

(19) Országkód:

HU



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(21) A bejelentés száma: 3001/87
(22) A bejelentés napja: 1987.07.02.
(30) Elsőbbségi adatok:
880 990 1986.07.02. US

(40) A közzététel napja: 1988.03.18.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.08.28. SZKV 91/08

(11) Lajstromszám:

203 452 B

(51) Int. Cl.⁵

A 01 N 43/647

C 07 D 249/08

(72) Feltalálók:

Shaber, Steven Howard, Horsham, Pennsylvania (US)
Flynn, Katherine Eleanor, Lansdale, Pennsylvania (US)
Weinstein, Barry, Dresher, Pennsylvania (US)

(73) Szabadalmaz:

Rohm and Haas Co., Philadelphia, Pennsylvania

(54) **Hatóanyagként alfa-aril-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril származékokat
tartalmazó fungicid készítmények és eljárás a hatóanyagok előállítására**

(57) KIVONAT

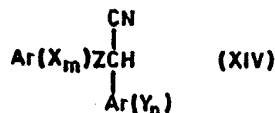
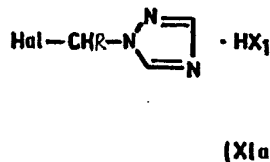
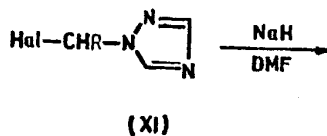
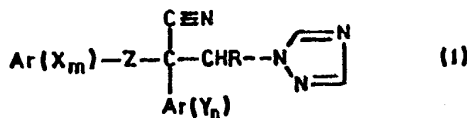
A találmány tárgya az (I) általános képletű triazol-
származékokat tartalmazó fungicid készítmények és
eljárás a fungicid hatóanyagok előállítására. Az (I)
általános képletben

Z jelentése etilén, etenilén- vagy izopropilén-
csoport,

Ar(X_m) és Ar(Y_n) jelentése adott esetben helyettesített
arilcsoport,

R jelentése hidrogénatom vagy fenilcsoport.

Az (I) általános képletű vegyületek előállítására a
találmány szerint egy (XIV) általános képletű vegyü-
letet egy (XI) vagy egy (XIa) általános képletű vegyü-
lettel reagáltatnak.



A leírás terjedelme: 32 oldal (ezen belül 6 ábra)

HU 203 452 B

A találmány tárgya alfa-aril-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril-származékokat hatóanyagként tartalmazó fungicid készítmények és eljárás a hatóanyagok előállítására.

Miller és munkatársai a 4 363 165. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetik az 1- és 4-aril-ciano-alkil-1,2,4-triazolokat és ezek alkalmazását fitopatogén gombák ellen. Azonban Miller és munkatársai nem írták le a találmány szerinti fenetil-triazolok alkalmazását, sem a benzil-triazolokét. Így nem ismert a vegyületeknek az a sajátos osztálya, amelyre a találmány korlátozódik, és amelyek megfelelően nagy fungicid aktivitással bírnak. A találmány szerinti, fenetil-triazolokat tartalmazó készítmények nem csak búza lisztharmattal, búzaszár- és búzalevél-üszöggombával szemben hatásosak, hanem jobb hatásúak a benzil-triazoloknál és a fenil-triazoloknál árpa helminthosporiummal, rizs üszöggel és földimogyoró korai levélfoltosodással szemben is.

Az 52 424. számú közzétett európai szabadalmi bejelentésben ismertetett vegyületek felölelik a találmány szerint előállított hatóanyagokat. Nincs azonban ott megemlítve konkrétan a találmány szerint előállított vegyületek egyike sem. Az 52 424. számú európai szabadalmi bejelentésben szereplő példákban nem fordul elő olyan vegyület, amelyben a kvaterner szénatomhoz cianocsoport kapcsolódna, ezen a helyen hidroxilcsoport, metoxycsoport, butoxycsoport, vagy allil-oxi-csoport kapcsolódik. Az a három fenil-triazol-származék, amelyeket a fenti bejelentésben ismertetnek, a 4,4-dimetil-3-hidroxi-3-(1,2,4-triazol-1-il)-metil-1-(halogénnel helyettesített fenil)-pentánok körébe tartozik.

A 3 216 301. számú német szövetségi köztársaságbeli közzétett szabadalmi bejelentésben az alkoxi-triazol-propionitrilek fungicid hatását írták le.

A 63 099. számú európai szabadalmi bejelentésben klór-metil-triazol alkalmazását írják le 1H-1,2,4-triazol-1-il-metil-foszfóniumsó előállításához.

A 2 119 374. számú közzétett nagy-britanniai szabadalmi bejelentésben egy olyan eljárást ismertetnek, amellyel alfa-(alkoxi-, alkenoxi-, alkinoxi- vagy fenilalkoxi)-alfa-aril-triazolil-metil-acetonitril-származékokat állítanak elő.

Azt találtuk, hogy a triazol-propánnitrilek egy új csoportja nem várt mértékben hatásos fungicid szer. Ebbe a csoportba tartoznak az (I) általános képletű alfa-aril-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril-származékok – a képletben

Z jelentése etilén-, etenilén- vagy izopropilén-csoport,
Ar(X_m) jelentése X_m csoporttal helyettesített fenilcsoport vagy naftilcsoport,
Ar(Y_n) jelentése Y_n csoporttal helyettesített fenilcsoport, 2-tienil-csoport vagy 2-piridil-csoport,
X jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 1–4 szénatomos alkoxycsoport vagy perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport,

Y jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkoxycsoport, perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy fenilcsoport,
m értéke 1 vagy 2,
n értéke 1 vagy 2,
R jelentése hidrogénatom vagy fenilcsoport.

