



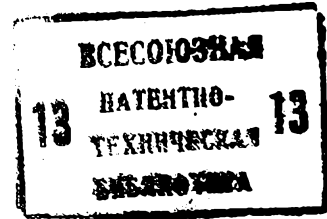
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) 1114334 **A**

3 (50) C 07 D 233/61 // A 01 N 43/50

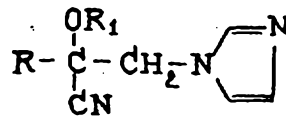
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

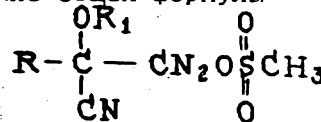


- (21) 3456111/23-04
- (22) 25.06.82
- (31) Р 3125780.1
- (32) 30.06.81
- (33) ФРГ
- (46) 15.09.84. Бюл. № 34
- (72) Дитрих Баумерт, Карло Скёч, Хансйёрг Крэмер и Эрнст Пиро (ФРГ)
- (71) Шеринг АГ (ФРГ)
- (53) 547.785.5.07(088.8)
- (56) 1. Патент США № 3927017, кл. С 07 D 233/60, опублик. 1973.
2. Заявка ФРГ № 2604047, кл. С 07 D 233/54, опублик. 1976.

- (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИМИДАЗОЛИЛПРОПИОНИТРИЛОВ ИЛИ ИХ СОЛЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ ИЛИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ.
- (57) Способ получения производных имидазолилпропионитрилов общей формулы



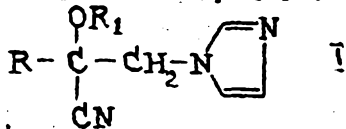
где R - фенил, незамещенный, моно- или дизамещенный галогеном, C₁-C₄-алкилом или C₁-C₄-алкоксигруппой, R₁ - C₁-C₁₀-алкил, C₃-C₈-алкенил или фенилалкильный остаток, или их солей органических или неорганических кислот, отличающийся тем, что соединение общей формулы



где R и R₁ имеют указанные значения, подвергают взаимодействию с имидазолом в среде диметилформаида с выделением целевого продукта в свободном виде или в виде соли органической или неорганической кислоты.

(19) **SU** (11) 1114334 **A**

Изобретение относится к способу получения новых производных имидазолпропионитрилов общей формулы



где R - фенил, незамещенный, моно- или дизамещенный галогеном, C₁-C₄-алкилом, или C₁-C₄-алкоксигруппой; R₁ - C₁-C₁₀-алкил, C₃-C₈-алкенил или фенилалкильный остаток, или их солей органических или неорганических кислот.

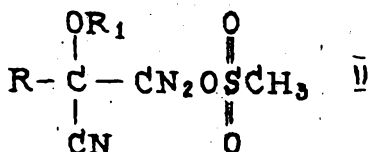
Известен способ получения производных имидазола путем алкилирования имидазола алкиловыми эфирами метансульфокислоты [1].

Известны производные имидазолилпропионитрилов, обладающие фунгицидным действием, например нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-фенил-3-бутилпропионитрила, обладающие фунгицидным действием [2].

Однако указанные соединения отличаются относительно низкой активностью и узким спектром действия.

Цель изобретения - способ получения новых производных имидазолилпропионитрилов общей формулы I или их солей органических или неорганических кислот, обладающих широким спектром фунгицидного действия.

Поставленная цель достигается способом получения имидазолилпропионитрилов общей формулы I или их солей органических или неорганических кислот, заключающимся в том, что соединения общей формулы



где R и R₁ имеют указанные значения, подвергают взаимодействию с имидазолом в среде диметилформаида с выделением целевого продукта в свободном виде или в виде соли органической или неорганической кислоты.

Полученные соли растворяются частично в воде, хорошо растворяются в полярных органических растворителях, таких как ацетонитрил, N,N-диметилформамид, низшие спирты, хлороформ и метиленхлорид.

Пример 1. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-фенил-2-пропоксипропионитрила (соединение I).

15 г (0,053 моль) 3-метилсульфонил окси-2-фенил-2-пропоксипропионитрила и 17,89 г (0,263 моль) имидазола при добавлении 1 мл диметилформаида выдерживают в течение 16 ч при 140°C, исключая попадание влаги. После этого реакционную смесь выливают в воду со льдом, дважды экстрагируют 75 мл метиленхлорида, дважды промывают фазу метиленхлорида водой, высушивают над сульфатом магния и после отфильтрования его испаряют в вакууме. Оставшееся темное масло растворяют в изопропанолем и смешивают со 100%-ной азотной кислотой, взятой в количестве, несколько большем от теоретического. Для того, чтобы осаждение прошло полностью, добавляют небольшое количество диэтилового эфира. Выпавший продукт отсасывают и высушивают. Выход 12 г (71% от теории). Т.пл. 168-171°C (разложение).

