

FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

273 183

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl.⁵

A 01 N 43/50

A 01 N 43/653

(21) PV 1799-88.Č

(22) Přihlášeno 18 03 88

(23) Práva přednosti od 21 03 87 (87/06779)
od 22 09 87 GB (87/22329)

(40) Zveřejněno 13 06 90

(45) Vydáno 03 01 92

(72) Autor vynálezu

BUSS ANTONY DAVID, BERLÍN (DE)
DUDFIELD PHILIP JOHN,
PARSONS JOHN HENRY, SAFFRON WALDEN (GB)

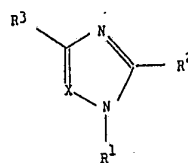
(73) Majitel patentu

SCHERING AGROCHEMICALS LIMITED,
CAMBRIDGE (GB)

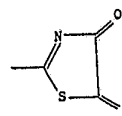
(54)

Fungicidní prostředek a způsob výroby
účinné složky

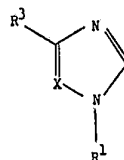
(57) Fungicidní prostředek obsahuje jako účinnou složku alespoň jednu sloučeninu vzorce I, ve kterém X znamená CR⁴ nebo N; R¹ znamená -SO₂R⁵, -P(=O)(R⁶)(R⁷) nebo -COR⁸; R² znamená CN, -C(=S)-NH-R⁹, -CH=N-OR¹⁰ nebo skupinu vzorce (a); R³ znamená C₁-C₄-alkyl, který je popřípadě substituován halogenem, fenylem nebo C₁-C₄-alkoxylem, dále znamená C₂-C₄-alkenyl, který je popřípadě substituován fenylem; dále znamená vodík, CN, fenyلكarbonyl, fenylythio, fenyl, thienyl, který je popřípadě substituován halogenem; dále znamená N,N-di-C₁-C₄-alkylaminosulfonyl nebo N-C₁-C₄-alkyl-N-fenylaminosulfonyl; R⁴ znamená vodík, C₁-C₄-alkyl, fenyl, CN nebo C₁-C₄-alkoxykarbonyl; R⁵ znamená N,N-di-C₁-C₄-alkylaminoskupinu nebo morfolinoskupinu, R⁶ a R⁷ znamenají N,N-di-C₁-C₄-alkylaminoskupinu, R⁸ = C₁-C₄-alkoxy, R⁹ = H nebo C₁-C₄-alkanoyl a R¹⁰ = C₁-C₄-alkyl nebo C₂-C₄-alkenyl; přičemž fenyl samotný nebo jako součást jiného zbytku znamená fenyl, který je popřípadě substituován 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen halogenem, CN, C₁-C₄-alkylem, C₁-C₄-alkoxykupinou, nitroskupinou a CF₃. Dále se popisuje způsob výroby sloučenin vzorce I, ve kterém R² znamená CN, kyanidací sloučenin vzorce II.



(I)



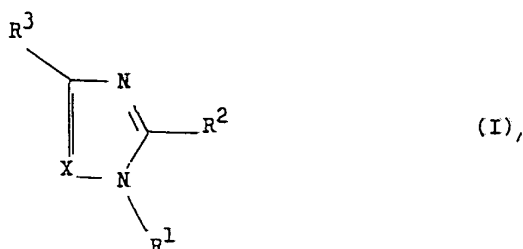
(a)



(II)

Předložený vynález se týká fungicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku sloučeninu dále uvedeného obecného vzorce I. Dále se vynález týká způsobu výroby sloučenin obecného vzorce I.

Bylo zjištěno, že sloučeniny obecného vzorce I

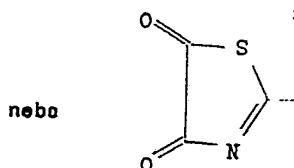


ve kterém

X znamená skupinu CT^4 nebo atom dusíku,

R^1 znamená skupinu $-\text{SO}_2\text{R}^5$, $-\text{P}(\text{R}^6)_2-\text{R}^7$ nebo $-\text{COR}^8$;

R^2 znamená skupinu $-\text{CN}$; $-\text{C}(\text{S})=\text{NH}-\text{R}^9$; $-\text{CH}=\text{N}-\text{OR}^{10}$



R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována atomem halogenu; fenylovou skupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku; alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována fenylovou skupinou; atomem vodíku; kyanoskupinou; fenyلكarbonylovou skupinou; fenylothioskupinou; fenylovou skupinu; thienylovou skupinu, která je popřípadě substituována 1 až 2 atomy halogeny; N,N-dialkylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo N-alkyl-N-fenylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylové části, přičemž fenylová skupina samotná nebo jako součást jiného zbytku je představována fenylovou skupinou, která je popřípadě substituována 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, nitroskupinou a trifluormethylovou skupinou;

R^4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, fenylovou skupinu, kyanoskupinu nebo alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části,

R^5 znamená N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo morfolinoskupinu;

R^6 a R^7 mohou být stejné nebo navzájem rozdílné a znamenají N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech,

R^8 znamená alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R^9 znamená atom vodíku nebo alkanoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a

R^{10} znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, a

ve kterém je kterákoliv fenylová skupina představována fenylovou skupinou, která je popřípadě substituována 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, nitroskupinou a trifluormethylovou skupinou, mají fungicidní účinnost zejména vůči houbovým chorobám rostlin.

Alkylové skupiny a alkoxykupiny s 1 až 4 atomy uhlíku jsou představovány zejména methylovou skupinou nebo methoxykupinou. Alkenylové skupiny obsahují obvykle 3 až 4 atomy uhlíku. Jako substituenty alkylové skupiny přicházejí v úvahu atomy halogenu, fenylová skupina nebo alkoxykupina s 1 až 4 atomy uhlíku. Jako substituenty alkenylové skupiny lze uvést například fenylovou skupinu.

Fenylovou skupinou samotnou nebo jako součástí jiného zbytku se rozumí fenylová skupina, která je popřípadě substituována 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, nitroskupinou a trifluormethylovou skupinou.

Substituent R^1 znamená výhodně substituovanou sulfamoylovou skupinu, zvláště dimethylsulfamoylovou skupinu. Substituent R^2 znamená výhodně kyanoskupinu nebo thiokarbamoylovou skupinu. Jestliže substituent X znamená skupinu CR^4 , pak R^4 znamená výhodně atom vodíku, může však rovněž znamenat kyanoskupinu, methylovou skupinu nebo ethoxykarbonylovou skupinu. Substituent R^3 znamená výhodně fenylovou skupinu nebo benzoylovou skupinu, které jsou popřípadě substituovány až třemi substituenty zvolenými ze skupiny, která je tvořena atomem halogenu, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku (zvláště methylovou skupinou), trifluormethylovou skupinou, nitroskupinou a alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku (zvláště methoxykupinou).

Sloučeniny podle vynálezu mají fungicidní účinnost, zvláště proti houbovým chorobám rostlin, jako například proti houbám typu padlí, zvláště proti peronospóře révy vinné (*Plasmopara viticola*) a plísní bramborové (*Phytophthora infestans*). Uvedené sloučeniny jsou rovněž účinné proti různým druhům padlí na obilovinách, jako je například padlí travní (*Erysiphe graminis*), jakož i vůči houbovým chorobám rýže, jako je například *Pyricularia oryzae*, a strupovitosti jabloní (*Venturia inaequalis*). Sloučeniny podle vynálezu mohou být rovněž účinné vůči dalším druhům hub, jako je *Botrytis* spp., *Puccinia* spp., *Rhizoctonia* spp., *Fusarium* spp. a *Pythium* spp.

