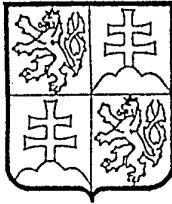


ČESKÁ A SLOVENSKÁ  
FEDERATIVNÍ  
REPUBLIKA  
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# PATENTOVÝ SPIS 276 621

(21) Číslo přihlášky : 8650-88.R

(22) Přihlášeno : 22 12 88

(30) Prioritní data :

(40) Zveřejněno : 18 03 92

(47) Uděleno : 20 05 92

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 15 07 92

(13) Druh dokumentu : B 6

(51) Int. Cl.<sup>5</sup> :  
C 07 C 235/00  
C 07 C 233/12  
A 01 N 37/30

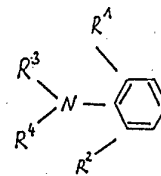
(73) Majitel patentu : SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA, BRATISLAVA

(72) Původce vynálezu : KRUTOŠÍKOVÁ ALŽBETA doc. ing. CSc.,  
KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc.,  
DANDÁROVÁ MILOSLAVA ing. CSc.,  
KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

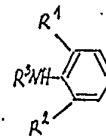
(54) Název vynálezu : N-substituované-2,6-dialkylanilidy  
a způsob ich přípravy

(57) Anotace :

Fungicidně účinné 2,6-dialkylanilidy vzorca I, kde  $R^1$  je methyl alebo ethyl,  $R^2$  je methyl alebo ethyl,  $R^3$  je vodík, 2-furfuryl, 5-(3,4-dichlórphenyl)-2-furfuryl, 1-hydroxy-2-propyl, 1-metoxý-2-propyl, 1-metoxýkarbonyl-1-etyl a  $R^4$  je chlóracetyl, 3-(2-furyl)propenoyl, 3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl, alebo benzoyl. Pripravujú sa pôsobením arylchloridu vzorca III na dialkylanilín vzorca II, kde  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  a  $R^4$  majú zhora uvedený význam.



/I/



/II/



/III/

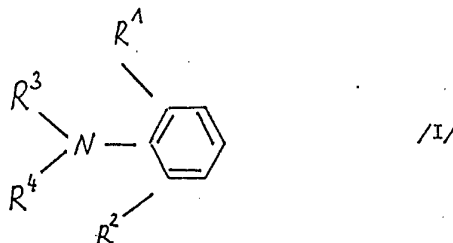
Vynález sa týka fungicídne účinných N-substituovaných 2,6-dialkylanilidov a spôsobu ich prípravy.

Z literatúry sú známe herbicídne účinné halogénacetanilidy Ger Offen 2328340 (1974), Proc. Northeast. Weed Sci. Soc. 29,9 (1975); Swiss 581607 (1977), Belg. 870067 (1979), Ger Offen 2921509 (1979), Ger Offen 2,837863 (1980), Eur. Pat. Appl. 12158 (1980), Brit. 2043442 (1980), Brit. 2049427 (1980), Brit. 2073173 (1981), US 4317916 (1982).

V uvedenej literatúre sa diskutuje súvislosť medzi herbicídnu účinnosťou a chemickou štruktúrou účinnej látky. Medzi tieto zlúčeniny patrí metolachlór, ktorý je aktívnou zložkou protitrávového herbicídu DUAL<sup>R</sup>. Štyri stereoizoméry metolachlóru boli pripravené a ich absolútna konfigurácia bola dokázaná röntgenoštruktúrnou analýzou. Biologická aktivita jednotlivých stereoizomérov je rozdielna a je ovplyvnená konfiguráciou chirálneho centra; S-izoméry sú aktívnejšie ako R-antipódy.

Štúdiom literatúry sa zistilo, že N-substituované-2,6-dialkylanilidy obsahujúce 5-(3,4-dichlórfenyl)-2-furfuryl, 3-(2-furyl)propenoyl a 3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl zvyšok neboli doteraz pripravené.