A triazol-propánnitrilek új csoportjába beletartoznak az (I) általános képletű vegyület mezőgazdasági szempontból elfogadható enantiomorfjai, savaddíciós sói és fémkomplexei.

A savaddíciós sók előállítására a találmány szerint például a következő savakat alkalmazzuk: hidrogén-klorid, hidrogén-bromid, salétromsav, kénsav, foszforsav, hidrogén-jodid, hidrogén-fluorid, perklorosav, p-toluol-szulfonsav, metánszulfonsav, ecetsav, citromsav, borkősav, almasav, maleinsav, oxálsav, fumársav vagy ftálsav.

A találmány körébe tartozik a (II) általános képletű fémsókomplexek előállítása, és az ezeket tartalmazó készítmények is. A képletben Z, Ar(Y_n), X, Y jelentése, valamint n és m értéke az (I) általános képletre megadott, M jelentése a periódusos rendszer IIA, IB, IIB, VIB, VIIB vagy VIII csoportjába tartozó kation, és X¹ jelentése egy olyan anion, amely az M kationnal 0 vegyértéktöltést eredményez.

A találmány körében jellemzően alkalmazott kationok a magnezium, mangán, réz, nikkel, cink, vas, kobalt, kalcium, ón, kadmium, higany, króm, ólom vagy bárium.

A találmány körében jellemzően alkalmazott anionok a klorid, bromid, jodid, fluorid, szulfát, hidrogén-szulfát, perklorát, nitrát, nitrit, foszfát, karbonát, hidrogén-karbonát, acetát, citrát, oxalát, tartarát, malát, maleát, fumarát, p-toluol-szulfonát, metán-szulfonát, mono- vagy di(1–4 szénatomos alkil)-ditiokarbamát és (1–4 szénatomos alkilén)-biszditiokarbamát.

A találmány egy előnyös megvalósítási formáját jelenti az olyan (I) és (II) általános képletű vegyületek, mezőgazdasági szempontból megfelelő enantiomorfjaik, sóik és komplexeik előállítása és készítményekben való alkalmazása, amelyek képletében Z jelentése etilén-csoport, Ar jelentése fenilcsoport, X és Y jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy trifluor-metil-csoport. Egy másik, még előnyösebb megvalósítási alak az, amelyben a fenti vegyületekben Y_n jelentése hidrogénatom, 2-(1–4 szénatomos)-alkoxi-csoport, 4-halogénatom vagy 3-trifluor-metil-csoport és X jelentése hidrogénatom, 4-halogén- vagy 4-trifluor-metil-csoport. Egy további előnyös megvalósítási alak szerint a fenti képletekben Y jelentése 2-halogénatom és X jelentése 4-halogénatom, vagy Y jelentése 4-halogénatom és X jelentése 2-halogénatom. Egy további előnyös megvalósítási alak az, amelyben a fenti képletekben X jelentése 3-halogénatom és Y jelentése hidrogénatom. Továbbá, előnyösek azok a fent megnevezett vegyületek, amelyekben Z jelentése etenilén-csoport, Ar jelentése fenilcsoport és X és Y jelentése hidrogénatom, halogénatom vagy trifluor-metil-csoport.

Még előnyösebbek azok a vegyületek, amelyekben Z jelentése etenilén-csoport, és Ar(X_m) jelentése halogénatommal helyettesített fenilcsoport.

A következőkben néhány jellemző, a találmány szerint előállított, illetve a találmány szerinti készítményben alkalmazott vegyületet sorolunk fel:

1. α -(4-klór-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
2. α -fenil- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
3. α -(2-metoxi-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
4. α -(4-fluor-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
5. α -(2,4-diklór-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
6. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
7. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
8. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(4-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
9. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
10. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
11. α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
12. α -(2-fenil-etil)- α -(4-fenil-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
13. α -fenil- α -[2-[2-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
14. α -fenil- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
15. α -[2-(2,4-diklór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
16. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
17. α -[2-(2-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
18. α -[2-(3-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
19. α -fenil- α -[2-[4-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
20. α -(4-klór-fenil)- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
21. α -(4-fluor-fenil)- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
22. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(4-klór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
23. α -(4-klór-fenil)- α -[2-[4-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
24. α -(4-fluor-fenil)- α -[2-[4-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
25. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
26. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
27. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
28. α -(4-fluor-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
29. α -(2-metoxi-fenil)- α -[2-(4-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
30. α -[2-(3-klór-fenil)-etil]- α -(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
31. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(3-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
32. α -(4-bróm-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
33. α -(4-bróm-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
34. α -(3-klór-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
35. α -(3-klór-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
36. α -(3-klór-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
37. α -(4-bróm-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
38. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
39. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(4-klór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
40. α -(2-klór-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
41. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
42. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(2-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
43. α -(4-fluor-fenil)- α -[2-(2-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
44. α -(2-klór-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
45. α -(2-fluor-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
46. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(3-trifluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
47. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(3-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
48. α -(2-bróm-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
49. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-metoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
50. α -(2-fenil-etil)- α -(3-trifluor-metil-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
51. α -(3-trifluor-metil-fenil)- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
52. α -(3-fluor-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
53. α -(3-klór-fenil)- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
54. α -(2-bróm-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
55. α -(2-bróm-fenil)- α -[2-(3-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
56. α -(3-fluor-fenil)- α -[2-(3-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
57. α -(2-klór-fenil)- α -[2-(3-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
58. α -[2-(2-metoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
59. α -(2-metoxi-fenil)- α -[2-(4-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
60. α -[2-(3-klór-fenil)-etil]- α -(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,

