеклы на стадии их прорастивания.

Пример 3. Изучение рострегулирующей активности 3-[ди-(2'-оксиэтил)-амино]-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат I) на семенах сахарной свеклы.

Препарат I применяли в виде водного раствора в концентрации 0,0001%. В качестве вещества-прототипа принят (N-окись-1,5-диметилпиридина) (ИВИН).

Опыты проводили в чашках Петри, на дно которых укладывали круги фильтровальной бумаги. В каждую чашку вносили по 5 мл испытуемых растворов определенной концентрации, на поверхность обработанной фильтровальной бумаги помещали по 10-25 семян. Повторность опытов трехкратная. Контролем служил вариант опыта без обработки веществами. Опытные чашки Петри выдерживали в вытяжном шкафу при 21-23°C с подсветкой люминесцентными лампами в течение 7 дней, после чего проводили замеры длины корней и стеблей опытных растений.

Статистическая обработка данных показала, что ошибка средней арифметической величины опытов не превышала 1,3%.

Результаты опытов представлены в табл.1.

Пример 4. Изучение рострегулирующей активности 3-(2',2'-диметилгидразино)-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат II) на семенах сахарной свеклы.

Препарат II применяли в виде водного раствора в концентрации 0,001%. В качестве контроля приняты опыты без обработки препаратом.

Опыты проводили по методике, изложенной в примере 3.

Результаты опытов представлены в табл.2.

Пример 5. Проведение токсикологических испытаний 3-[ди-(2'-оксиэтил)-амино]-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат I).

Токсичность препаратов I и II для теплокровных определяли стандартным методом на мышах и крысах (самках и самцах) путем однократного внутрижелудочного введения в организм. Учет гибели животных производили через 24 ч после введения в желудок препарата.

Результаты опытов выражали в виде среднесмертельной дозы препарата (LD_{50}).

При изучении острой токсичности препарата установлено, что данное соединение при однократном внутрижелудочном поступлении в организм теп-

покровных относится к малотоксичным веществам.

ЛД₅₀ (перорально) для мышей и крыс > 1000 мг/кг.

В высоких концентрациях (50%-ный) препарат обладает местно-раздражающим действием на кожу и кожно-резорбтивным эффектом. В концентрации ниже 10% препарат не оказывает местно-раздражающего действия на слизистые оболочки и кожу.

Пример 6. Проведение токсикологических испытаний 3-(2',2'-диметилгидразино)-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат II).

Испытания проводили по методике, описанной в примере 5.

В результате проведенных испытаний установлено, что препарат при однократном внутривенном поступлении в организм теплокровных относится к малотоксичным веществам.

ЛД₅₀ (перорально) для мышей и крыс > 1000 мг/кг.

В высоких концентрациях (50%-ный раствор) препарат обладает местно-раздражающим действием на кожу и кожно-резорбтивным эффектом. В концентрациях ниже 10% препарат не оказывает местно-раздражающего действия на слизистую оболочку и кожу.

Из представленных результатов следует, что препарат I (табл.1) в концентрации 0,0001% стимулирует

рост корней сахарной свеклы на 48% в сравнении с контролем и превосходит эталоны ИВИН и ИУК, взятые в такой же концентрации (см. табл.1).

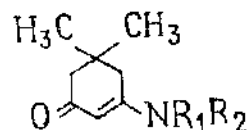
Ростстимулирующая активность препарата II (табл.2) в концентрации 0,001% по отношению к корневой системе растений сахарной свеклы, в сравнении с контролем выше на 36%.

По уровню действия препарат II также превосходит эталоны в аналогичных концентрациях.

Таким образом, предложенные препараты I и II стимулируют рост корней при прорастании семян сахарной свеклы и отличаются малой токсичностью для теплокровных животных.

20 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. N-замещенные 3-амино-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она общей формулы



где R₁ и R₂ оба означают группу -CH₂CH₂OH или R₁ - водород, а R₂ - группу -N(CH₃)₂, в качестве стимуляторов роста при проращивании семян сахарной свеклы.

Т а б л и ц а 1
Рострегулирующая активность 3-[ди-(2'-оксиэтил)-амино]-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат 1) на сахарной свекле

Вещество	Концентрация, мас. %	Длина частей растений			
		см		% к контролю	
		корень	стебель	корень	стебель
Препарат 1	0,0001	3,7	3,0	148 ± 0,3	103 ± 0,1
Марка ИВИН	0,0001	2,8	3,0	112 ± 0,6	103 ± 0,4
Марка ИУК	0,0001	2,8	2,4	112 ± 0,2	82 ± 0,3
Контроль	-	2,5	2,9	100	100

П р и м е ч а н и е: ИВИН - N-окись 1,5 диметилпиридин (прототип)
ИУК - β-индолилуксусная кислота (эталон-аналог)

Т а б л и ц а 2

Рострегулирующая активность 3-(2',2'-диметилгидразино)-5,5-диметилциклогекс-2-ен-1-она (препарат II) на сахарной свекле

Вещество	Концентрация, мас. %	Длина частей растений			
		см		% к контролю	
		корень	стебель	корень	стебель
Препарат II	0,001	3,4	3,07	136 ± 0,6	106 ± 0,4
Марка ИВИН	0,001	2,8	2,5	112 ± 0,5	86 ± 0,9
Марка ИУК	0,001	2,4	2,4	96 ± 0,3	83 ± 0,2
Контроль	-	2,5	2,9	100	100

См. примечание к табл.1.

Редактор М.Букреева Составитель Г.Степанова
Техред А.Кравчук Корректор М.Демчик

Заказ 1279/ДСН Тираж 145 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101