Predmetom vynálezu sú N-substituované-2,6-dialkylanilidy vzorca



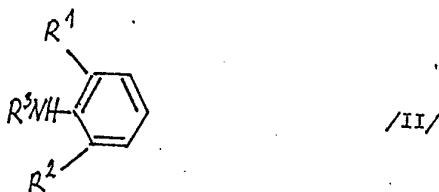
kde R<sup>1</sup> je metyl, etyl

R<sup>2</sup> je metyl, etyl

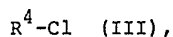
R<sup>3</sup> je H; 2-furfuryl, 5-(3,4-dichlórfenyl)-2-furfuryl, 1-hydroxy-2-propyl, 1-metoxy-2-propyl, 1-metoxykarbonyl-1-etyl

R<sup>4</sup> je chlóracetyl, 3-(2-furyl)propenoyl, 3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl, benzoyl.

Podstata spôsobu prípravy N-substituovaných-2,6-dialkylanilidov spočíva v tom, že na N-substituovaný-2,6-dialkylanilín vzorca II



kde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> majú horeuvedený význam sa pôsobí acylchloridom vzorca III



kde R<sup>4</sup> má horeuvedený význam

v benzéne alebo toluéne v prítomnosti uhličitanu sodného pri teplotách 25 až 60 °C.

Výhody spôsobu prípravy zlúčenín I podľa vynálezu spočívajú okrem iného v tom, že sa reakcia N-substituovaných-2,6-dialkylanilínov s acylchloridmi uskutočňuje v nenáročných podmienkach v jednom stupni s dobrým výťažkom.

Niektoré z pripravených zlúčenín prejavili antifungálnu aktivitu. Sledovaním štandardnou metódou zlúčeniny IV, V, VI a XIX vytvorili sterilnú zónu u Phytophora infestans, IV, V, VI, XVIII, XXII, XXIII a XXIV u Botrytis cineres, IV, V, VI, VII, XVIII, XXII,

XXIII, XXIV u *Fusarium nivale* (tab. 11).

#### Príklad 1

N-3-(2-Furyl)propenoyl-2,6-dialkylanilidy (I-III).

K suspenzii 2,6-dialkylanilínu (0,02 mol) a uhličitanu sodného (2,12 g, 0,02 mol) v benzéne (10 ml), sa pridá 3-(2-furyl)propenoylchlorid (3,13 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) pri teplote 25 °C. Reakčná zmes sa mieša pri laboratórnej teplote ešte 1 hodinu. Vylúčený chlorid sodný sa odfiltruje, filtrát sa zahustí vo vákuu a zvyšok sa prekryštalizuje z etanolu. Podobne sa pri použití 3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl chloridu pripraví N-3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl-2,6-dialkylanilidy (IV-VI). Konštanty zlúčenín I - VI sa uvádzajú v tab. 1 a 6.

#### Príklad 2

N-(2-Furfuryl)-N-3-(2-furyl)propenoyl-2,6-dialkylanilidy (VII - IX)

K suspenzii N-(2-furfuryl)-2,6-dialkylanilínu (0,02 mol) a uhličitanu sodného (2,12 g, 0,02 mol) v toluéne (15 ml) sa pridá 3-(2-furyl)propenoylchlorid (3,13 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) pri teplote 25 °C. Reakčná zmes sa mieša pri laboratórnej teplote ešte 3 h, prefiltruje sa, po oddestilovaní rozpúšťačiel vo vákuu sa prekryštalizuje z etanolu. Podobne sa pripravili N-(2-furfuryl)-N-3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl-2,6-dialkylanilidy (X - XII). Výťažky, fyzikálne konštanty a spektrálne charakteristiky sú uvedené v tab. 2 a 7.

#### Príklad 3

N-[5-(3,4-dichlórfenyl)-2-furfuryl]-N-chlóracetyl-2-etyl-6-metylanilid (XIII)

K suspenzii N-[5-(3,4-dichlórfenyl)-2-furfuryl]-2-etyl-6-metylanilínu (5,4 g) a uhličitanu sodného (3,1 g) v benzéne (15 ml) sa pridá chlóracetylchlorid (1,6 ml) v benzéne (10 ml) pri teplote 10 °C. Reakčná zmes sa mieša ešte 4 h pri laboratórnej teplote, prefiltruje sa a zriedi sa etylacetátom. Premyje sa vodou, 10% roztokom kyseliny chlorovodíkovej, vodou, nasýteným roztokom chloridu sodného a vysuší sa síranom sodným. Rozpúšťačlá sa oddestilujú vo vákuu a zvyšok sa udržiava vo vákuu (66 Pa) pri teplote 60 °C počas 4 h. Získala sa zlúčenina XIII ako žltý olej.