Předmětem předloženého vynálezu je tudíž fungicidní prostředek, jehož podstata spočívá v tom, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu shora uvedeného a definovaného obecného vzorce I ve směsi s ředidlem nebo nosnou látkou, které jsou použitelné v zemědělství.

Předložený vynález se rovněž týká způsobu potírání hub v místě zamoření nebo v místě náchylném k zamoření, který spočívá v aplikaci sloučeniny vzorce I na zamořené místo.

Fungicidní prostředek podle vynálezu může ovšem obsahovat i více než jednu sloučeninu obecného vzorce I.

Kromě toho může prostředek podle vynálezu obsahovat jednu nebo více dalších účinných látek, jako jsou například sloučeniny známé jako regulátory růstu rostlin, herbicidně účinné sloučeniny, fungicidně účinné látky, jakož i látky s insekticidními nebo akaricidními vlastnostmi. Alternativně lze sloučeniny podle vynálezu používat spolu s další účinnou látkou.

Ředidlo nebo nosná látka v prostředku podle vynálezu může být ve skupenství pevném nebo kapalném, popřípadě společně s povrchově aktivním prostředkem, jako například s dispergátorem, emulgátorem nebo emáčedlem. Vhodné povrchově aktivní prostředky zahrnují anionické sloučeniny, jako karboxyláty, například soli mastných karboxylových kyselin s

dlouhým řetězcem s kovy; N-acylsarkosináty; mono- nebo di-estery fosforečné kyseliny s ethoxylovaným mastným alkoholem nebo soli takových esterů; sulfatované mastné alkoholy, jako natriumdodecylsulfát, natriumoktadecylsulfát nebo natriumcetylsulfát; ethoxylované sulfatované mastné alkoholy; ethoxylované alkylfenolsulfáty; ligninsulfonáty; sulfonované ropné produkty; alkylarylsulfonáty, jako alkylbenzensulfonáty nebo nižší alkyl-naftalensulfonáty, jako například butyl-naftalensulfonát; soli sulfonovaných kondenzačních produktů naftalenu a formaldehydu; soli sulfonovaných kondenzačních produktů fenolu a formaldehydu nebo další sulfonované sloučeniny, jako sulfonované amidy, například sulfonovaný kondenzační produkt olejové kyseliny a N-methyltaurinu nebo dialkylsulfosukcináty, například natriumsulfonát dioktyleukcinátu.

Neionogenní povrchově aktivní prostředky zahrnují kondenzační produkty esterů mastných kyselin, mastných alkoholů, amidů mastných kyselin nebo fenolů substituovaných vyššími alkylovými nebo alkenylovými zbytky s ethylenoxidem, estery mastných kyselin odvozené od vícemocných alkoholů, jako jsou například estery sorbitanu s mastnými kyselinami, kondenzační produkty takových esterů s ethylenoxidem, například polyoxyethylenestery mastných kyselin a sorbitu; blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu, acetylenické glykoly, jako 2,4,7,9-tetramethyl-5-decín-4,7-diol, nebo ethoxylované acetylenické glykoly.

Jako příklady kationických povrchově aktivních prostředků lze uvést například alifatické mono-, di- nebo polyaminy, acetáty, naftenáty nebo oleáty; aminy obsahující kyslík, jako oxidy aminů nebo polyoxyethylenalkylaminy; aminy vázané amidickou vazbou, připravované kondenzací karboxylové kyseliny s di- nebo polyaminy; nebo kvarterní amoniové soli.

Prostředky podle vynálezu se mohou používat v kterékoli formě známé pro přípravu agrochemických prostředků; například ve formě roztoku, disperze; vodné emulze, popraše, mořidla osiva, vykuřovacího prostředku, dýmu, dispergovatelného prášku emulgovatelného koncentrátu nebo ve formě granulátu. Kromě toho se prostředek podle vynálezu může používat ve formě vhodné pro přímou aplikaci nebo ve formě koncentrátu základního prostředku, který se před aplikací ředí na požadovanou koncentraci vhodným množstvím vody nebo jiného ředidla.

Emulgovaný koncentrát obsahuje sloučeninu podle vynálezu rozpuštěnou v rozpouštědle, které není mísitelné s vodou, a které tvoří emulzi s vodou v přítomnosti emulgátoru.

Poprašek obsahuje sloučeninu podle vynálezu důkladně smísenou a rozemletou s pevným práškovitým ředidlem, například s kaolínem.

Granulát obsahuje sloučeninu podle vynálezu spolu s podobnými ředidly, které se mohou používat k přípravě popraší; avšak směs se známými způsoby granuluje. Granulát popřípadě obsahuje účinnou složku absorbovanou nebo adsorbovanou na předběžně granulované nosné látce, jako je například fuléreká hlínka; attapulgit nebo vápencová drť.

Směšitelné prášky, granulát nebo zrnité prostředky obsahují obvykle účinnou složku ve směsi s vhodným povrchově aktivním prostředkem a inertní práškové ředidlo, jako kaolín.

Dalším vhodným koncentrátem je suspenzní koncentrát, který se připravuje rozmělněním (roztíráním) sloučeniny podle vynálezu s vodou nebo jinou vhodnou kapalinou; směšecím prostředkem a suspenzním prostředkem.

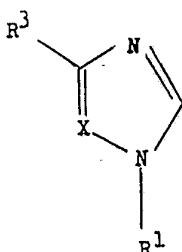
Koncentrace účinné složky v prostředku podle vynálezu, tak jak se aplikuje na rostliny, se pohybuje výhodně v rozmezí od 0,01 do 3,0 % hmotnostního, zvláště od 0,01 do 1,0 % hmotnostního. V koncentrátu se může obsah účinné složky pohybovat v širokém rozmezí a může činit například 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na hmotnost prostředku.

Způsobem podle vynálezu se fungicidní prostředek aplikuje na osivo, na rostliny nebo na místo, kde rostliny rostou. Prostředek lze aplikovat přímo do půdy před setím, při se-

tí nebo po zasetí. Účinná látka přítomná v půdě tak může potírat houbu, které by mohla napadnout osivo. Jestliže se půda přímo ošetřuje účinnou látkou; pak se může účinná látka aplikovat libovolným způsobem; který umožní její důkladné promísení s půdou, jako postřikem, pohazováním pevnou formou nebo granulátem; nebo aplikací účinné složky ve stejné době, kdy se provádí setí, a to aplikací do stejného řádku jako osivo. Vhodné aplikované množství se pohybuje v rozsahu od 0,05 do 20 kg na 1 ha, zvláště výhodně od 0,1 do 10 g/kg/ha.

Alternativně lze účinnou látku aplikovat přímo na rostlinu, například postřikem nebo poprášením; a to buď v době, kdy se houba objeví na rostlině, nebo před objevením se houby, jakožto preventivní opatření. V obou těchto případech je výhodným způsobem aplikace postřik listů rostlin. Obecně je důležité dosáhnout dobrého stupně kontroly houby v raném stádiu růstu rostliny než v době, kdy již může být rostlina velmi vážně poškozena. Jestliže je to žádoucí, může spray nebo popráš obvykle obsahovat preemergentně nebo postemergentně účinný herbicid. Někdy je z praktického hlediska žádoucí ošetření kořenů rostliny před sázením nebo během sázení, například ponořením kořenů do vhodné kapaliny nebo do pevného prostředku. Aplikuje-li se účinná sloučenina přímo na rostlinu; pak se vhodné aplikované množství pohybuje od 0,01 do 10 kg účinné látky na 1 ha; výhodně pak činí od 0,05 do 5 kg účinné látky na 1 ha.

Sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený shora, se podle tohoto vynálezu připravují kyanidací sloučenin obecného vzorce II



(II),

ve kterém

X, R^1 a R^2 mají shora uvedené významy.

Toho lze dosáhnout například reakcí sloučeniny obecného vzorce II se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém

Z znamená odštěpitelnou skupinu; jako kyanoskupinu nebo p-tosylovou skupinu.

Tato reakce se obecně provádí v přítomnosti silné báze; a výhodně v přítomnosti alkyl-derivátu kovu; jako butyllithia.

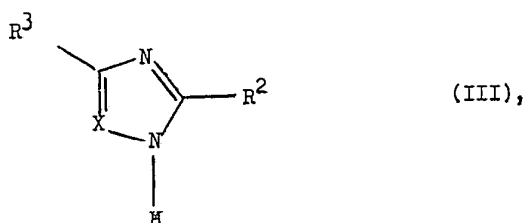
Kyanidace se může rovněž provádět

- i) formylací sloučeniny obecného vzorce II; například za použití dimethylformamidu v přítomnosti silné báze, jako butyllithia, za vzniku sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená formylovou skupinu;
- ii) reakcí této sloučeniny s hydroxylaminem a
- iii) následující dehydratací takto získaného oximu za vzniku žádané sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu.

Dehydratace se může provádět použitím dehydratačního činidla, jako anhydridu trifluoroctové kyseliny nebo esteru chloroacetenové kyseliny, za alkalických podmínek. V podle uvedeném případě může být esterová skupina substituována v poloze 1.

Sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená skupinu $-\text{CH}=\text{N}-\text{OR}^{10}$, se mohou získat stejným způsobem jako je popsán shora ve stupních (i) a (ii), za použití sloučeniny obecného vzorce $\text{H}_2\text{N}-\text{OR}^{10}$.

Sloučeniny obecného vzorce I lze rovněž získat reakcí sloučeniny obecného vzorce III



ve kterém

X , R^2 a R^3 mají shora uvedený význam,
příčemž R^2 neznámá thiokarbamoylovou skupinu,

se sloučeninou obecného vzorce

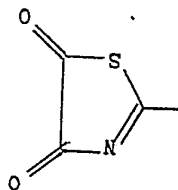


ve kterém

R^1 má shora uvedený význam a

Q znamená odštěpitelnou skupinu jako atom halogenu, zejména atom chloru.

Sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém substituent R^2 znamená kyanoskupinu, lze známým způsobem modifikovat za vzniku sloučenin obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená thiokarbamoylovou skupinu, reakcí se sirovodíkem, a pokud je to žádoucí, modifikací této skupiny známým způsobem za vzniku sloučenin obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená atom vodíku, nebo za vzniku sloučenin obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená skupinu vzorce



Shora zmíněné reakce se obvykle provádějí za použití vhodných acylhalogenidů nebo isokyanátů, například způsobem popsaným v EP 219 192.

Sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém X znamená skupinu CR^4 , kde R^4 má jiný význam než atom vodíku, se mohou rovněž připravovat známým způsobem, tj. reakcí sloučeniny, ve které R^4 znamená atom vodíku, se sloučeninou obecného vzorce

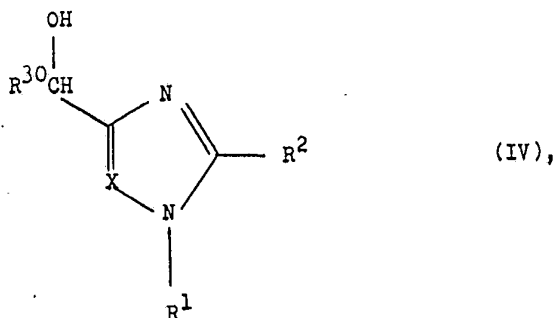


ve kterém

W znamená odštěpitelnou skupinu, jako například atom halogenu, výhodně atom jodu nebo atom chloru nebo p-toeylovou skupinu,

Tato reakce se obecně provádí v přítomnosti silné báze, zejména alkylderivátu kovu, jako v přítomnosti butyllithia.

Sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém R^3 znamená aroylovou skupinu, se mohou připravovat oxidací sloučeniny obecného vzorce IV

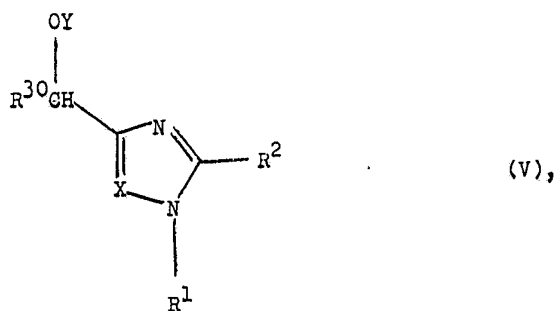


ve kterém

R^{30} znamená aroylovou skupinu zbavenou karbonylové skupiny, například za použití dvojchromanu, jako pyridiniumdichromátu.

Sloučeniny obecného vzorce II a obecného vzorce III jsou známe nebo se mohou připravovat různými metodami, například za použití metod, které se popisují v další části pro přípravu výchozích látek.

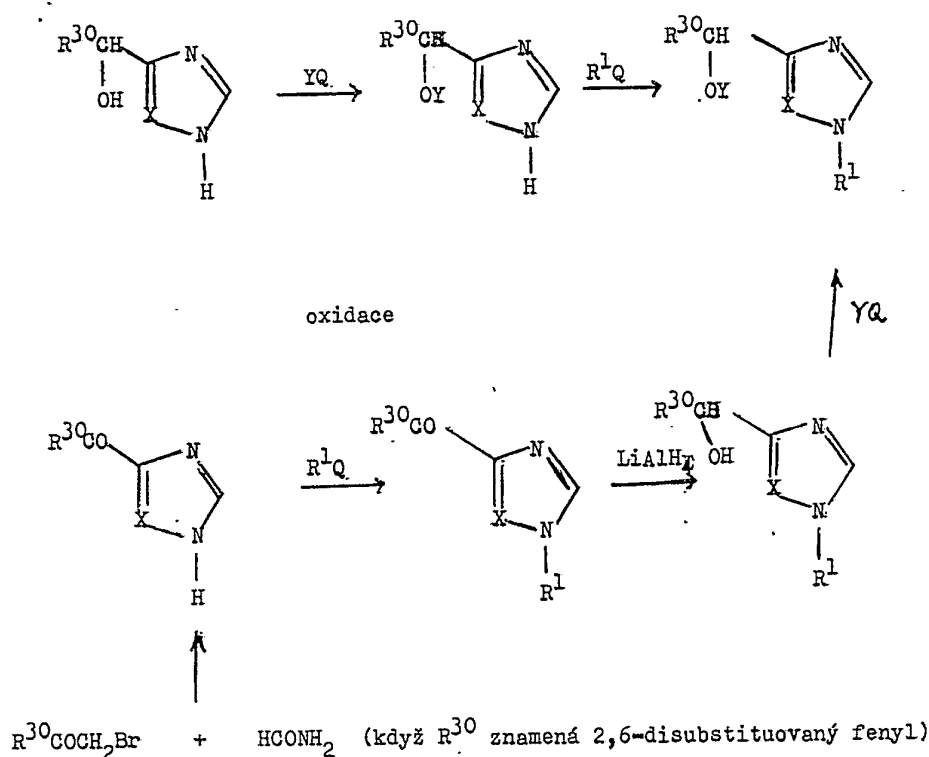
Sloučeniny obecného vzorce IV lze získávat odstraněním chránicí skupiny ze sloučeniny obecného vzorce V



ve kterém

Y znamená chránicí skupinu, jako trialkylsilylovou skupinu, a X, R^{30} , R^1 a R^2 mají shora uvedený význam.