59. α -[2-(3-metoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 60. α -[2-(3,4-dimetoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 61. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(4-metoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 62. α -(4-metoxi-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 63. α -(2-klór-6-fluor-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 64. α -(2-klór-6-fluor-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 65. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2,6-diklór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 66. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(3-klór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 67. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(3-klór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 68. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(3-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 69. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(3-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 70. α -fenil- α -(2-fenil)-propil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 71. α -(3-fluor-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 72. α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]- α -(3-trifluor-metil-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 73. α -[2-(1-naftil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 74. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 75. α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -[3-(trifluor-metil)-fenil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 76. α -(2-etoxi-fenil)- α -[2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 77. α -(4-etoxi-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 78. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 79. α -(2-etoxi-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 80. α -[2-(3,4-diklór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 81. α -(3-klór-fenil)- α -[2-(3-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 82. α -(3-klór-fenil)- α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 83. α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 84. α -[2-(3-klór-fenil)-etil]- α -(2-metoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 85. α -(4-bróm-fenil)- α -[2-(3-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 86. α -(4-klór-fenil)- α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 87. α -(3-bróm-fenil)- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 88. α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,

89. α -(3-fluor-fenil)- α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 90. α -(4-bróm-fenil)- α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 91. α -[2-(3-klór-fenil)-etil]- α -(3-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 92. α -[2-(3,5-diklór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 93. α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 94. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil- β -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril (egy β -helyzetű izomer)
 95. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-tienil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 96. α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-piridil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 97. α -fenil- α -(e) (2-fenil-etenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
 98. α -fenil- α -(e) [2-(4-klór-fenil)-etenil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril.

A következő I. táblázatban az előzőekben felsorolt, az (Ia) általános képletű vegyületek körébe tartozó vegyületek helyettesítőit soroljuk fel.

I. Táblázat
Az (Ia) általános képletben

A vegyület száma	X _m	Y _n
1.	H	4Cl
2.	H	H
3.	H	2OCH ₃
4.	H	4F
5.	H	2,4Cl
6.	4Cl	4Cl
7.	4F	4Cl
8.	4CH ₃	4Cl
9.	4OCH ₃	4Cl
10.	4Cl	H
11.	4F	H
12.	H	4-fenil
13.	2CF ₃	H
14.	3CF ₃	H
15.	2,4Cl	H
16.	4Br	H
17.	2Cl	H
18.	3Cl	H
19.	4CF ₃	H
20.	3CF ₃	4Cl
21.	3CF ₃	4F
22.	4Br	4Cl
23.	4CF ₃	4CL
24.	4CF ₃	4F
25.	4Br	4F
26.	4Cl	4F
27.	3Br	H
28.	4F	4F
29.	4CF ₃	2OCH ₃

A vegyület száma	X _m	Y _n	A vegyület száma	X _m	Y _n
30.	3Cl	4F	87.	H	3Br
31.	3Cl	4Cl	88.	3Br	2OEt
32.	H	4Br	89.	3F	3F
33.	4F	4Br	90.	3Br	4Br
34.	H	3Cl	91.	3Cl	3F
35.	4Cl	3Cl	92.	3,5Cl	H
36.	4F	3Cl	93.	4OCH ₃	H
37.	4Cl	4Br	94.	Lásd az (V) képletet	
38.	3Br	4F	95.	Lásd a (VI) képletet	
39.	3Br	4Cl	96.	Lásd a (VII) képletet	
40.	4Cl	2Cl	97.	Lásd a (XII) képletet	
41.	4Cl	2F	98.	Lásd a (XIII) képletet	
42.	2F	4Cl			
43.	2F	4F			
44.	4F	2Cl			
45.	4F	2F			
46.	4Cl	3CF ₃			
47.	4Cl	3F			
48.	4Cl	2Br			
49.	4Cl	2OCH ₃			
50.	H	3CF ₃			
51.	3CF ₃	3CF ₃			
52.	H	3F			
53.	3CF ₃	3Cl			
54.	H	2Br			
55.	3CF ₃	2Br			
56.	3CF ₃	3F			
57.	3CF ₃	2Cl			
58.	2OCH ₃	H			
59.	3OCH ₃	H			
60.	3,4OCH ₃	H			
61.	4Cl	4OCH ₃			
62.	H	4OCH ₃			
63.	H	2Cl,6F			
64.	4Cl	2Cl,6F			
65.	4Cl	2,6Cl			
66.	3Br	3Cl			
67.	4Br	3Cl			
68.	3Br	3F			
69.	4Br	3F			
70.	Lásd a (III) képletet				
71.	4F	3F			
72.	4F	3CF ₃			
73.	Lásd a (IV) képletet				
74.	4Br	2OEt			
75.	4Br	3CF ₃			
76.	3CF ₃	2OEt			
77.	H	2OEt			
78.	4Cl	2OEt			
79.	4F	2OEt			
80.	3,4Cl	H			
81.	3Cl	3Cl			
82.	3F	3Cl			
83.	3F	H			
84.	3Cl	2OCH ₃			
85.	3Cl	4Br			
86.	3F	4Cl			

(A 97. és a 98. vegyületek E-izomerek)

A vizsgálatokban a következő összehasonlító vegyületeket alkalmaztuk:

(c2a.) α,α -difenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
(c2b.) α -benzil- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,

(c6.) α -(4-klór-benzil)- α -(4-klór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril,
(c10.) α -(4-klór-benzil)- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril.