Пример 2. 3-(Имидазол-1-ил)-2-фенил-2-пропоксипропионитрил (соединение II). 6,2 г (0,0193 моль) нитрата растворяют в метаноле и при охлаждении на бане со льдом реакционную смесь подщелачивают разбавленным аммиачным раствором. После разбавления водой экстрагируют этилацетатом, органическую фазу промывают водой и затем высушивают над сульфатом магния. После фильтрования раствора его испаряют в вакууме. В качестве остатка получают масло, которое высушивают в вакууме. Выход 4,85 г (97% от теории), n_D²⁰ = 1,5260.

Аналогичным образом, получают следующие соединения.

3. Нитрат 2-бутоксиг-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 155-157°C (разлагается).

4. 2-Бутоксиг-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, n_D²⁰ = 1,5208.

5. Нитрат 2-аллилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 162-164°C (разлагается).

6. 2-Аллилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, n_D²⁰ = 1,5402.

7. Нитрат 2-этоксиг-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, т.пл. 182-186°C (разлагается).

8. 2-Этоксиг-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, n_D²⁰ = 1,5247.

9. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-метокси-2-фенилпропионитрила, т.пл. 189-191°C (разлагается).

10. 3-(Имидазол-1-ил)-2-метокси-2-фенилпропионитрил, т.пл. 57-60°C.
11. Нитрат 2-(2-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 162-165°C (разлагается).
12. Нитрат 2-бутокси-2-(4-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 178-181°C (разлагается).
13. Нитрат 2-бутокси-2-(2-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 177-178°C (разлагается).
14. Нитрат 2-аллилокси-2-(2-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 153-155°C (разлагается).
15. Нитрат 2-(4-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 170-177°C (разлагается).
16. Нитрат 2-аллилокси-2-(4-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, т.пл. 152-155°C (разлагается).
17. 2-(2-Хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{41} = 1,5343$.
18. 2-Бутокси-2-(4-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{41} = 1,5288$.
19. 2-Бутокси-2-(2-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{41} = 1,5329$.
20. 2-Аллилокси-2-(2-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{41} = 1,5490$.
21. 2-(4-Хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{41} = 1,5337$.
22. 2-Аллилокси-2-(4-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{41} = 1,5476$.
23. Нитрат 2-бензилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 166-168°C (разлагается).
24. 2-Бензилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,563$.
25. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-изопропилокси-2-фенилпропионитрила, т.пл. 165-168°C (разлагается).
26. 3-(Имидазол-1-ил)-2-изопропилокси-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,5254$.
27. Нитрат 2-(4-хлорфенил)-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 152-154°C (разлагается).
28. 2-(4-Хлорфенил)-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5197$.
29. Нитрат 2-аллилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрил, т.пл. 160°C (разлагается).
30. Нитрат 2-(3,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, т.пл. 169-170°C (разлагается).
31. Нитрат 2-аллилокси-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 158-160°C (разлагается).
32. Нитрат 2-бутокси-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 148-150°C.
33. Нитрат 2-этокси-2-(3,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 105-106°C (разлагается).
34. 2-Аллилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5383$.
35. 2-(3,4-Дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, $n_D^{40} = 1,5360$.
36. 2-Аллилокси-2-(3,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5500$.
37. 2-Бутокси-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5381$.
38. 2-Аллилокси-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5531$.
39. 2-Этокси-2-(3,4-дихлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил.
40. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-фенил-2-(1,2,2-триметилпропокси)-пропионитрила, т.пл. 168-173°C (разлагается).
41. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метоксиэтокси)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 158-160°C (разлагается).
42. Нитрат 2-(2,2-диметилпропокси)-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 168-171°C (разлагается).
43. 2-(2,2-Диметилпропокси)-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, т.пл. 89-91°C.
44. Нитрат 2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 170-172°C (разлагается).
45. Нитрат 2-бутокси-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 173-176°C (разлагается).
46. Нитрат 2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 150-152°C.
47. Нитрат 2-бутокси-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, т.пл. 162-165°C (разлагается).
48. Нитрат 2-аллилокси-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 169-171°C (разлагается).