Sloučeniny obecného vzorce V se mohou připravovat kyanidací atd.; jak popsáno shora, sloučenin obecného vzorce V, ve kterém R^2 znamená atom vodíku. Tyto sloučeniny lze připravovat podle následujícího reakčního schématu:



Vynález blíže ilustrují následující příklady. Struktury izolovaných nových sloučenin byly potvrzeny elementární a/nebo dalšími vhodnými analýzami. Teploty jsou uváděny ve stupních Celsia a nejsou korigovány.

P ř í k l a d 1

a) K 8,0 g 4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)imidazolu ve 125 ml tetrahydrofuranu se pod atmosférou suchého dusíku při teplotě -60°C přidá 10,57 ml 2,6M roztoku butyllithia v hexanu. Získaný roztok se míchá a po krátkém čase se k němu přidá 2,9 ml dimethylformamidu. Reakční směs se pozvolna zahřeje na teplotu místnosti a potom se k ní přidá zředěná chlorovodíková kyselina. Produkt se extrahuje ethylacetátem. Ethylacetátový extrakt se promyje vodou, vysuší se, rozpouštědlo se odpaří a pevný zbytek se překrytaluje z toluenu. Získá se 4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)-2-formylimidazol. Teplota tání 148 až 157°C (rozklad).

b) 6,26 g produktu získaného podle odstavce a) se přidá ke směsi 1,26 g hydrochloridu hydroxylaminu a 1,48 g octanu sodného ve 45 ml 95% ethanolu; načež se přidá 20 ml tetrahydrofuranu. Směs se zahřívá dvě minuty na parní lázni, potom se zfiltruje a pevný zbytek na filtru se promyje acetonem. Filtrát a promývací kapalina se spojí a rozpouštědlo se odpaří za sníženého tlaku. Zbytek se promyje vodou a vysuší se oxidem fosforečným. Získá se 4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)-2-(hydroxyiminomethyl)-imidazol. Teplota tání 145 až 157°C (rozklad).

c) K 6,26 g tohoto produktu v 4,24 ml pyridinu a 8 ml dioxanu se za míchání a za chlazení na ledové lázni přidá 1,88 ml anhydridu trifluoroctové kyseliny. Reakční směs se míchá 5 hodin při teplotě místnosti a potom se vylije do ledové vody. Pevný podíl se pak oddělí filtrací. Produkt se překrytaluje z toluenu, přičemž se získá 2-kyan-4-(2,4-di-

chlorfenyl)-1-dimethylsulfamoyl)imidazol o teplotě tání 161 až 164 °C (rozklad).
(Sloučenina 1)

P ř í k l a d 2

Tento příklad ilustruje alternativní způsob přípravy sloučeniny 1.

K roztoku 1,62 g 4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)imidazolu ve 30 ml absolutního tetrahydrofuranu se při teplotě -70 °C pod atmosférou suchého dusíku přidají 2 ml 2,5M roztoku butyllithia v hexanu. Reakční směs se míchá po dobu 15 minut; načež se ke směsi přidá 7 mmol redestilovaného tetrakyanidu rozpuštěného v absolutním tetrahydrofuranu a reakční baňka se složí do ledové lázně. Směs se míchá 30 minut; potom se vylije do vody a vyloučená sraženina se odfiltruje. Produkt skýtá po překrystalování sloučeninu 1.

P ř í k l a d 3

Míchanou suspenzí 1,73 g sloučeniny 1 z příkladu 1 v 0,7 ml triethylaminu a 10 ml pyridinu se za míchání a za chlazení na ledové lázni nechá po dobu 30 minut probublávat sirovodík. Potom se směs vylije do ledové vody, pevný podíl se oddělí filtrací, potom se vysuší oxidem fosforečným, přičemž se získá 4-(2,4-dichlorfenyl)-1-dimethylsulfamoyl-2-thiokarbamoylimidazol o teplotě tání 184 až 187 °C (sloučenina 2).

P ř í k l a d 4

Stejným způsobem jako je popsán v příkladu 1 se získá

- a) 1-(dimethylsulfamoyl)-2-formyl-4-fenylimidazol; a
- b) 1-(dimethylsulfamoyl)-2-(hydroxyiminomethyl)-4-fenylimidazol, teplota tání 165 až 170 °C (rozklad).

0,882 g tohoto produktu suspendovaného ve 20 ml absolutního tetrahydrofuranu se přidá k 90 mg hydridu sodného (80% suspenze v oleji) v absolutním tetrahydrofuranu. Po 1,5 hodině při teplotě místnosti se přidá 0,285 ml ethylesteru chlornravenčí kyseliny a směs se míchá přes noc. Získaná směs se poté přidá k ethylacetátu a zpracuje se obvyklým způsobem. Produkt se získá ve formě viskózního oleje. Tento olej se čistí metodou velmi rychlé chromatografie. Získá se 2-kyan-1-ethoxykarbonyl-4-fenylimidazol o teplotě tání 109 až 111 °C. (Sloučenina 3).

P ř í k l a d 5

0,54 ml dimethylsulfamoylchloridu se přidá ke směsi 0,865 g 2-kyan-4-(2-nitrofenyl)-1H-imidazolu a 150 mg hydridu sodného (80 % v oleji). Směs se zahřívá 1 hodinu k varu pod zpětným chladičem a potom se vylije do směsi ledu a vody a provede se extrakce ethylacetátem. Extrakt se promyje roztokem chloridu sodného; vysuší se a odpaří se. Zbýlý olej pozvolna ztuhne a promyje se etherem. Odfiltrováním se získá 2-kyan-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2-nitrofenyl)imidazol o teplotě tání 111 až 114 °C (sloučenina 4).

P ř í k l a d 6

2 ml 2,5M roztoku butyllithia se přidají k roztoku 1,77 g 1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazolu ve 25 ml tetrahydrofuranu a směs se udržuje na teplotě -78 °C. Roztok se míchá 15 minut a roztokem se nechá probublávat dikyan za zvýšení teploty až na 10 °C. Směs se odpaří a čistí se sloupcovou chromatografií. Potom se produkt trituruje s diisopropyletherem. Získá se 2-kyan-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazol o teplotě tání 142 až 150 °C. (Sloučenina 5).