A találmány szerinti készítmények hatóanyagait szókásos szintézis-eljárásokkal állíthatjuk elő. Például előállíthatjuk a triazolokat α -(bróm-metil)- α -(2-fenil-etil)-fenil-acetonitril [(VIII) általános képletű vegyület] és a triazol egy sója, előnyösen alkálifémsója közötti nukleofil kicseréléses reakcióval, előnyösen a fenti vegyületeket 1-3 ekvivalens arányban alkalmazzuk. A vegyületeket reagáltathatjuk oldószer nélkül, vagy előnyösen megfelelő oldószerben, például dimetil-szulfoxidban (DMSO), N,N-dimetil-formamidban (DMF), toluolban vagy xilolban 0 °C és 150 °C közötti, előnyösen 25 °C és 100 °C közötti hőmérsékleten. A (VIII) általános képletű vegyületet a (IX) általános képletű α -2-fenil-etil-fenil-acetonitril metilén-bromiddal való bróm-metilezésével állítjuk elő (általában 1,1-2 ekvivalens mennyiséggel), bázikus körülmények között, például nátrium- vagy kálium-hidroxid, nátrium- vagy kálium-hidrid, kálium-metoxid vagy kálium-terc-butoxid jelenlétében (általában 1,1-2 ekvivalens mennyiségben), előnyösen oldószer alkalmazásával, például nátrium-hidroxid alkalmazásakor DMSO jelenlétében, vagy hidridek és oxidok alkalmazásakor DMF jelenlétében 0 °C és 150 °C közötti, előnyösen 25 °C és 100 °C közötti hőmérsékleten. A (IX) általános képletű vegyületet a megfelelő (X) általános képletű helyettesített benzil-cianidok fázistranszfer-alkilezésével állítjuk elő, általában 1-2 ekvivalens 2-fenil-etil-metán-szulfonát (mezilát) vagy p-toluol-szulfonát (tozilát) alkalmazásával erős bázis, például 50 tömeg% nátrium-hidroxid és katalizátor, például tetrabutil-ammonium-bromid (TBABr) jelenlétében. Előállíthatjuk a (IX) általános képletű vegyületeket a megfelelően helyettesített benzil-cianid alkilezésével is, amelyet 1-2 ekvivalens

2-fenil-etil-halogeniddel végzünk erős bázis, például fém-hidrid, így nátrium- vagy kálium-hidrid jelenlétében, oldószerként DMF-t vagy DMF-toluol elegyet alkalmazva. Mind a benzil-cianidok, mind az alkil-halogenidek a szakirodalomban leírt ismert eljárásokkal könnyen előállíthatók. A szintézist vázlatosan az 1. reakcióvázlatban mutatjuk be.

Az (I) általános képletű fenetil-triazolt közvetlenül előállíthatjuk a (IX) általános képletű fenil-etil-fenil-acetonitrilből egy egy lépéses reakcióban a (XI) általános képletű halogén-metil-triazollal oldószerben, például DMF-ben végzett reagáltatással. Az erős bázist, így a nátrium-hidridet vagy kálium-hidridet 2 ekvivalens mennyiségben alkalmazzuk. A szintézist vázlatosan a 2. reakcióvázlatban mutatjuk be.

Ez a reakció nem korlátozódik a találmány szerinti készítmények hatóanyagainak előállítására. Alkalmazható ez a reakció olyan vegyületek előállítására, amelyek egy arilcsoporthoz kötődő kvaterner szénatomot tartalmaznak, cianocsoporttal és triazolsocsoporttal bírnak, amint azt a 4 366 165. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban és a 2 119 374. számú nagy-britanniai szabadalmi leírásban ismertetik. Az ismert eljárás tartalmaz egy olyan lépést, amely egy aril-ciano-(halogén-metil, alkil-szulfonil-oxi-metil- vagy aril-szulfonil-oxi-metil)-származék előállítására vonatkozik, amelyet a triazollal vagy egy alkálifém-triazol-származékkal reagáltatnak. Ezt a lépést a találmány szerinti eljárásban elhagyjuk. A találmány szerinti készítmények hatóanyagául szolgáló triazol- savaddíciós-sókat ismert eljárásokkal állíthatjuk elő. Például egy (I) általános képletű triazolt megfelelő oldószerben, például dietil-éterben, tetrahidr-furánban, etanolban, metanolban vagy ezek kombinációjában oldjuk és ekvivalens mennyiségű vagy feleslegben lévő ásványi vagy szerves savval reagáltatjuk, a sav alkalmazható önmagában vagy megfelelő oldószerben oldva, és a kapott reakcióelegyet lehűtjük vagy bepároljuk, majd a kapott sötét állapotában felhasználjuk vagy megfelelő oldószerből vagy megfelelő oldószerek kombinációjából átkristályosítjuk.

A triazol fémsókomplex-származékait a találmány szerint úgy állítjuk elő, hogy megfelelő oldószerben vagy ilyenek kombinációjában oldott (I) általános képletű triazolhoz keverés közben sztöchiometrikus mennyiségű fémsó megfelelő oldószerben vagy oldószerek kombinációjában készült oldatát csepegtetjük. A reakcióelegyet rövid ideig kevertetjük, majd az oldószert vákuumban eltávolítjuk. Így a megfelelő (II) általános képletű triazol-fémsó-kompleket nyerjük.