49. Нитрат 2-этокси-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 172-175°C (разлагается).
50. Нитрат 2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-метоксипропионитрила, т.пл. 177-170°C (разлагается).
51. 3-(Имидазол-1-ил)-2-фенил-2-(1,2,2-триметилпропокси)пропионитрил, т.пл. 113-116°C.
52. 3-(Имидазол-1-ил)-2-(2-метоксиэтокси)-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,5212$.
53. 2-(2-Фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5143$.
54. 2-Бутоксид-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5108$.
55. 2-(4-Фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5115$.
56. 2-Бутоксид-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5085$.
57. 2-(2-Фторфенил)-3-имидазол-1-ил)-2-метоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5280$.
58. 2-Этокси-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5187$.
59. 2-Аллилокси-2-(2-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5258$.
60. Нитрат 2-аллилокси-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, т.пл. 159-161°C (разлагается).
61. Нитрат 2-этокси-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 182-184°C (разлагается).
62. Нитрат 2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-метоксипропионитрила, т.пл. 194-196°C (разлагается).
63. 2-Этокси-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, т.пл. 54-57°C.
64. 2-(4-Фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-метоксипропионитрил, т.пл. 88°C.
65. 2-Аллилокси-2-(4-фторфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5219$.
66. Нитрат 2-децилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 126-128°C (разлагается).
67. Нитрат 2-(3,3-диметилбутоксид)-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрила, т.пл. 196-198°C (разлагается).
68. 3-(Имидазол-1-ил)-2-октилокси-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,5055$.
69. 2-(3,3-Диметоксибутоксид)-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,5093$.
70. Нитрат 2-(4-бромфенил)-2-бутоксид-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 171-174°C (разлагается).
71. Нитрат 2-(4-бромфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 162-165°C (разлагается).
72. Нитрат 2-(4-бромфенил)-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 135-138°C (разлагается).
73. Нитрат 3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)-2-пропоксипропионитрила, т.пл. 180-183°C (разлагается).
74. Нитрат 2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрила, т.пл. 170-173°C.
75. 2-(4-Бромфенил)-2-бутоксид-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5405$.
76. 2-(4-Бромфенил)-3-(имидазол-1-ил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5418$.
77. 2-(4-Бромфенил)-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5274$.
78. 2-Бутоксид-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5248$.
79. Нитрат 2-бутоксид-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрила, т.пл. 184-186°C.
80. 2-Гексилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5163$.
81. 2-Децилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил, $n_D^{40} = 1,5020$.
83. 3-(Имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)-2-пропоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5276$.
84. 2-Бутоксид-2-(3-хлорфенил)-3-(имидазол-1-ил)пропионитрил, $n_D^{40} = 1,5282$.
85. Нитрат 2-(3-хлорфенил)-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)пропионитрила, т.пл. 162-165°C (разлагается).
86. 3-(Имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)-2-октилоксипропионитрил, $n_D^{40} = 1,5173$.
87. 2-Децилокси-3-(имидазол-1-ил)-2-(2-метилфенил)пропионитрила, $n_D^{40} = 1,5139$.
88. Нитрат 2-бутоксид-3-(имидазол-1-ил)-2-(4-метоксифенил)пропионитрила, т.пл. 163-167°C (разлагается).

89. 2-Бутокси-3-(имидазол-1-ил)-
-2-(4-метоксифенил)пропионитрил, $n_D^{40} =$
= 1,5228.

90. Кислый оксалат 2-(4-хлорфенил)-
-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)про- 5
пионитрила, т.пл. 195-197°C (разла-
гается).

91. Кислый сульфат 2-(4-хлорфенил)-
-2-гексилокси-3-(имидазол-1-ил)про- 10
пионитрила, т.пл. 158-163°C (разла-
гается).

Исходный 3-метилсульфонил-3-фенил-
-2-пропоксипропионитрил получают сле-
дующим образом.

Пример 3. 3-Метилсульфонил-15
-2-фенил-2-пропоксипропионитрил.

27 г (0,154 моль) 2-фенил-2-пропок-
сиацетонитрила растворяют в 120 мл
пиридина и смешивают с 18,5 г
(0,614 моль) параформальдегида. К 20
этой суспензии добавляют при охлаж-
дении льдом 7,7 мл тетрабутиламмоний-
гидроокиси и энергично перемешивают
в течении 17 ч. После этого реакцион-
ную смесь выпивают в воду со льдом 25
и дважды экстрагируют эфиром. Эфир-
ную фазу дважды промывают водным
раствором хлористого натрия и высу-
шивают над сульфатом магния. После
отфильтрования и упаривания в вакууме 30
остается бесцветное масло, которое
по данным тонкослойной хроматогра-
фии является чистым соединением и
без дополнительной очистки может быть
переработано далее. Выход 28,4 г = 35
= 90% от теории.

Полученные соединения общей формулы
I обладают широким спектром фунгицид-
ного действия.

Пример 4. Эффективность об- 40
работки семян ячменя против *Helmintho-*
sporiium gram.

Семена ячменя с естественным пора- 45
жением *Helminthosporium gram* высевают
в горшки с землей необработанными и
обработанными, как указано в табл.1,
и они прорастают при 16°C. После про-
растания растений их каждый день в 50
течение 12 ч освещают искусственным
светом. Приблизительно через 5 недель
все проросшие растения, а также рас-
тения, пораженные грибами, подсчиты-
вают.

В дальнейшем, кроме особо оговорен- 55
ных случаев, фунгицидное действие рас-
считывают по формуле.

100 · Поражение обработанных образ-
цов

Поражение необработанных рас-
тений

= % эффективности; соединения исполь-
зуют в виде 20%-ного смачивающегося
порошка.

Т а б л и ц а 1

Соединение	Активное ве- щество г/100 кг семян	Эффек- тив- ность, %
1	50	95,6
2	50	100
3	50	100
4	50	100
5	50	100
6	50	100
7	50	100
8	50	100
9	50	100
10	50	100
11	50	100
12	50	100
13	50	100
14	50	100
15	50	100
16	50	100
17	50	100
18	50	100
19	50	100
20	50	100
21	50	100
Сравниваем. средство: Метоксиэтил- -Hg-силикат	2,63	87

Пример 5. Эффективность профилактической обработки листьев растений тыквы в теплице против *Erysiphe cichoracearum*.