Zlúčeniny XIV - XVI sa pripravili podobne z odpovedajúcich acylchloridov. Po oddestilovaní rozpúšťačiel sa vypadnuté pevné látky prekryštalizovali zo zriedeného etanolu. Výťažky a fyzikálne konštanty zlúčenín XIII - XVI sa uvádzajú v tab. 3, ich spektrálne charakteristiky v tab. 8.

#### Príklad 4

N-(1-Hydroxy-2-propyl)-N-[3-(2-furyl)propenoyl]-2,6-dimetylanilid (XVII)

K suspenzii N-(1-hydroxy-2-propyl)-2,6-dimetylanilínu (0,02 mol) a uhličitanu sodného (2,12 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) sa pridá 3-(2-furyl)propenoylchlorid (3,13 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) pri teplote 25 °C. Reakčná zmes sa mieša pri laboratórnej teplote 5 h, prefiltruje sa, zriedi sa etylacetátom. Premyje sa vodou 10% roztokom kyseliny chlorovodíkovej, vodou a 5% roztokom chloridu sodného. Organická vrstva sa vysuší síranom sodným a rozpúšťačlá sa oddestilujú vo vákuu. Surový produkt sa kryštalizuje zo zmesi benzén-hexán 1 : 1. Podobne sa pripravili zlúčeniny XVIII - XXIV, ich výťažky, fyzikálne konštanty a spektrálne charakteristiky sú v tab. 4 a 9.

## Príklad 5

N-(1-metoxykarbonyl)-1-etyl)-N-[3-(2-furyl)propenoyl]-2,6-dimetylanilid (XXV)

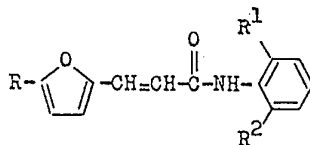
K suspenzii N-(1-metoxykarbonyl-1-etyl)-2,6-dialkylanilínu (0,02 mol) a uhlčitanu sodného (2,12 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) sa pridá 3-(2-furyl)propenoylchlorid (3,13 g, 0,02 mol) v benzéne (15 ml) pri teplote 25 °C. Reakčná zmes sa mieša pri laboratórnej teplote 3 h. Ďalší postup ako v príklade 4.

Podobne sa pripravili zlúčeniny XXVI - XXIX. Zlúčeniny XXVII - XXIX po oddestilovaní rozpúšťadla vypadli ako pevné látky a kryštalizovali sa zo zriedeného etanolu. Výťažky, fyzikálne konštanty a spektrálne charakteristiky sú v tab. 5 a 10.

<sup>1</sup>H-NMR spektrá sa namerali na spektrometri Tesla BS 487C v hexadeuteroacetóne a hexadeuterodimetylsulfoxide pri 25 °C s použitím tetrametylsilánu ako interného štandardu. Použité rozpúšťadlá u jednotlivých zlúčenín sú uvedené v tabuľkách 6 až 10.

TABUĽKA 1

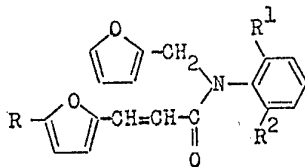
N-[3-(2-Furyl)propenoyl]- a N-[3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl]-2,6-dialkylanilidy



Zlúč.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	Sumárny vz. MH	Vypočít./Nájdene			T. t. °C Výťažok %
					% C	% H	% N	
I	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>15</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>2</sub>	74,66	6,26	5,80	184 až 187
				241,3	75,01	6,21	5,98	78
II	H	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>17</sub> NO <sub>2</sub>	75,27	6,71	5,49	201 až 202
				255,3	75,39	6,60	5,78	82
III	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>17</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>2</sub>	75,82	7,11	5,20	187 až 190
				269,3	75,42	7,18	5,27	93
IV	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>15</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	62,93	4,92	9,78	201 až 202
				286,3	62,73	4,82	9,58	97
V	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	63,99	5,37	9,32	192 až 195
				300,3	63,90	5,27	9,22	97
VI	NO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	64,97	5,77	9,13	190 až 193
				314,3	64,77	5,67	9,10	76