Előállíthatjuk a fémsókompleket közvetlenül a növényekre való kipermetezés előtt is, a fémsó sztöchiometrikus mennyiségének vagy feleslegének és az (I) általános képletű triazolnak a megfelelő segédanyagokat tartalmazó, kívánt mennyiségű oldószerben való elegyítésével is. Az „in situ” készítmények segédanyagai közé tartoznak például a detergensek, emulgeálószer, nedvesítőszer, szétterülést elősegítő szerek, diszpergálószer tapadási elősegítő szerek, adhézió-fokozók, stb., olyan segédanyagok, amelyek a mezőgazdasági alkalmazásban használatosak.

Ezekben a készítményekben oldószerként alkalmazhatunk bármely poláris oldószert, például vizet, metanol, etanol, izopropanol vagy etilén-glikolt és bármely aprotikus dipoláris oldószert, így dimetil-szulfoxidot, acetonnitrilt, dimetil-formamidot, nitro-metánt vagy acetont.

A fenti eljárás szerint a fémsók kationja lehet például kalcium, magnézium, mangán, réz, nikkel, cink, vas, kobalt, ón, kadmium, higany, króm, ólom vagy bárium.

Megfelelő anionok például a klorid, bromid, jodid, szulfát, hidrogén-szulfát, foszfát, nitrát, perklorát, karbonát, hidrogén-karbonát, hidrogén-szulfid, hidroxid, acetát, oxalát, malát vagy citrát, amelyek a fémsók ellenionjaként szolgálnak.

A találmány szerint előállított vegyületek egy aszimmetriás szénatomot tartalmaznak, így racém elegyek formájában léteznek. A racém elegyek d- és l-enantiomorfjai ismert eljárásokkal, így frakcionált kristályosítással elválaszthatók, a frakcionált kristályosítást például d-borkósavval, l-borkósavval vagy l-kinasavval végezzük, majd ezt követően lúgosítással és extrahálással nyerjük ki a d- vagy l-enantiomorf formájú szabad bázist.

A találmány szerint előállított enantiomorfok, savaddíciós sók és fémsókompleksek a mezőgazdaságban jól használható fungicidek, és mint ilyenek, különböző helyekre, például magokra, talajra, vagy levélzetre vihetők fel. Erre a célra a találmány szerint előállított vegyületek önmagukban, oldataik formájában, vagy készítményekké alakítva alkalmazhatók. A találmány szerint előállított vegyületeket általában hordozóanyagban vesszük fel, és úgy formáljuk, hogy alkalmassak legyenek a fungicidekként való kihordásra. Például formálhatunk belőlük nedvesíthető porokat, emulgeálható koncentrátumokat, porokat, granulált készítményeket, aeroszoloikat vagy folyékony emulzió koncentrátumokat. Ezekben a készítményekben a hatóanyagot folyékony vagy szilárd hordozóanyaggal hígítjuk, kívánt esetben felületaktív szert is alkalmazunk. A készítmények hatóanyagtartalma 0,0001–95 tömeg%.

Általában, különösen a levélzet bepermetezésére szolgáló készítmények előállításakor kívánatos segédanyagok, például nedvesítőszer, szétterülést elősegítő szerek, diszpergálószer, tapadási segítő szerek, adhéziós anyagok alkalmazása, általában a mezőgazdasági gyakorlatban szokásos anyagok alkalmazása. Az ilyen segédanyagokat a John W. McCutcheon, Inc. publication "Detergents and Emulsifiers, Annual" szakirodalmi helyen ismertetik.

Általában a találmány szerint előállított vegyületeket bizonyos oldószerekben, így acetonban, metanolban, etanolban, dimetil-formamidban, vagy dimetil-szulfoxidban oldjuk, és a kapott oldatot vízzel hígítjuk. Az oldat koncentrációja 1–90%, előnyösen 5–50%. Emulgeálható koncentrátumok előállítására a találmány szerint előállított vegyületeket a fungicidnek vízben való diszpergálódását lehetővé tevő emulgeálószerrel együtt szerves oldószerben vagy oldószerek elegyében oldjuk. A hatóanyag koncentrációja az emulgeálható koncentrátumokban általában 10–90%, a folyékony emulzió koncentrátumokban elérheti a 75%-ot.

Permetezésre szolgáló nedvesíthető porok készíthetők a találmány szerint előállított vegyületnek diszpergálószerrel és finom eloszlású szilárd anyaggal, így agyagokkal, szervesetlen szilikátokkal és karbonátokkal, vagy kovaföldekkel való elegyítésével, és adott esetben ebbe az elegybe nedvesítőszer vagy tapadást elősegítő szert keverve. A hatóanyag koncentrációja az ilyen készítményekben szokásosan 20-98%, előnyösen 40-75%. Egy jellemző nedvesíthető porkészítmény állítható elő például 50 rész α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -(2-metoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril, 45 tömegrész szintetikus kicsapott, hidratált szilícium-dioxid (ezt Hi-Sil márkaneven árulják), 1 rész nátrium-lauril-szulfát és 5 rész nátrium-ligno-szulfonát elegyítésével. Egy másik készítményben a fenti nedvesíthető por összetételét alkalmazzuk, de a Hi-Sil helyett kaolin típusú (Barden) agyagot alkalmazunk; ugyancsak egy másik készítményben a Hi-Sil 25%-át szintetikus nátrium-szilikó-alumínáttal helyettesítjük (ezt Zeolex 7 márkaneven forgalmazzák).