Растения тыквы, предварительно опрысканные веществами указанной концентрации, после высыхания нанесенного слоя заражают распылением сухих спор *Erysiphe cichoracearum* и вместе с зараженными необработанными контрольными растениями помещают в теплицу при 24°C. Через неделю оценивают пораженную мильдью поверхность (% от всей поверхности листьев).

Результаты представлены в табл. 2.

Таблица 2

Соединения	Эффективная концентрация	Эффективность, %
1	2	3

1 0,025 100

0,005 100

0,001 100

2 0,025 100

0,005 100

0,001 100

3 0,025 100

0,005 100

0,001 100

4 0,025 100

0,005 100

0,001 100

5 0,025 100

0,005 100

0,001 100

6 0,025 100

0,005 100

0,001 100

Продолжение табл. 2

1	2	3
7	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
8	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
9	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
10	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
11	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
12	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
13	0,025	100
	0,005	100
	0,001	100
14	0,025	100
	0,005	100

Продолжение табл. 2

Продолжение табл. 2

1	2	3		1	2	3
	0,001	87				
			5		0,0002	100
15	0,025	100		24	0,001	100
	0,005	100			0,0002	100
			10			
	0,001	100		25	0,001	100
					0,0002	100
16	0,025	100				
			15	26	0,001	100
	0,005	100			0,0002	100
	0,001	100		27	0,001	100
17	0,025	100	20		0,0002	100
				28	0,001	100
	0,005	100			0,0002	100
			25			
	0,001	100		29	0,001	100
18	0,025	100			0,0002	100
			30	30	0,001	100
	0,005	100			0,0002	100
	0,001	100		31	0,001	100
19	0,025	100	35		0,0002	100
	0,005	100		32	0,001	100
			40		0,0002	100
	0,001	100		33	0,001	100
20	0,025	100			0,0002	100
			45			
	0,005	100		34	0,001	100
					0,0002	100
21	0,025	100				
			50	35	0,001	100
	0,005	100			0,0002	100
	0,001	100		36	0,001	100
22	0,001	100	55		0,0002	98
	0,0002	100				
23	0,001	100		37	0,001	100

13

1114334

14

Продолжение табл. 2

Продолжение табл. 2

1	2	3		1	2	3
	0,0002	100	5		0,0002	100
38	0,001	100		52	0,001	100
	0,0002	100	10		0,0002	100
39	0,001	100		53	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
40	0,001	100	15	54	0,001	100
	0,0002	100			0,002	100
41	0,001	100	20	55	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
42	0,001	100		56	0,001	100
	0,0002	100	25		0,0002	100
43	0,001	100		57	0,001	100
	0,0002	100	30		0,0002	100
44	0,001	100		58	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
45	0,001	100	35	59	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
46	0,001	100	40	60	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
47	0,001	100		61	0,001	100
	0,0002	100	45		0,0002	100
48	0,001	100		62	0,001	100
	0,0002	100	50		0,0002	100
49	0,001	100		63	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
50	0,001	100	55	64	0,001	100
	0,0002	100			0,0002	100
51	0,001	100		65	0,001	100

Продолжение табл. 2

1	2	3
	0,0002	100
66	0,0025	100
	0,00025	100
67	0,0025	100
68	0,00025	100
69	0,0025	100
	0,00025	100
70	0,0025	100
	0,00025	100
71	0,0025	100
	0,00025	100
72	0,0025	100
	0,00025	100
73	0,0025	100
	0,00025	100
74	0,0025	100
	0,00025	100
75	0,0025	100
	0,00025	100
76	0,0025	100
	0,00025	100
77	0,0005	100
	0,00005	100
	0,0005	100
78	0,00005	100

Пример 6. Эффективность обработки листьев побегов риса в теплице против *Piricularia oryzae*. Молодые побеги риса опрыскивают веществами с указанной в табл. 3 концентрацией. После высыхания нанесенного

слоя обработанные растения, а также необработанные контрольные растения в результате опыления суспензий спор (около 200 000 в мл) заражают возбудителем пятен листьев *Piricularia oryzae*. Через 5 дней устанавливают, какой процент поверхности листьев заражен.

Таблица 3

№ Соединения	Концентрация, %	Эффективность, %
	0,1	89
	0,02	63
5	0,1	97,3
	0,02	89
10	0,1	94,5
	0,02	70
15	0,1	95
	0,02	77,5
20	0,1	95
	0,02	80
25	0,1	95
	0,02	65
30	0,1	92,5
	0,02	70
35	0,1	95
	0,02	80
40	0,1	98
	0,02	65
45	0,1	95
	0,02	55
50	0,1	97,5
	0,02	90

Продолжение табл. 3

1	2	3
18	0,1	95
	0,02	80
19	0,1	92,5
	0,02	65
20	0,1	95
	0,02	85
21	0,1	95
	0,02	80

Пример 7. Эффективность профилактической обработки листьев растений томатов в теплице против *Botrytis cinerea*.