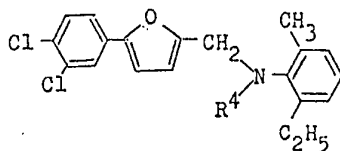
TABUĽKA 2


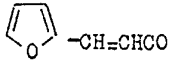
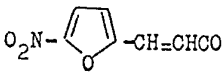
N-(2-Furfuryl)-N-[3-(5-R-2-furyl)] propénoyl-2,6-dialkylanilidy



zlúč.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	Sumárny vz. MH	Vypočít./Nájdene			T.t., °C Výťažok %
					% C	% H	% N	
VII	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>3</sub>	74,74	5,96	4,35	94 až 95
				321,4	74,26	5,86	4,32	80
VIII	H	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>21</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>3</sub>	75,20	6,31	4,18	100 až 102
				335,4	74,94	6,18	4,56	90
IX	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>	76,63	6,63	4,00	104 až 106
				349,4	75,64	6,81	4,11	78
X	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	65,56	4,95	7,64	151 až 154
				366,4	65,86	4,97	7,64	94
XI	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	66,31	5,30	7,36	92 až 96
				380,4	66,39	5,27	7,30	96
XII	NO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>22</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	67,00	5,62	7,10	100 až 105
				394,4	66,82	5,48	7,00	94

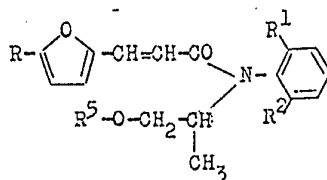
TABUĽKA 3

N-[5-(3,4-dichlórphenyl)-2-furfuryl]-N-R<sup>4</sup>-2-etyl-6-metylanilidy (XIII - XVI)

Zlúč.	R <sup>4</sup>	Sumár.vzorec MH	Vypočít./Nájdene				T.t. °C Výťažok %
			% C	% H	% Cl	% N	
XIII	ClCH <sub>2</sub> CO	C <sub>22</sub> H <sub>20</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>2</sub> 436,7	60,51 60,12	4,62 4,42	24,35 25,82	3,20 3,12	žltý olej 81
XIV		C <sub>27</sub> H <sub>23</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub> 464,4	69,83 69,63	4,99 4,79	15,27 15,07	3,07 3,18	122 až 123 76
XV		C <sub>27</sub> H <sub>23</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub> 480,4	47,50 67,36	4,83 4,75	14,75 14,62	2,91 2,73	133 až 135 74
XVI		C <sub>27</sub> H <sub>22</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 525,4	50,29 50,20	4,22 4,12	13,49 13,33	5,33 5,11	164 až 167 88

TABUĽKA 4

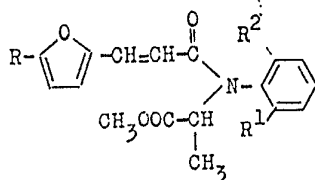
N- [(1-Hydroxy) resp. 1-metoxy-2-propyl] -N- [3-(2-furyl) resp. 3-(5-nitro-2-furyl) propenoyl] -2,6-dialkylanilidy (XVII - XXIV)



Zlúč.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>5</sup>	Sum.vzorec MH	Vypoč./Nájdene			T.t. °C Výťažok
						% C	% H	% N	
XVII	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>18</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>3</sub>	72,23	7,07	4,68	77 až 79
					299,3	72,03	7,12	4,82	62
XVIII	H	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>19</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>	72,82	7,40	4,59	82 až 83
					313,4	72,88	7,21	4,02	72
XIX	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>18</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	63,53	5,92	8,23	125 až 126
					340,3	63,56	5,90	7,88	76
XX	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>19</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>	72,82	7,40	4,59	68 až 71
					313,4	72,48	7,26	4,22	78
XXI	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>3</sub>	73,37	7,70	4,29	žltý olej
					327,4	73,15	7,62	4,21	69
XXII	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>19</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	63,67	6,19	7,82	126 až 128
					358,4	63,82	6,10	7,78	96
XXIII	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	64,50	6,50	7,52	92 až 94
					372,4	64,32	6,40	7,42	93
XXIV	NO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	65,28	6,78	7,25	77 až 82
					386,4	65,08	6,60	7,05	93

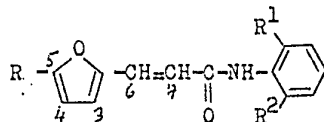
TABUĽKA 5

N-(1-Metoxycarbonyl-1-etyl)-N- [3-(2-furyl resp. 5-nitro-2-furyl)propenoyl] -  
-2,6-dimetylanilidy (XXV - XXIX)