Porokat úgy készíthetünk, hogy a triazolokat, vagy ezek enantiomorfjait, sóit vagy komplexeit finom eloszlású közömbös szilárd anyaggal keverjük, a szilárd anyag lehet szervesetlen vagy szerves. Erre a célra alkalmas anyagok például a biológiai liszt, a kovaföld, a szilikátok, a karbonátok és az agyagok. A porkészítmények előállításának egyik célszerű módja, a nedvesíthető poroknak finom eloszlású hordozóanyaggal való elegyítése. A porkoncentrátumok 20-80% hatóanyagot tartalmaznak, és szokásosan felhasználáskor 1-10%-ra hígítjuk ezeket.

Az (I) általános képletű vegyületek enantiomorfjai, sói és komplexei fungicid permetekként alkalmazhatók szokásos módon alkalmazva, például nagygallon-mennyiségű hidraulikus permetekként, alacsony gallon-mennyiségű permetekként, légfúvós permetekként, finom permetek formájában és porokként. A hígítást és a felvitt mennyiséget szakember könnyen megállapíthatja az alkalmazott berendezés típusától, a kívánt kezelési módtól, az alkalmazás idejétől és gyakoriságától, a kezelendő növénytől és a kezelendő kórtól függően. A találmány szerinti fungicid készítményeket azonban általában 1,12-2242 kg hatóanyag/km² mennyiségben alkalmazzuk a levélzetre vagy a talajra.

Magok védelmére alkalmazva a magok bevonására szolgáló mennyiség általában 3,13-250 g hatóanyag/100 kg mag, előnyösen 6,25-62,5 g hatóanyag/100 kg mag. Talaj kezelésére szolgáló fungicidekként a találmány szerinti készítmények beledolgozhatók a talajba, vagy használhatók a talaj felületén általában 5,6-2242 kg, előnyösen 2,24-1121 kg, még előnyösebben 11,21-336,3 kg hatóanyag/km² mennyiségben. A fungicid készítményeket a levélzetre alkalmazva általában 1,12-1121 kg, előnyösen 2,24-560,5 kg, még előnyösebben 3,36-112,1 kg hatóanyag/km² mennyiségben. Az (I) általános képletű hatóanyagokkal kombinálható egyéb fungicidok közé tartoznak a következők:

a) ditiokarbamát és származékai, például: vas(III)-dimetil-ditiokarbamát (ferbam), cink-dimetil-ditiokarbamát (ziram), mangán-etilén-biszditiokarbamát

(maneb) és a következő koordinációs termékei: cink-ionnal (mancozeb), cink-etilén-bisz(ditiokarbamát)-tal (zineb), cink-propilén-bisz(ditiokarbamát)-tal (propineb), nátrium-metil-ditiokarbamát-tal (metham), tetrametil-tiuram diszulfiddal (thiram), zineb és polietilén-tiuram-diszulfid komplexszel, 3,5-dimetil-1,3,5-2H-tetrahidrotiadiazin-2-tionnal (dazomet); valamint ezek elegyei és részekkel alkotott elegyeik;

b) nitro-fenol-származékok, például: dinitro-(1-metil-heptil)-fenil-krotonát (dinocap), 2-szek-butil-4,6-dinitro-fenil-3,3-dimetil-akrilát (binapacryl) és 2-szek-butil-4,6-dinitro-fenil-izopropilkarbonát;

c) heterogén szerkezetek, például a Systhane (a Rohm and Haas cég márkaneve a myclobutanilra), tridemifon, N-triklór-metil-tio-tetrahidroftálimid (captan), N-triklór-metil-tioftálimid (folpet), 2-heptadecil-2-imidazol-acetát (glydine), 2-oktil-izotiazol-3-on, 2,4-diklór-6-(o-klór-anilin)-s-triazin, dietil-ftálimido-foszfotioát, 4-butil-1,2,4-triazol, 5-amino-1-[bisz(dimetil-amino)-foszfinil]-3-fenil-1,2,4-triazol, 5-etoxi-3-triklór-metil-1,2,4-tiadiazol, 2,3-diciano-1,4-ditiaantrakinon (dithianon), 2-tio-1,3-ditio[4,5-b]kinoxalin (thioquinox), metil-1-(butil-karbamoil)-2-benzimidazol-karbamát (benomyl), 2-(4'-tiazolil)-benzimidazol (thiabendazole), 4-(2-klór-fenil-hidrazon)-3-metil-5-izoxazonon, piridin-2-tiol-1-oxid, 8-hidroxi-kinolin-szulfát és fémsói; 2,3-dihidro-5-karboxanilido-6-metil-1,4-oxatiin-4,4-dioxid, 2,3-dihidro-5-karboxanilido-6-metil-1,4-oxatiin, α -(fenil)- α -(2,4-diklór-fenil)-5-pirimidinil-metanol (triarimol), cisz-N-[(1,1,2,2-tetraklór-etil)-tio]-4-ciklohexán-1,2-dikarboximid, 3-[2-(3,5-dimetil-2-oxiciklohexil)-2-hidroxi]-glutárimid (cycloheximide), dehidroecetsav, N-(1,1,2,2-tetraklór-etil-tio)-3a,4,7,7a-tetrahidroftálimid (captofol), 5-butil-2-etil-amino-4-hidroxi-6-metil-pirimidin (ethirimol), 4-ciklododecil-2,6-dimetil-morfolin-acetát (dodemorph) és 6-metil-2-oxo-1,3-ditiolo[4,5-b]-kinoxalin (quinomethionate);