Молодые растения томатов опрыскивают каплями действующих соединений с указанными в табл. 4 концентрациями. После высыхания разбрызганного слоя обработанные растения, а также необработанные контрольные растения заражают распылением суспензии спор (около 1 млн в 1 мл раствора фруктового сока) возбудителей серой плесени *Botrytis cinerea* и выдерживают во влажном состоянии приблизительно при 20°C в теплице. После полного поражения необработанных контрольных растений (100% поражения) определяют степень поражения обработанных образцов.

Таблица 4

Соединение	Концентрация вещества, %	Эффективность, %
1	2	3
2	0,025	95
3	0,025	80
12	0,025	90
13	0,025	95
14	0,025	60

Продолжение табл. 4

1	2	3
15	0,025	85
16	0,025	70
17	0,025	90
18	0,025	90
19	0,025	95
20	0,025	90
21	0,025	80
Сравниваем вещество:		
1-(4-Хлор-фенокси)-3,3-диметил-1-(1,2,4-триазол)-1-ил)-2-бутанон	0,025	60

Пример 8. Эффективность профилактической обработки листьев виноградной лозы против *Plasmopara Viticola*.

Молодые виноградные лозы на стадии развития приблизительно 5-8 листьев опрыскивают каплями соединения указанной в табл. 5 концентрации, после высыхания разбрызганного слоя обратную сторону листьев опрыскивают водной суспензией спор грибов (около 20000 на мл) и тотчас же инкубируют в теплице при 22-24°C в атмосфере насыщенной влажности. Со второго дня в течение 3-4 дней влажность воздуха поддерживают нормальной (30-70% насыщения) и затем в течение дня поддерживают атмосферу насыщенного пара. Непосредственно после этого на каждом листе отмечают процентное количество пораженных грибом пятен и в зависимости от обработки рассчитывают среднее для определения фунгицидного действия.

Таблица 5

Соединение	Концентрация действующего вещества, %	Эффективность, %
1	2	3
11	0,025	89
12	0,026	93,3

Продолжение табл. 5

1	2	3
13	0,025	92,5
14	0,025	73
15	0,025	95,4
16	0,025	82
17	0,025	92,7
18	0,025	94,6
19	0,025	95,5
20	0,025	65
21	0,025	81

Пример 9. В лаборатории обрабатывают семена кресса водной эмульсией, содержащей 100 ppm действующего вещества. Для этого в 200-миллилитровом стеклянном патрубке с 10 мл эмульсии устанавливают носитель семян. На него накладывают бумажный фильтр. Когда фильтровальная бумага пропитывается раствором, на нее равномерно раскладывают 10 семян кресса. Затем на патрубок кладут чашку Петри. Для каждого вещества используют по два патрубка. Для оценки эффективности действия соединений у проросших семян через 7 дней определяют длину побегов и корней.

В табл. 6 указаны значения по отношению к контрольным растениям. Испытание соединения оказывает сильное влияние на рост побегов и корней. Это видно в ускорении (>100%) или замедлении роста (<100%) отдельных частей.

Таблица 6

Соединение	Рост, %	
	побегов	корней
1	71	57
2	86	71
3	67	100
4	67	57
5	67	43

Продолжение табл. 6

Соединение	Рост, %	
	побегов	корней
6	67	71
7	83	86
8	67	71
9	67	71
10	83	71
11	100	67
12	50	22
13	50	22
14	100	78
15	67	44
16	50	44
17	83	56
18	67	67
19	100	56
20	83	78
21	50	44
22	50	57

Пример 10. Растения хлопчатника выращивают в условиях теплицы до стадии образования зародышей листьев. Исследуемые соединения разбрызгивают на растения при расходных нормах 1 и 2 кг вещества на гектар. Через 3 недели после нанесения соединений измеряют общую длину растений и длину первого побега.

В табл. 7 указаны результаты по сравнению с контрольными растениями. Данные показывают, что соединения, полученные предлагаемым способом, вызывают снижение роста сильнее, чем эталонное соединение.

Т а б л и ц а 7

Соединение	кг Эффективное вещество, кг на га	Общая длина растения, %	Длина первого побега, %
11	1	75	32
	2	46	9
12	1	83	60
	2	59	19
13	1	69	34
	2	37	4
14	1	82	57
	2	65	42
15	1	83	66
	2	60	42
16	1	87	66
	2	69	42
17	1	60	32
	2	41	9
18	1	69	15
	2	52	13
19	1	48	15
	2	45	9
20	1	75	43
21	2	52	9
21	1	95	72
	2	71	34
22	1	100	70
	2	55	62
Вещество для сравнения: 2-Хлорэтилтриметиламмо- нийхлорид	1	52	23
	2	44	23

Пример 11. Эффективность обработки семян против злакового мильдью *Erysiphe graminis*.

Семена ячменя необработанные или протравленные при расходных нормах 100 г эффективного вещества на 100 кг семян высевают в горшки с землей и проращивают при температуре около 20°C в теплице. После образования первого зеленого листа растения заражают с помощью растений, пораженных мильдью. Через неделю отмечают, какой процент поверхности листьев поражен мильдью.