Zlúč.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	Sum.vzorec MH	Vypoč./Nájdene			T.t. °C Výťažok
					% C	O %	% N	
XXV	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>19</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>4</sub> 327,4	69,70 69,20	6,46 6,06	4,27 4,68	žltý visk. olej 76
XXVI	H	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>4</sub> 341,4	70,36 70,06	6,79 7,02	4,10 4,04	žltý visk. olej
XXVII	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub> 372,4	61,28 61,36	5,41 5,48	7,52 7,70	174 až 175 95
XXVIII	NO <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>20</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub> 386,4	62,17 62,60	5,74 5,54	7,25 7,17	119 až 122 84
XXIX	NO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>21</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub> 400,4	63,00 63,20	6,04 6,40	6,99 7,15	132 až 134 90

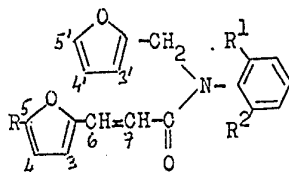
TABUĽKA 6

<sup>1</sup>H NMR dáta<sup>a</sup> ( $\delta$ , ppm; J, Hz) zlúčenín I - VI

Proton J <sub>H, H</sub> , H	Z l ú č e n í n a					
	I	II	III	IV	V	VI
H-3	6,75dd	6,72dd	6,70dd	7,08d	7,06d	7,04d
H-4	6,59dd	6,54dd	6,55dd	7,58d	7,57d	7,56d
H-5	7,69dd	7,64dd	7,69dd	-	-	-
H-6	7,49d	7,44d	7,44d	7,53d	7,52d	7,52d
H-7	6,81d	6,76d	6,78d	7,08d	7,08d	7,09d
H <sub>arom</sub>	7,05bs	7,08bs	7,12bs	7,09bs	7,18bs	7,15bs
R <sup>1</sup>	2,22s	2,18s	2,60q 1,12t	2,22s	2,22s	2,62q 1,12t
R <sup>2</sup>	2,22s	2,60q 1,10t	2,60q 1,12t	2,22s	2,62q 1,12t	2,62q 1,12t
NH	8,81bs	8,72bs	8,75bs	9,00bs	9,00bs	9,00bs
J <sub>3,4</sub>	3,2	3,2	3,2	3,9	3,9	3,9
J <sub>6,7</sub>	15,5	15,5	15,5	15,6	15,6	15,6

<sup>a</sup> Merané v hexadeuteroacetóne

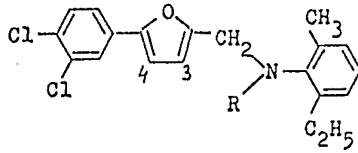
TABUĽKA 7

<sup>1</sup>H NMR dáta<sup>a</sup> ( $\delta$ , ppm; J, Hz) zlúčenín VII - XII

Proton J <sub>H, H</sub>	Z l ú č e n í n a					
	VII	VIII	IX	X	XI	XII
H-3	6,63dd	6,61dd	6,65dd	7,02dd	7,00d	7,00d
H-4	6,47dd	6,43dd	6,45dd	7,49d	7,45d	7,47d
H-5	7,45dd	7,41dd	7,45dd	-	-	-
H-6	7,49d	7,50d	7,48d	7,56d	7,54d	7,55d
H-7	6,00d	6,01d	6,01d	6,28d	6,28d	6,30d
H-3'	6,22dd	6,20dd	6,20dd	6,23dd	6,20d	6,22dd
H-4'	6,33dd	6,30dd	6,30dd	6,34dd	6,30dd	6,32dd
H-5'	7,40dd	7,37dd	7,40dd	7,42dd	7,44dd	7,40dd
H <sub>arom</sub>	7,12bs	b	b	7,19bs	b	c
CH <sub>2</sub>	4,85s	4,72d 4,82d	4,85s	4,87s	4,81d 4,96d	4,87s
R <sup>1</sup>	1,93s	1,90s	2,32q 1,03t	1,95s	1,95s	2,32q 1,05t
R <sup>2</sup>	1,93s	2,35q 1,03t	2,32q 1,03t	1,95s	2,37q 1,10t	2,32q 1,05t
J <sub>3,4</sub>	3,2	3,2	3,2	3,9	3,9	3,9
J <sub>6,7</sub>	15,2	15,2	15,2	15,4	15,5	15,5

<sup>a</sup> Merané v hexadeuteroacetóne; <sup>b</sup> 7,0-7,4 m; <sup>c</sup> 7,2-7,3 m.