d) különféle halogénezett fungicidok, például: tetraklór-p-benzokinon (chloranil), 2,3-diklór-1,4-naftokinon (dichlone), 1,4-diklór-2,5-dimetoxi-benzol (chloroneb), 3,5,6-triklór-o-ánizsav (tricamba), 2,4,5,6-tetraklór-izoftalonitril (TCPN), 2,6-diklór-4-nitro-anilin (dichloran), 2-klór-1-nitro-propán, poliklór-nitrobenzolok, így a pentaklór-nitro-benzol (PCNB) és tetrafluor-diklór-aceton;

e) fungicid antibiotikumok, így a: grizeofulvin, kazu-gamicin és sztreptomycin;

f) rézalapú fungicidok, így réz(I)-oxid, bázikus réz(II)-klorid, bázikus réz-karbonát, réz-naftenát és bordói elegy;

g) egyéb rizs-fungicidok, így például: triciklazol, izoprotiolián, probenazol, propikonazol, edifenfosz, O-O-diizopropil-benzil-tiofoszfát, iprodion, procimidon, vinclozolin, benomil, tiofanát-metil, mepronil, tencicuron és validamicin A; és

h) különféle fungicidok, így a: difenil, dodecil-guandin-acetát (dodine), fenil-merkuri-aceát, N-etil-mer-

kuri-1,2,3,6-tetrahidro-3,6-endometano-3,4,5,6,7,7-hexaklór-ftálimid, fenil-merkuri-monoetanol-ammonium-laktát, p-dimetil-amino-benzol-diazo-nátrium-szulfonát, metil-izotiocianát, 1-tiociano-2,4-dinitrobenzol, 1-fenil-tio-szemikarbazid, nikeltartalmú vegyületek, kalcium-ciánamid, mészkénél, kén és 1,2-bisz(3-metoxi-karbonil-2-tioureido)-benzol-(tiofanát-metil).

Az (I) általános képletű vegyületek enantiomorfjait, savaddíciós sóit és fém-sókomplexeit különféle módon alkalmazhatjuk előnyösen. Minthogy ezek a vegyületek széles spektrumú fungicid aktivitással bírnak, alkalmazhatók fungicidekként pázsitok, gyümölcsösök, zöldségfélék, gabonafélék, valamint golfpályák kezelésére és gabonamagvak tárolásánál. A mezőgazdaság és a kertészet terén jártas szakember számára a találmány szerinti készítmények egyéb alkalmazási lehetősége is kínálkozik.

A helyettesített benzil-cianidot általában három lépésben alakítjuk α -fenil- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitrillé. Az első lépésben a benzil-cianidot a III. táblázatban felsorolt hat módszer valamelyikével alkilezzük. A második reakciólépésben az alkilezett fenil-acetonitrilt a III. táblázatban felsorolt négy módszer valamelyikével bróm-metilezzük. Az alkilezett triazol-propánnitrilt az alkilezett fenil-acetonitril-bromidból kálium-triazollal való nukleofil kicserélődéssel állítjuk elő a harmadik reakciólépésben. A harmadik lépésben alkalmazott kálium-triazolt vagy előzetesen elkészítjük, és így adjuk a bromidhoz, vagy egyenlő mennyiségű kálium-hidroxid, triazol és DMSO elegyét ekvivalens mennyiségű toluolhoz adjuk, 2 órán át 100–120 °C hőmérsékleten ledestilláljuk róla a toluolt és azeotróp formájában a vizet, majd a bromidot a frissen készített kálium-triazolhoz adjuk hozzá. Egy harmadik eljárás szerint a kálium-triazolt in situ állítjuk elő kálium-karbonátnak és triazolnak MEK vagy DMSO oldószerben való reagáltatásával.

Az α -fenil- α -(2-fenil-etil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril kétlépéses eljárásban állítható elő. Az első lépés azonos a háromlépéses eljárás első lépésével. Az első lépés termékét azonban bázis alkalmazásával klór-metil-triazol-hidrogén-kloriddal kapcsoljuk DMF-ban. A bázist legalább két ekvivalens mennyiségben alkalmazzuk. Az aniont szobahőmérsékleten hozzuk létre, majd a hidrogén-klorid sót szilárd formában adjuk hozzá. A második ekvivalensnyi mennyiség a sót szabad bázissá alakítja, klór-metil-triazollá, amely az anionnal reagál. A bázis lehet hidroxid, alkoxid vagy hidrid. Alkalmazhatunk nátrium-hidroxidot vagy kálium-hidroxidot, azonban kísérleti léptékben a nátrium-hidrid alkalmazása előnyös. Kevésbé savas köztermékek esetén, ahol nehéz az anion képzése, előnyös a kálium-hidrid alkalmazása. Hasonló módon járunk el klór-metil-triazol-hidrogén-kloridnak szabad bázissá való alakításánál az addíciót megelőzően. Ezt végezhetjük nátrium-hidroxiddal diklór-metánban, majd az oldószert eltávolítjuk, és az addíciót DMF-ban bázisként nátrium-hidrid alkalmazásával vagy DMSO-ban bázisként nátrium-hidroxid alkalmazásával.