Возможную несовместимость обработки оценивают после порастания растений. Оценка проводят по схеме: 0 - полное уничтожение, 1 - 90%-ное уничтожение, 2 - 80%-ное уничтожение, 3 - 70%-ное уничтожение, 4 - 60%-ное уничтожение, 5 - 50%-ное уничтожение, 6 - 40%-ное уничтожение, 7 - 30%-ное уничтожение, 8 - 20%-ное уничтожение, 9 - 10%-ное уничтожение, 10 - не повреждено.

Исследуемые соединения общей формулы I не только эффективны против *Erysiphe graminis*, но и полностью совместимы с растениями ячменя (см. табл. 8).

Таблица 8

Соединение	Эффективность, %	Совместимость
1	2	3
1	100	10
2	100	10
5	100	10
6	100	10
7	100	10
8	100	10
9	99,5	10
10	100	10
11	93	10
15	100	10
16	99	10

Продолжение табл. 8

1	2	3
17	95	10
21	100	10
22	100	10
Сравнимое средство 1 - (4-Хлорфенилкси)-3,3-диметил-1-(1,2,4-триазол-1-ил)бутанон	100	4

Пример 12. Эффективность профилактической обработки листьев сахарной свеклы против возбудителей пятен на листьях (*Cercospora beticola*).

Растения сахарной свеклы с 4 хорошо развитыми зелеными листьями опрыскивают каплями исследуемых веществ указанной в табл. 9 концентрации.

После высыхания разбрызганного слоя обработанные, а также необработанные растения равномерно опрыскивают суспензией (15000 спор на мл). При 26°C и в атмосфере насыщенного влагой воздуха растения выдерживают в течение 4 дней в теплице и после этого приблизительно при 22°C еще дополнительно 10 дней. Затем определяют количество пораженных поверхностей листьев. Результаты представлены в табл. 9.

Таблица 9

Соединение	Концентрация, %	Эффективность, %
1	2	3
1	0,05	100
2	0,01	100
2	0,05	100
4	0,01	100
4	0,05	100
5	0,01	99
5	0,05	100

Продолжение табл. 9

1	2	3
	0,01	96
11	0,05	100
	0,01	100
12	0,05	100
	0,01	99,6
13	0,05	100
	0,01	99,6
14	0,05	100
	0,01	99,6
15	0,05	100
	0,01	99
18	0,05	100
	0,01	99,6
19	0,05	100
	0,01	99,3
20	0,05	100
	0,01	98
21	0,05	100
Сравниваемое сред- ство:	0,01	99,6
Этилен-бис- -тиокарба- -мат	0,05	100
Марганец	0,01	79

Пример 13. Торможение роста грибов *Penicillium digitatum* на питательном растворе.

20 мл питательного раствора из виноградного сока и воды (1:1) помещают в стеклянную колбу объемом 100 мл и смешивают с порошкообразным готовым препаратом действующего соединения. Непосредственно после

этого опыляют спорами *Penicillium digitatum*. После развития в течение 5 дней при 22-24°C оценивают развитие грибов на поверхности питательного раствора. Оценка: 0 - нет роста грибов, 1 - отдельные грибы на поверхности, 2 - 5 - 10% поверхности покрыто грибами, 4 - 30 - 60% поверхности покрыто грибами, 5 - 60 - 100% поверхности покрыто грибами.

Эффективные вещества, их концентрации в питательном растворе и результаты приведены в табл. 10.

Таблица 10

Соединение	Концентрация эффективного вещества в питательном растворе, %	Развитие грибов
5	0,0005	4
	0,001	0
6	0,0005	4
	0,001	1
17	0,0005	0
	0,001	0
20	0,0005	0
	0,001	0
21	0,0005	2
	0,001	0
23	0,0005	0
	0,001	0
24	0,0005	1
	0,001	0
27	0,0005	0
	0,001	0
28	0,0005	0
	0,001	0
29	0,0005	0

Продолжение табл. 10

Т а б л и ц а 11

1	2	3
	0,001	0
31	0,0005	0
	0,001	0
32	0,0005	0
	0,001	0
34	0,0005	0
	0,002	0
37	0,0005	0
	0,001	0
38	0,0005	0
Сравниваемое соединение:	0,001	0
Нитрат 3-		
- (имидазол-		
-1-ил)-	0,0005	5
-2-фенил-		
-3-бутилпро-	0,001	4
пионитрил		
Необработанный питательный раствор		
(контроль)		5

Соединение	Эффективность, %, против <i>U. pasator</i> при концентрации действующего соединения, %	
	0,025	0,005
5		
2	93	85
3	100	100
4	100	100
15	100	100
6	100	99
7	100	89
8	100	95
9	87	63
25	100	49
11	100	100
12	100	63
30	100	95
14	66	43
35	100	100
16	99	89
17	100	100
40		
18	86	80
19	100	89
45		
20	93	86
21	100	100
50		
22	100	92

Пример 14. Эффективность профилактической обработки листьев против истинной виноградной мильды *Uncinula pasator*.

Молодые растения винограда сорта сильванер развития приблизительно 8-10 листьев опрыскивают действующими соединениями с указанной в табл. 11 концентрацией. После высыхания разбрызганного слоя растения опыляют спорами грибов *Uncinula pasator* и инкубируют приблизительно при 22°C в течение 12 дней в теплице. Затем выражают в процентах пораженную мильдой поверхность листьев и рассчитывают фунгицидную эффективность. Результаты представлены в табл. 11. Поражение необработанных растений достигает 88,3%.