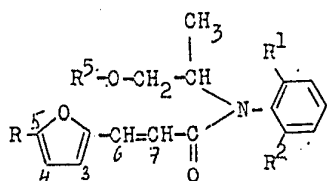
## TABUĽKA 8

 $^1\text{H}$  NMR dáta<sup>a</sup> ( $\delta$ , ppm; J, Hz) zlúčenín XIII - XVI

Proton $J_{\text{H, H}}$	Z l ú č e n í n a			
	XIII	XIV	XV	XVI
H-3	6,45d	6,47d	6,40d	6,73d
H-4	7,02d	7,02d	6,98d	7,30d
CH <sub>2</sub> -N	4,93d 4,79d	4,95bs	4,92d 4,82d	4,92s
CH <sub>3</sub>	1,96s	2,00s	1,92s	1,95s
CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub>	2,37q	2,45q	2,35q	2,35q
CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub>	1,00t	0,95t	0,98t	1,00t
H-6	-	-	7,47d	6,41d
H-7	-	-	5,90d	4,92d
H-3'	-	-	6,78dd	7,38dd
H-4'	-	-	6,50dd	7,92dd
H-5'	-	-	7,61dd	-
CH <sub>2</sub> Cl	3,82s	-	-	-
NH	-	-	-	-
$J_{3,4}$	3,2	3,4	3,2	3,5
$J_{6,7}$	-	-	15,2	15,2

<sup>a</sup> Merané v hexadeuterodimetylsulfoxide;  $H_{\text{arom}}$  : 7,10 - 7,80 m

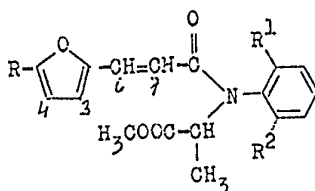
TABUĽKA 9

 $^1\text{H}$  NMR dáta<sup>a</sup> ( $\delta$ , ppm; J, Hz) zlúčenín XVII - XXIV

Proton $J_{\text{H, H}}$	Z l ú č e n i n a							
	XVII	XVIII	XIX	XX	XXI	XXII	XXIII	XXIV
H-3	6,65dd	6,64dd	6,98d	6,61dd	6,61dd	6,98d	6,97d	6,97d
H-4	6,44dd	6,45dd	7,46d	6,43dd	6,43dd	7,48d	7,46d	7,47d
H-5	7,43dd	7,46dd	-	7,42dd	7,43dd			
H-6	7,45d	7,42d	7,50d	7,43d	7,40d	7,49d	7,47d	7,47d
H-7	5,92d	5,92d	6,20d	5,91d	5,91d	6,20d	6,22d	6,24d
H <sub>arom</sub>	7,17bs	b	7,21bs	7,20bs	b	7,22bs	b	7,32bs
CH <sub>2</sub>						3,60dd	3,46dd	3,50dd
						3,72dd	3,74dd	3,75dd
CH <sub>2</sub> -OH	3,80m	3,80m	3,90m	3,61m	3,60m			
CH	4,10m	4,08m	4,10m	4,25m	4,25m	4,25m	4,25m	4,25m
OH	4,50t	4,40t	4,27t	-	-			
OCH <sub>3</sub>	-	-	-	3,20s	3,22s	3,20s	3,22s	3,21s
CH <sub>3</sub> -CH	1,17d	1,19d	1,18d	1,15d	1,15d	1,18d	1,14d	1,12d
R <sup>1</sup>	2,22s	2,17s	2,21	2,18s	2,18s	2,20s	2,20s	2,56q 1,18t
R <sup>2</sup>	2,16s	2,63q 1,24	2,26	2,22s	2,58q 1,16t	2,22s	2,75q 1,20t	2,61q 1,18t
J <sub>3,4</sub>	3,3	3,3	3,8	3,3	3,3	4,00	4,00	4,00
J <sub>6,7</sub>	15,1	15,1	15,2	15,2	15,2	15,5	15,5	15,5