P ř í k l a d 7

Roztok 1,0 g 2-kyan-4-(2,4-dichlorfenyl)imidazolu ve 30 ml tetrahydrofuranu se nechá reagovat s 0,16 g 80% disperze hydridu sodného v oleji. Potom se přikape roztok 0,89 g tetramethylfosfordiamidchloridu v 10 ml tetrahydrofuranu a reakční směs se míchá po dobu 1,5 hodiny pod atmosférou dusíku. Potom se reakční směs vylije do vody, směs se míchá a sraženina se odfiltruje; potom se sraženina vysuší a překrystaluje se ze směsi toluenu a hexanu. Získá se 1-bis(dimethylamino)fosforyl-2-kyan-4-(2,4-dichlorfenyl)imidazol o teplotě tání 140,5 až 141 °C. (Sloučenina 6).

P ř í k l a d 8

K míchanému roztoku 0,95 g sloučeniny 2 v 15 ml acetonu, který se ochlazuje v lázni tvořené směsí ledu a chloridu sodného, se přidá 0,23 ml oxalylchloridu. Vzniklá žlutá sraženina se odfiltruje, promyje se acetonem a vysuší se. Získá se 2-4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)imidazol-2-yl/thiazol-4,5-dion o teplotě tání 158 °C (rozklad). (Sloučenina 7).

P ř í k l a d 9

1,67 ml 2,5M roztoku butyllithia v hexanu se přidá pod atmosférou suchého dusíku k roztoku 1,38 g sloučeniny 1 ve 20 ml tetrahydrofuranu za teploty -78 °C. Reakční směs se při této teplotě míchá po dobu 20 minut a potom se k ní přidá 0,8 ml methyljodidu. Reakční směs se pak nechá zahřát na teplotu místnosti a potom se vylije do vody. Vodná fáze se extrahuje ethylacetátem a ethylacetátový extrakt se vysuší a odpaří se. Zbýlý olej se čistí metodou velmi rychlé chromatografie za použití směsi ethylacetátu a hexanu jako elučního činidla. Získá se 2-kyan-4-(2,4-dichlorfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)-5-methylimidazol. Teplota tání 92 až 95 °C. (Sloučenina 8).

P ř í k l a d 10

Tento příklad ilustruje alternativní způsob přípravy sloučeniny 5.

15,7 g 2-kyan-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlor- α -hydroxybenzyl)imidazolu se rozpustí v dichlormethanu. K získanému roztoku se přidá 28,9 g pyridiniumdichromátu a 58 g silikagelu (230 až 400 mesh) a reakční směs se míchá po dobu 11 hodin. Potom se směs zfiltruje a sraženina na filtru se promyje dichlormethanem. Filtrát a promývání kapaliny se odpaří za sníženého tlaku a zbytek se promyje diisopropyletherem a vysuší se za sníženého tlaku. Získá se 2-kyan-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazol o teplotě tání 142 až 151 °C. (Sloučenina 5).

P ř í k l a d 11

1-(dimethylsulfamoyl)-2-formyl-4-(2,3,4-trichlorfenyl)imidazol se nechá reagovat s hydrochloridem O-allylhydroxylaminu stejným způsobem jako je popsán v příkladu 1 pro reakci s hydrochloridem hydroxylaminu. Získá se 2-allyloxyminomethyl-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,3,4-trichlorfenyl)imidazol. Teplota tání 87 až 88 °C. (Sloučenina 9).

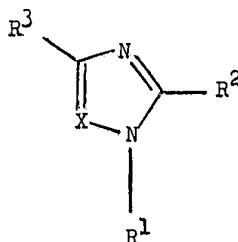
Výchozí látka se připraví stejným způsobem jako je popsán v příkladu 1.

P ř í k l a d 12

Analogickým způsobem jako je popsán v některém z předcházejících příkladů se získají sloučeniny, které jsou uvedeny v následující tabulce. Sloupec "P" v tabulce označuje při-

klad resp. metodu popsanou v příslušném příkladu, podle které bylo postupováno při přípravě dotyčné sloučeniny.
Zkratka "Ph" označuje fenylovou skupinu, která může být substituována uvedeným způsobem; tak například 3,4-Cl₂-Ph- označuje 3,4-dichlorfenylovou skupinu.

T a b u l k a



sloučení- na č.	R ³	R ¹	X	R ²	P	teplota tání (° C)
10	4-Br-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	158 - 174
11	4-MeO-Ph	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	152 - 154
12	4-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	166 - 168
13	3,4-Cl ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	145 - 146
14	2,4-Cl ₂ -3-CN-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	197 - 201
15	4-Cl-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	170 - 171
16	3,4-Cl ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	184 - 186
17	4-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	183 - 185
18	4-F-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	191 - 193
19	4-Cl-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	194 - 195
20	2,3,4-Cl ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	161 - 163
21	4-Br-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	188 - 189
22	CF ₃ -	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	86 - 87
23	2,4-F ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	161 - 163
24	3-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	144 - 145
25	2-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	76 - 77,5
26	2,4-Cl ₂ -Ph-	SO ₂ N 	CH	CN	2	169 - 170
27	2,6-Cl ₂ -Ph-CO-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN ₂	2	166 - 167

slouče- nine č.	R ³	R ¹	X	R ²	P	teplota tání (°C)
28	5-Cl-thien-2-yl	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	138 - 140
29	2,4,6-Me ₃ -PhCO-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	149 - 151
30	4-F-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	172 - 177
31	2,3,4-Cl ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	143 - 148
32	Ph-	SO ₂ NMe ₂	N	CN	1	107 - 111
33	2,5-Cl ₂ -thien-3-yl	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	118 - 119
34	Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	1	104 - 105
35	4-NO ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	5	202 - 208
36	2-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	113 - 115
37	3-CF ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	193 - 195
38	2,4-F ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CSNH ₂	3	168 - 170
39	2,3,4-Cl ₃ -Ph-	P(=O)(NMe ₂) ₂	CH	CN	7	143 - 148
40	2,4,5-Cl ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	182 - 184
41	2-Cl-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	148 - 149
42	2,4-Cl ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	172 - 173
43	2,4-Me ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	100 - 101
44	2-F-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	126 - 128
45	3-F-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	122 - 123
46	Me	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	88 - 90
47	3-Cl-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	118 - 120
48	H	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	118 - 120
49	4-CN-Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	226 - 233
50	4-Cl-PhN(Me)SO ₂ -	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	194 - 197
51	Me ₂ NSO ₂ -	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	154 - 155
52	4-MeO-Ph-	SO ₂ NMe ₂	N	CN	2	135 - 136
53	4-CN	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	110 - 112
54	2,3,4-Cl ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	CH=NOMe	11	182 - 184
55	2,4-Me ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	N	CN	2	121 - 123
56	Ph ₂ C(OEt)-	SO ₂ NMe ₂	C(Me)	CN	2	165 - 166
57	2,4-Cl ₂ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	C(CN)	CN	9 ¹⁾	105
58	4-Br-Ph-	SO ₂ NMe ₂	C(COOEt)	CN	9 ²⁾	110 - 113

sloučení- na č.	R ³	R ¹	X	R ²	P	teplota tání (°C)
59	4-Cl-Ph-CH=CH-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	2	93 - 94
60	H	SO ₂ NMe ₂	C(Ph)	CN	2	98 - 106
61	PhCO-	SO ₂ NMe ₂	CH	CN	10	145 - 147
62	2,3,4-Cl ₃ -Ph-	SO ₂ NMe ₂	CH	2-thiazol- -4,5-dion		157 - 159
63	Ph-S-	SO ₂ NMe ₂	CH	2-thiazol- -4,5-dion		83,5 - 84

Legenda k tabulce:

- 1) reakce se provádí za použití p-tosylkyanidu
- 2) reakce se provádí za použití ethylesteru chlormravenčí kyseliny

P ř í k l a d 1 3

0,97 g acetylchloridu se přikape za míchání a chlazení k 2,56 g sloučeniny 20 ve 20 ml acetonu. Reakční směs se zahřívá po dobu 30 minut k varu pod zpětným chladičem a potom se odpaří. Zbytek se extrahuje dichlormethanem a extrakt se promyje vodou, vysuší se, odpaří se a čistí se sloupcovou chromatografií. Získá se 2-(N-acetylthiokarbamoyl)-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,3,4-trichlorfenyl)imidazol o teplotě tání 132 až 134 °C. (Sloučenina 64).