Пример 15. Эффективность профилактической обработки листьев против яблочных струпьев *Venturia inaegualis* на открытом участке.

Побеги яблонь, находящихся в росте, сорта ММ-106 обрабатывают каплями действующего вещества с концентрацией

0,1% исследуемого соединения. После высыхания нанесенного слоя опрыскивают суспензией спор (330 000 на мл) листьев, и непосредственно после этого побеги покрывают полиэтиленовыми мешками на 3 дня, чтобы заразить растения грибами. После этого мешки снимают. После 2,5 недель определяют в процентах количество поврежденной поверхности. Необработанные контрольные растения показывают поражение 99%.

Эффективность соединений, %:

Соединения

18 100 15

19 85

Пример 16. Эффективность куративной обработки растений против яблочных струпьев *Venturia inaequalis* на открытом участке.

Побеги яблонь, находящихся в росте, сорта ММ-106 опрыскивают суспензией спор (330 000 в 1 мл), укрывают полиэтиленовым мешком, поддерживая во влажном состоянии. Растения находятся в полутени. Через три дня мешки снимают. Через 7 дней растения обрабатывают каплями действующих веществ путем опрыскивания при концентрации испытуемого вещества 0,1%. Через следующие 1,5 недели определяют количество яблочных струпьев на пораженной поверхности листьев, которое в случае необработанных образцов составляет 99%.

Эффективность соединений, %:

2 93 35

18 100

19 100

Сравниваемое соединение:

Нитрат 2-бутил-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил 90 40

Пример 17. Профилактическая обработка листьев ячменя против *Venturia inaequalis*.

Растения ячменя на стадии развития первого листа опрыскивают указанными в табл. 12 веществами с определенной концентрацией при добавлении алкарилполиглицолевого эфира в качестве смазывающего средства (0,05%). После высыхания нанесенного слоя эти растения, а также необработанные контрольные растения равномерно обрабатывают зараженными мильдью растениями ячменя и помещают в теплицу и выдерживают

в течение недели при 20-22°C. После этого определяют среднее число поражения мильдью на кучку растений (18-20 растений).

Т а б л и ц а 12

Соединения	Эффективность, %, при концентрации действующего вещества, %	
	0,025	0,005
3	100	100
4	100	100
5	100	100
6	100	100
7	100	100
9	100	92
10	92	90
11	100	100
12	100	100
14	100	100
15	100	100
16	100	100
17	100	100
18	100	100
19	100	100
20	100	100
21	100	100

Пример 18. Эффективность профилактической обработки листьев против *Uromyces appendiculatus* (бобовая жвачина) в теплице.

Растения кустистых бобов на стадии развития половины первого листа опрыскивают действующими веществами с концентрацией 100 ppm. После высыхания нанесенного слоя обработанные растения, а также необработанные контрольные образцы опрыскивают суспензией

спор *Uromyces appendiculatus*. Затем в течение 2 дней растения выдерживают во влажной камере при 22°C и после этого в условиях теплицы приблизительно при 22°C. Через 11 дней после опрыскивания спорами подсчитывают количество мест ржавчины (в среднем 253 на листья необработанных образцов). Фунгицидная эффективность рассчитывается по формуле.

Количество больных мест в обработанных образцах

100 - ----- = 15

Количество больных мест в необработанных образцах

= % эффективности.

Соединения показывают эффективность более 90%. Эффективность соединений, %:

1	91	
2	96	
3	95	25
4	94	
12	100	
15	99,5	
16	95	
17	99,4	30
18	99,9	
19	98	
21	98,6	
22	95	
27	95	35
28	97	

Пример 19. Эффективность профилактической обработки листьев ячменя против *Helminthosporium teres* возбудителя заболеваний сетчатых пятен.

Молодые растения ячменя на стадии развития первого листа опрыскивают каплями действующих веществ с указанной концентрацией. После высыхания разбрызганного слоя обработанные растения и необработанные контрольные растения обрызгивают суспензией спор *Helminthosporium teres* и помещают в теплицу на 2 дня при 20-22°C. Через неделю после заражения отмечают процентное поражение листьев пятнами. Фунгицидную активность рассчитывают по формуле примера 4. Результаты представлены в табл. 13.

Соединения	Эффективность, %	
	500 ppm	100 ppm
35	90	90
36	95	90
37	95	90
38	95	90
39	95	95
40	100	100
41	100	98
42	100	100
43	100	100
44	100	100
45	100	100
46	100	100
47	100	100
48	100	89
49	100	100
500	100	96
51	100	100
52	98	89
53	100	100
54	96	96
55	100	100
57	100	100
58	100	96
59	100	89

Пример 20. Эффективность профилактической обработки листьев ячменя в климатической камере выращивания растений

против желтой ржавчины *Russinis Ariformis*.