<sup>a</sup> Merané v hexadeuteroacetóne, <sup>b</sup> 7,20 - 7,30 m

TABUĽKA 10

 $^1\text{H}$  NMR dáta<sup>a</sup> ( $\delta$ , ppm; J, Hz) zlúčenín XXV - XXIX

Proton $J_{\text{H,H}}$	Z l ú č e n i n a				
	XXV	XXVI	XXVII	XXVIII	XXIX
H-3	6,64dd	6,65dd	7,01d	7,00d	7,00d
H-4	6,43dd	6,45dd	7,49d	7,47d	7,48d
H-5	7,41dd	7,46dd	-	-	-
H-6	7,44d	7,40d	7,48d	7,47d	7,47
H-7	5,99d	5,87d	6,24d	6,26d	6,27
H <sub>arom</sub>	7,22bs	7,10-7,30	7,25bs	7,10-7,30	7,20-7,40
$\underline{\text{CH}}-\text{CH}_3$	4,52q	4,54q	4,53q	4,56q	4,53q
		4,18q		4,50q	
$\text{COOCH}_3$	3,70s	3,71s	3,78s	3,72s	3,72s
$\underline{\text{CH}}_3-\text{CH}$	1,05d	1,04d	1,05d	1,06d	1,00d
		1,00d		1,03d	
$\text{R}^1$	2,42s	2,41s	2,41s	2,41s	2,50q
		2,12s		2,13s	1,17t
$\text{R}^2$	2,15s	2,91-2,52	2,16s	2,92-2,52	2,91q
		1,19;1,15		1,20;1,17	1,20t
$J_{3,4}$	3,2	3,2	3,9	3,9	3,9
$J_{6,7}$	15,2	15,2	15,4	15,4	15,5

<sup>a</sup> Merané v hexadeuteroacetóne

Antifungálna aktivita zlúčenín podľa vynálezu bola testovaná štandardnou difúznou metódou na agarových platniach ( $\emptyset$  100 mm) na spóry húb: *Alternaria alternata*, *Fusarium nivale*, *Botrytis cinerea* a *Phytophthora infestans*. Účinok sa prejavil vytvorením sterilnej inhibičnej zóny ( $\emptyset$  v mm), v kontrole nebola vytvorená žiadna zóna. Použitá koncentrácia skúmaných látok 1 % acetónový roztok, tj. 100  $\mu\text{g}$  účinnej látky na misku.

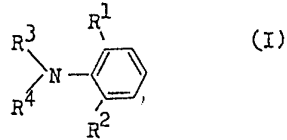
TABUĽKA 11

Výsledky testov fungicídnej účinnosti zlúčenín I - XXIX

Zlúčenina	Ø = Priemer zóny mm Ø			
	Alternaria alternata	Fusarium nivale	Botrytis cinerea	Phytophthora infestans
I	44			
II		48		
III			52	
IV		46	58	60
V	42	48	48	58
VI		46	50	60
VII		44		
VIII	50			
IX		58		
X			60	
XI	46			
XII				56
XIII	50			
XIV		52		
XV			58	
XVI		60		
XVII		58		
XVIII		42	58	
XIX				60
XX	54			
XXI				58
XXII		56	52	
XXIII		58	48	
XXIV		54	50	40
XXV	42			
XXVI			48	
XXVII		52		
XXVIII			56	
XXIX		58		

## P A T E N T O V É   N Á R O K Y

## 1. N-substituované-2,6-dialkylanilidy vzorca I



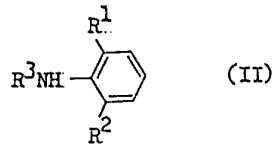
kde R<sup>1</sup> je metyl, etyl

R<sup>2</sup> je metyl, etyl

R<sup>3</sup> je H, 2-furfuryl, 5-(3,4-dichlórfenyl)-2-furfuryl, 1-hydroxy-2-propyl, 1-metoxý-  
-2-propyl, 1-metoxýkarbonyl-1-etyl

R<sup>4</sup> je chlóracetyl, 3-(2-furyl)propenoyl, 3-(5-nitro-2-furyl)propenoyl, benzoyl.

2. Spôsob prípravy N-substituovaných-2,6-dialkylanilidov podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa posobí na N-substitovaný 2,6-dialkylanilín vzorca II



kde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> majú uvedený význam,

arylchloridom vzorca III



kde R<sup>4</sup> má horeuvedený význam,

v nepolárnom rozpúšťadle napríklad v benzéne alebo toluéne v prítomnosti uhličitanu sodného pri teplotách 25 až 60 °C.