P ř í k l a d 1 4

Směs 0,31 g sloučeniny 63 ve 25 ml dichlormethanu a 0,54 g m-chlorperbenzoesové kyseliny (80%) se míchá 3 hodiny při teplotě místnosti. Potom se směs extrahuje vodou a potom vodným roztokem uhličitanu sodného, načež se organická fáze vysuší a odpaří. Zbytek se překrystaluje ze směsi toluenu a hexanu. Získá se 2-kyan-4-(fenylsulfonfyl)-1-(dimethylsulfamoyl)imidazol o teplotě tání 164 až 165,5 °C (rozklad). (Sloučenina 65).

Příprava výchozích látek:

Následující metody ilustrují typické způsoby přípravy výchozích látek.

Metoda A

(použita pro přípravu výchozí látky z příkladu 1)

Směs 12,14 g 4-(2,4-dichlorfenyl)-1H-imidazolu, 13 ml triethylaminu a 7,5 ml dimethylsulfamoylchloridu v 50 ml tetrahydrofuranu se míchá po dobu 18 hodin při teplotě místnosti a potom se zahřívá k varu pod zpětným chladičem až již téměř nelze prokázat přítomnost výchozí látky. Organická fáze se zředí 300 ml ethylacetátu, promyje se zředěnou chlorovodíkovou kyselinou, vodou a vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného, vysuší se a rozpouštědlo se odpaří. Získá se olejovitá pevná látka, která se čistí metodou velmi rychlé chromatografie. Po překrystalování produktu se získá 4-(2,4-dichlorfenyl)-2-(dimethylsulfamoyl)imidazol. Teplota tání: 169 až 171 °C.

Metoda B

(použita pro přípravu výchozí látky sloučenin 4 a 35)

Směs 6,72 g sloučeniny 34 a 98 ml 0,5M roztoku nitroniumtetrafluoroborátu v sulfola-

nu ve 25 ml sulfolanu se míchá 16 hodin při teplotě místnosti. Potom se směs přidá do směsi ledu a vody a vyloučený produkt se odfiltruje. Pevný zbytek na filtru se promyje vodou a vysuší se. Potom se čistí metodou velmi rychlé chromatografie za použití směsi ethylacetátu a hexanu jako elučního činidla. Získá se 2-kyan-4-(4-nitrofenyl)-1H-imidazol o teplotě tání 230 °C (rozklad). Filtrát se extrahuje ethylacetátem a ethylacetátový extrakt se zpracuje obvyklým způsobem. Zbytek se čistí metodou velmi rychlé chromatografie za použití směsi ethylacetátu a hexanu jako elučního činidla. Získá se 2-kyan-4-(2-nitrofenyl)-1H-imidazol. Teplota tání 166 až 170 °C (rozklad).

Metoda C

(použita pro přípravu výchozí látky z příkladu 6)

Směs 42 g 2-brom-2',4',6'-trichloracetofenonu a 200 ml formamidu se zahřívá k varu pod zpětným chladičem po dobu 2 hodin za neustálého míchání. Potom se reakční směs ochladí, vylije se do 2M roztoku chlorovodíkové kyseliny, směs se zahřeje na parní lázni, zfiltruje se a filtrát se zalkalizuje přidáním amoniaku. Pevný podíl se odfiltruje a vysuší se za sníženého tlaku. Získá se surový 4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazol. Tento surový produkt se potom nechá reagovat s dimethylsulfamoylchloridem podobným způsobem jako je popsán v příkladu 1. Získá se 1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazol.

Metoda D

(použita pro přípravu výchozí látky z příkladu 7)

Roztok 4 g sloučeniny 1 ve 40 ml tetrahydrofuranu a 15 ml vody se zahřívá k varu pod zpětným chladičem a pak se nechá reagovat s vodným roztokem hydroxidu sodného a methanolickým roztokem uhličitanu draselného až je podle chromatografie na tenké vrstvě reakce dokončena. Reakční směs se potom zneutralizuje chlorovodíkovou kyselinou a vyloučená sraženina se odfiltruje, promyje se vodou, vysuší se a čistí se metodou velmi rychlé sloupcové chromatografie (za použití směsi petroletheru (o teplotě varu 60 až 80 °C) a ethylacetátu v poměru 3:1 jako elučního činidla). Získá se 2-kyan-4-(2,4-dichlorfenyl)imidazol.

Metoda E

(použita pro přípravu výchozí látky z příkladu 10)

2,6 g 1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlorbenzoyl)imidazolu v 15 ml absolutního tetrahydrofuranu se přidá v průběhu 30 sekund ke 110 mg lithiualuminiumhydridu v 15 ml absolutního tetrahydrofuranu za chlazení. Směs se potom míchá při teplotě 5 °C po dobu 30 minut. Potom se ke směsi přidá 0,110 ml vody, 0,110 ml 15% vodného roztoku hydroxidu sodného a 0,330 ml vody a směs se míchá 15 minut při teplotě místnosti. Potom se směs zfiltruje a sraženina se promyje tetrahydrofuranem. Filtrát a promývací kapaliny se odpaří za sníženého tlaku a zbytek se promyje diisopropyletherem a vysuší se za sníženého tlaku. Získá se 1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlor- α -hydroxybenzyl)imidazol, ve formě špinavě bílé pevné látky. K 1,92 g tohoto produktu ve 40 ml absolutního tetrahydrofuranu se za míchání pod atmosférou dusíku přidá 170 mg hydridu sodného (80% v oleji). Potom se ke směsi přidá při teplotě 30 °C 0,7 ml trimethylsilylchloridu za vzniku trimethylsilyl etheru. Směs se potom ochladí na -70 °C a přidá se 2,2 ml 2,5M roztoku butyllithia v hexanu. Směs se míchá při teplotě -78 °C po dobu 30 minut, přidá se 0,5 ml dimethylformamidu a směs se nechá zahřát na teplotu místnosti. Potom se směs vylije do směsi ledu a vody, míchá se po dobu 30 minut a pevná látka se odfiltruje a vysuší se. Získá se surový 1-(dimethylsulfamoyl)-2-formyl-4-((2,4,6-trichlor- α -(trimethylsilyloxy)benzyl)imidazol. Na tuto sloučeninu se pak působí hydrochloridem hydroxyaminu podobným způsobem jako je popsán v odst. (b) příkladu 1, přičemž se získá surový 1-(dimethylsulfamoyl)-2-(hydroxyiminomethyl)-4-(2,4,6-trichlor- α -hydroxybenzyl)imidazol. Ten se ne-

chá reagovat s anhydridem trifluoroctové kyseliny podobným způsobem jako je popsán v odstavci (c) příkladu 1, přičemž se získá surový 2-kyan-1-(dimethylsulfamoyl)-4-(2,4,6-trichlor- α -hydroxybenzyl)imidazol ve formě špinavě bílé pevné látky.