Молодые растения ячменя на стадии развития первого листа опрыскивают действующими соединениями с указанными в табл. 14 концентрациями. После высухания разбрызганного слоя обработанные растения и необработанные контрольные образцы опрыскивают суспензией *Russinis Ariformis* в 1,1,2-трифтор-1,2,3-трихлорэтаноле и инкубируют в камере выращивания растений при 150°C. В два первых дня поддерживают влажность воздуха близкой к насыщенной. Через 15 дней определяют в процентах количество поверхности листьев, пораженное ржавчиной. Фунгицидную активность определяют по формуле примера 4.

Т а б л и ц а 14

Соединения	Эффективность, %		
	100 ppm	33 ppm	11 ppm
5	100	-	-
12	100	100	100
14	100	-	-
15	100	100	100
16	100	-	-
17	100	100	100
18	100	100	93
28	100	98	78

Пример 21. Эффективность обработки семян ячменя в климатической камере выращивания растений против *Helminthosporium sativum*.

Семена ячменя при искусственном поражении *H. sativum* опыляют действующим соединением с расходной нормой 50 г соединения на 100 кг семян. Обработанные или необработанные семена высевают по 2 г в пластмассовые горшочки 6,5 x 6,5 см. В качестве субстрата служит песок. Каждый опыт повторяют дважды. Горшочки помещают в камеру выращивания растений при 16°C. Через 4 недели у проросших растений определяют в процентах поражение стебля. Из среднего, полученного из повто-

рений опыта, рассчитывают фунгицидную эффективность по формуле примера 4.

Эффективность соединений, %:

Соединения	Эффективность, %
7	99
17	99
21	99,5
25	100
26	100
29	100
32	100
38	100

Сравниваемое соединение:

2-Бутил-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил	98,5
Нитрат 2-бутил-3-(имидазол-1-ил)-2-фенилпропионитрил	98

Пример 22. Действие против *Pseudomonas phascolicola* возбудителя жирных пятен у гороха *in vitro*.

Биосолодовый агар после стерилизации нагреванием охлаждают до 40°C и затем смешивают с испытуемым веществом до получения водного готового препарата, после чего выливают в полимерную чашку Петри. После затвердевания питательной среды чашки с обработанным и необработанным агаром в качестве контрольных образцов заражают суспензией возбудителя жирных пятен *Pseudomonas phascolicola* в центре с помощью прививки. Затем чашки инкубируют при 22°C. Через 2,5 недели измеряют радиальное распространение выросших колоний бактерий. Из среднего, полученного из двух повторений на каждый образец, рассчитывают тормозящее действие по формуле

$$= \frac{\text{Радиальный рост в обработанных} \cdot 100}{\text{Радиальный рост в необработанных}} = \% \text{ тормозящего действия}$$

Тормозящее действие 250 ppm эффективного вещества в агаре против *Pseudomonas phascolicola*, %:

3	71
4	71
11	67
12	86
13	78
15	75
17	67

Продолжение табл. 15

18	75
19	71
21	71
Сравниваемое ве- щество:	
Нитрат 2-бутил-3- -(имидазол-1-ил)- -2-фенилпропио- нитрила	42

Пример 23. Эффективность профилактической обработки листьев ячменя против истинной мильды *Erysiphe graminis* в теплице.

Молодые растения ячменя на стадии развития первого листа опрыскивают каплями действующего вещества с указанной в табл. 15 концентрацией. После высухания разбрызганного слоя обработанные растения, а также необработанные контрольные растения заражают сухими спорами мильды прикосновением к опытным растениям растений пораженных. После этого опытные растения культивируют в теплице при 20-22°C и через неделю определяют процент поражения поверхности листьев. Фунгицидную активность рассчитывают по формуле примера 4.

Т а б л и ц а 15

Соединения	Эффективность, %	
	100 ppm	20 ppm
28	100	100
29	100	100
30	100	99
31	100	100
32	-	100
33	100	100
34	100	100
35	100	100
36	100	100
37	100	100
38	100	100
39	98	90

Соеди-	Эффективность, %	
	100 ppm	200 ppm
5	40	91
	41	100
10	42	100
	43	96
	44	100
15	45	100
	46	100
	47	100
20	48	100
	49	100
	50	100
25	51	100
	52	100
30	53	100
	54	100
	55	100
35	56	100
	57	100
40	58	87
	59	100
	60	98
45	61	100
	62	100
50	63	100
	64	99
	65	100
55		

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать производные имидазолилпропионитрилов или их соли

органических или неорганических кислот общей формулы I, которые обладают широким спектром биоцидного действия и превосходят известные соединения аналогичного строения и направления действия.

Соединения обладают широким спектром фунгицидного действия. При обработке наземной части растений они защищают против возбудителей болезней,

ими можно обрабатывать семена против болезней, переносимых семенами. Кроме того, указанные соединения действуют системно, т.е. они поглощаются корнями растений, например, после введения при посеве переносятся в надземную часть растений и защищают их против возбудителей болезней. Данные соединения регулируют также рост растения и оказывают бактерицидное действие.

Редактор О. Колесникова Составитель Н. Нарышкова
 Техред М. Гергель Корректор В. Гириак

Заказ 6648/47 Тираж 409 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Официал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4