Metoda F

(použita pro přípravu výchozí látky sloučeniny 56)

Ethylester 5-methylimidazol-4-karboxylové kyseliny se převede Grignardovou reakcí za použití fenylmagnesiumbromidu na 4-/ethoxy(difenyl)methyl/-5-methylimidazol o teplotě tání 205 °C. Získaná látka se potom nechá reagovat s dimethylsulfamoylchloridem podobným způsobem jako je popsán v příkladu 1, přičemž se získá 1-dimethylsulfamoyl-4-/ethoxy(difenyl)methyl/-5-methylimidazol o teplotě tání 150 °C.

Metoda G

(použita pro přípravu výchozí látky sloučeniny 50)

Imidazol-4-sulfonylchlorid se nechá reagovat s 4-chlor-N-methylanilinem, přičemž se získá 4-/N-(4-chlorfenyl)-N-methylsulfamoyl/imidazol o teplotě tání 217 až 219 °C. Tato látka se pak nechá reagovat s dimethylsulfamoylchloridem podobným způsobem jako je popsán v příkladu 1, přičemž se získá 1-dimethylsulfamoyl-4-/N-(4-chlorfenyl)-N-methylsulfamoyl/-imidazol. Teplota tání 131,5 až 132 °C.

Metoda H

(použita pro přípravu výchozí látky sloučeniny 60)

6,36 g N-benzyliden-N',N'-dimethylsulfamidu se míchá s 9,75 g p-toluensulfonylmethylisokyanidu a 8,28 g uhličitanu draselného v methanolu a dimethoxyethanu po dobu 18 hodin. Reakční směs se zfiltruje a filtrát se odpaří a odparek se překrystaluje ze směsi ethylacetátu a hexanu, přičemž se získá 1-dimethylsulfamoyl-5-fenylimidazol.

Výchozí látky pro příklad 14 se připraví reakcí výchozí látky použité pro sloučeninu 1 se dvěma mol směsi butyllithia a dimethylformamidu, přičemž se získá 4-(2,4-dichlor-3-formylfenyl)-1-(dimethylsulfamoyl)-2-formylimidazol. Ten se pak nechá reagovat se dvěma mol hydrochloridu hydroxylaminu, za vzniku 4-/2,4-dichlor-3-(hydroxyiminomethyl)fenyl/-1-(dimethylsulfamoyl)-2-(hydroxyiminomethyl)imidazolu. Ten se dále nechá reagovat se dvěma ekvivalenty anhydridu trifluoroctové kyseliny, přičemž se získá žádaný produkt.

Ostatní výchozí látky jsou buď známé nebo se připravují některou z těchto nebo podobných metod. Obecně není nutno tyto látky čistit a tak se neuvádějí ani jejich fyzikální data.

Testy ilustrující biologickou účinnost:

Sloučeniny vzorce I podle vynálezu se testují pomocí různých testů.

a) Testy, při kterých se účinná látka aplikuje na listy rostlin

Zkoumá se účinnost sloučenin vůči jedné nebo několika z následujících druhů hub:
padlí travní (*Erysiphe graminis*) /EG/
peronospóra révy vinné (*Plasmopara viticola*) /PV/
Pyricularia oryzae (PO)
plíseň šedá (*Botrytis cinerea*) /BC/
strupovitost jablek (*Venturia inaequalis*) /VI/
plíseň bramborová (*Phytophthora infestans*) /PI/

Při těchto testech se na vhodnou rostlinu aplikují postřikem vodné roztoky nebo disperze sloučenin o žádané koncentraci včetně smáčedla. Poté se rostliny inokulují postřikem suspenzí spór houby nebo se infikují poprášením infikovaným materiálem nebo třesením infikovaného materiálu nad ošetřenými rostlinami (pro druh *Erysiphe* spp.).

Rostliny se potom udržují za kontrolovaných vnějších podmínek vhodných pro příznivý růst rostliny a vývoj choroby. Po uplynutí vhodného časového intervalu se vizuálně zjistí stupeň napadení povrchu listu.

Sloučeniny se pokládají za účinné, jestliže při koncentraci 125 ppm (hmotnost/objem) nebo při koncentraci nižší potlačí ve srovnání s kontrolou rozsah choroby na více než 50%.

b) Test na půdní houby

Při těchto pokusech se zjišťuje účinnost vůči *Rhizoctonia solani* (RS).

Baňky obsahující směs kukuřičné mouky a písku se inokulují testovanou houbou a potom se směs inkubuje. Kultura pomnožená ve směsi kukuřičné mouky a písku se použije k zamoření kompostovky, která se pak plní do květináčů z plastické hmoty. Do květináčů se potom přidají vodné roztoky nebo disperze testovaných sloučenin, včetně směsede, až k dosažení požadované koncentrace testované sloučeniny v každém květináči. Ke kontrolním květináčům se přidají stejné roztoky nebo disperze, avšak bez přídavku testované sloučeniny. Bezprostředně po aplikaci testované látky se do každého květináče zasejí semena hlávkového zelí. Semena se zakryjí ošetřenou infikovanou půdou a květináče se inkubují za kontrolovaných vnějších podmínek vhodných pro růst rostlin a vývoj choroby. Zjišťuje se počet vzešlých klíčících rostlin hlávkového zelí a srovnáním s neošetřenými infikovanými květináči se vypočítá procentuální účinek potírání choroby.

Sloučeniny se pokládají za účinné, jestliže při koncentraci 100 dílů hmotnostních sloučeniny nebo méně na 1 000 000 dílů objemových půdy potlačují ve srovnání s kontrolou rozsah choroby na více než 50 %.

Účinnost testovaných sloučenin je shrnuta v následující tabulce (+ = sloučenina je účinná).

T a b u l k a

slouče- nina č.	EG	PO	PI	PV	BC	VI	RS
1	+		+	+			
2			+	+			
3				+	+		
4	+		+	+			
5			+	+			
6			+				
7	+			+			
8			+			+	
9			+				
10			+	+			
11						+	
12			+	+			
13			+				
14	+		+	+			
15		+	+				
16			+	+			
17			+	+			
18			+	+			

pokračování tabulky:

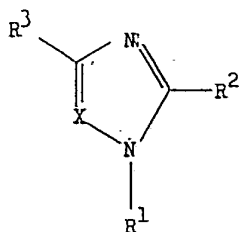
slouče- nina č.	EG	PO	PI	PV	BC	VI	RS
19		+	+				
20			+	+		+	
21		+	+				
22			+	+			+
23			+				
24			+	+		+	
25			+			+	
27					+		
27			+				
28		+	+		+		
29	+		+				
30		+	+	+			
31	+		+	+		+	
32				+			
33			+	+			
34			+				
35	+		+				
36			+				
37			+				
38			+				
39			+	+			
40			+				
41			+	+			
42			+	+			
43			+				
44			+				
45			+				
46		+		+			
47			+				
48		+					
49			+				
50			+				
51			+				
52			+				
53			+				
54			+			+	
55			+	+			

pokračování tabulky:

slouče- nina č.	EG	PO	PI	PV	BC	VI	RS
56			+				
57		+	+				
58			+				
59			+				
60			+				
61			+				
62			+	+			
63			+				
64			+	+		+	
65			+				
prochloraz	+						
flutolanil		+					
maneb			+				
oxychlorid rtuťnatý				+			
iprodione					+		
fenarimol						+	
quintozene							+

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Fungicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I

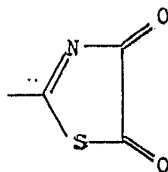


(I),

ve kterém

X znamená skupinu CR^4 nebo atom dusíku,

- R^1 znamená skupinu $-\text{SO}_2R^5$, $-\overset{\overset{R^6}{\parallel}}{\text{P}}-R^7$ nebo $-\text{COR}^8$,
 R^2 znamená skupinu $-\text{CN}$, $-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\underset{\underset{\text{S}}{\mid}}{\text{C}}}-\text{NH}-R^9$, $-\text{CH}=\text{N}-\text{OR}^{10}$ nebo



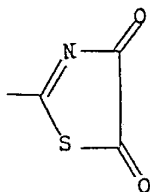
- R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována atomem halogenu, fenylovou skupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, dále znamená alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována fenylovou skupinou, dále znamená atom vodíku, kyanoskupinu, fenyلكarbonylovou skupinu, fenylothioskupinu, fenylovou skupinu, thienylovou skupinu, která je popřípadě substituována 1 až 2 atomy halogenu; dále znamená N,N-dialkylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo N-alkyl-N-fenylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylové části,
- R^4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, fenylovou skupinu, kyanoskupinu nebo alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části;
- R^5 znamená N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo morfolinoskupinu;
- R^6 a R^7 jsou stejné nebo navzájem rozdílné a znamenají N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech;
- R^8 znamená alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku;
- R^9 znamená atom vodíku nebo alkanoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
- R^{10} znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku,

příčemž ve shora uvedených substituentech je kterákoliv fenylová skupina samotná nebo jako součást jiného zbytku představována fenylovou skupinou, která je popřípadě substituována jedním až třemi stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru; který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, nitroskupinou a trifluormethylovou skupinou; ve směsi s ředidlem nebo s nosnou látkou, které jsou použitelné v zemědělství.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém

- X znamená skupinu CR^4 nebo atom dusíku, R^6
- R^1 znamená skupinu $-\text{SO}_2R^5$, dále skupinu $-\overset{\overset{R^6}{\parallel}}{\text{P}}-R^7$
nebo skupinu $-\text{COR}^8$,
 R^2 znamená kyanoskupinu, skupinu $-\overset{\overset{\text{S}}{\parallel}}{\text{C}}-\text{NH}-R^9$ nebo

skupinu vzorce



- R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována atomem halogenu, fenylovou skupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, dále znamená alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována fenylovou skupinou; dále znamená atom vodíku, kyanoskupinu, fenyلكarbonylovou skupinu, fenylothioskupinu, fenylovou skupinu, thienylovou skupinu, která je popřípadě substituována 1 až 2 atomy halogenu; dále znamená N,N-dialkylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo N-alkyl-N-fenylaminosulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkyly,
- R^4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, fenylovou skupinu, kyanoskupinu nebo alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části,
- R^5 znamená N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo morfolinoskupinu,
- R^6 a R^7 jsou stejné nebo navzájem rozdílné a znamenají N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech,
- R^8 znamená alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
- R^9 znamená atom vodíku nebo alkanoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
- R^{10} znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku,

příčemž ve shora uvedených substituentech je kterákoliv fenylová skupina samotná nebo jako součást jiného zbytku představována fenylovou skupinou, která je popřípadě substituována 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituovanými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku nebo nitroskupinou,

ve směsi s ředidlem nebo s nosnou látkou, které jsou použitelné v zemědělství.

3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém

- X znamená skupinu CR^4 nebo atom dusíku,
- R^1 znamená skupinu $-SO_2R^5$, $-P(=O)(R^6)-R^7$ nebo $-COR^8$,
- R^2 znamená skupinu $-CN$ nebo $-C(=S)-NH-R^9$,
- R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována atomem halogenu, fenylovou skupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku; dále znamená atom vodíku, fenylovou skupinu nebo thienylovou skupinu, která je popřípadě substituována 1 až 2 atomy halogenu,
- R^4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu;

R^5 znamená N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech nebo morfolinoskupinu;

R^6 a R^7 jsou stejné nebo navzájem rozdílné a znamenají N,N-dialkylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylových částech;

R^8 znamená alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a

R^9 znamená atom vodíku nebo alkanoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

příčemž ve shora uvedených substituentech je kterákoliv fenylová skupina samotná nebo jako součást jiného zbytku představována fenylovou skupinou, která je popřípadě substituována 1 až 3 stejnými nebo rozdílnými substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, kyanoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, nitroskupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku,

ve směsi s ředidlem nebo nosnou látkou, které jsou použitelné v zemědělství.

4. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^1 znamená dimethylsulfamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 1.

5. Prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^1 znamená dimethylsulfamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 2.

6. Prostředek podle bodu 3, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^1 znamená dimethylsulfamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 3.

7. Prostředek podle bodu 1 nebo 4, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu nebo thio-karbamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 1 nebo 4.

8. Prostředek podle bodu 2 nebo 5, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu nebo thio-karbamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 2 nebo 5.

9. Prostředek podle bodu 3 nebo 6, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu nebo thio-karbamoylovou skupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 3 nebo 6.

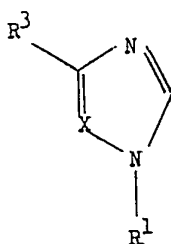
10. Prostředek podle bodu 1, 4 a 7, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^3 znamená fenylovou skupinu nebo benzoylovou skupinu, které jsou popřípadě substituovány až třemi substituenty zvolenými ze souboru, který je tvořen atomem halogenu, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, zejména methylovou skupinou, trifluormethylovou skupinou, nitroskupinou a alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, zvláště methoxy skupinou, a ostatní substituenty mají význam uvedený v kterémkoliv z bodů 1, 4 a 7.

11. Prostředek podle bodu 2, 5 a 8, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^3 znamená fenylovou skupinu nebo benzoylovou skupinu, která je popřípadě substituována atomem halogenu, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, zejména methylovou skupinou, nitroskupinou nebo alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, zejména methoxy skupinou, a ostatní substituenty mají význam uvedený v kterémkoliv v bodě 2, 5 a 8.

12. Prostředek podle bodu 3, 6 a 9, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R^3 znamená fenylovou skupinu, která je popřípadě substituována atomem halogenu, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku,

zejména methoxyskupinou, a ostatní substituenty mají význam uvedený v kterémkoliv z bodů 3, 6 a 9.

13. Způsob výroby účinné složky prostředku podle bodu 1 obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 1, vyznačující se tím, že se kyaniduje sloučenina obecného vzorce II



(II),

ve kterém

R^1 , X a R^3 mají významy uvedené v bodě 1.

14. Způsob výroby účinné složky podle bodu 2 obecného vzorce I; ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 2, vyznačující se tím, že se kyaniduje sloučenina obecného vzorce II, ve kterém R^1 , X a R^3 mají významy uvedené v bodě 2.

15. Způsob výroby účinné složky podle bodu 3 obecného vzorce I, ve kterém R^2 znamená kyanoskupinu a ostatní substituenty mají význam uvedený v bodě 3, vyznačující se tím, že se kyaniduje sloučenina obecného vzorce II, ve kterém R^1 , X a R^3 mají význam uvedený v bodě 3.