A halogénezett fenetil-triazolok a megfelelő fenetil-triazolokból állíthatók elő N-klór-szukcinimiddal (NCS) vagy N-bróm-szukcinimiddal (NBS) katalizátor vagy iniciátor, például benzoi-peroxid jelenlétében reagáltatva. A fenetil-triazolt közömbös oldószerben, például szén-tetrakloridban oldjuk, és egy vagy két ekvivalens halogénezőszert alkalmazunk. A halogénezett triazolokat bázissal való eliminációval etenil-vegyületekké alakíthatjuk, fém-hidroxidot vagy -alkoxidot alkalmazunk bázisként. Jellemző bázisok például a nátrium-hidroxid, a nátrium-metoxid és a kálium-terc-butoxid. A reakciólépéseket a III. táblázatban, az 1–96. vegyületek előállításának eljárását a IV. táblázatban mutatjuk be.

III. Táblázat

1. lépés		2. lépés		3. lépés	
1.	50% NaOH DMSO-ban vagy DMSO/toluol (50% NaOH)	1.	50% NaOH DMSO-ban (50% NaOH)	1.	K-triazol előre készítve (KTr)
2.	60% NaH DMF-ban (NaH/DMF)	2.	60% NaH DMF-ban (NaH/DMF)	2.	KOH-triazol (KOHTr)
3.	60% NaH DMF-ban toluol (NaH/DMFT=1:2 DMF:toluol NaH/DMFT=2:1 DMF:toluol)	3.	60% NaH/35% KH DMF-ban (NaH/KH)	3.	K ₂ CO ₃ -triazol (K ₂ CO ₃ /Tr)
4.	60% NaH DMF-ban benzol (NaH/DMFB)	4.	35% KH DMF-ban (KH/DMF)		
		2–3. lépés	ClCH ₂ -triazol (ClCH ₂ Tr)		

	1. lépés	2. lépés	3. lépés
5.	60% NaH/35% KH DMF-ban (NaH, KH/DMF)		
6.	60% NaH/35% KH DMF-ban, toluol (NaH, KH/DMFT)		

A találmány szerint előállított 1–96. vegyületek olvadáspontját és elemzési eredményeit a IV. és V. táblázatban mutatjuk be. A klór-, fluor- és oxigéntartalmat

nem minden vegyület esetén mértük. A 70., 95. és 96. vegyületek NMR spektrumának adatait az V. táblázat után adjuk meg.

IV. Táblázat

A vegyület száma	1. lépés	2. lépés	3. lépés	Op. (°C)
1.	50% NaOH	50% NaOH	KTr	113–114
2.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	118–119
3.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	105–106
4.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	100–102
5.	NaH/DMF	NaH/THF	KTr	128–129
6.	NaH/DMFt	50% NaOH	KOHTr	139–140
7.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	144–146
8.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	147–148
9.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	124–126
10.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	122–124
11.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	108–111
12.	NaH/DMFt	50% NaOH	KTr	168–169
13.	NaH/DMFt	50% NaOH	KTr	130–131
14.	NaH/DMFt	50% NaOH	KOHTr	127–128
15.	NaH/DMFt	50% NaOH	KOHTr	154–155
16.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	115–117
17.	NaH/DMFt	50% NaOH	KOHTr	113–114
18.	NaH/DMFt	50% NaOH	KOHTr	99–102
19.	NaH/DMFt	NaH/DMF	KOHTr	133–134
20.	NaH/DMFB	50% NaOH	KTr	118–121
21.	NaH/DMFB	50% NaOH	KTr	85–88
22.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	142–143
23.	NaH/DMFT	50% NaOH	KTr	116–119
24.	NaH/DMFT	50% NaOH	KTr	119–121
25.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	135–137
26.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	121–122
27.	NaH/DMFT	50% NaOH	KTr	107–108
28.	NaH/DMF	50% NaOH	KTr	olaj
29.	NaH/DMFT	50% NaOH	KTr	olaj
30.	NaH/DMF	50% NaOH	KOHTr	113–114
31.	NaH/DMF	50% NaOH	KOHTr	88–90
32.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	119–120
33.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	145–146
34.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	95–97
35.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	119–120
36.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	119–120
37.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	136–137
38.	NaH/DMFT	50% NaOH	K ₂ CO ₃ /Tr	110–113
39.	NaH/DMFT	50% NaOH	K ₂ CO ₃ /Tr	olaj
40.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		102–103

A vegyület száma	1. lépés	2. lépés	3. lépés	Op. (°C)
41.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		olaj
42.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		122–124
43.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		102–103
44.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		110–112
45.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		olaj
46.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		79–80
47.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		115–117
48.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		121–122
49.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		134–135
50.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		üveg
51.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		80–81
52.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		112–113
53.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		72–73
54.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		118–119
55.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		96–97
56.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		109–110
57.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		93–94
58.	NaH/DMF	ClCH ₂ Tr		olaj
59.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		86–87
60.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		olaj
61.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	111–113
62.	NaH/DMF	NaH/DMF	KTr	95–97
63.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	olaj
64.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	98–99
65.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	108–109
66.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	108–109
67.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	112–113
68.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	112–114
69.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	115–117
70.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		olaj
71.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	115–116
72.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	82–83
73.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	108–110
74.	NaH, KH/DMFT	KH/DMF	KTr	130–132
75.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	olaj
76.	NaH/DMF	KH/DMF	KTr	96–98
77.	NaH/DMF	NaH/KH	KTr	80
78.	NaH/DMF	NaH/KH	KTr	126–128
79.	NaH/DMF	NaH/KH	KTr	97–98
80.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	144–146
81.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	104–106
82.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	98–100
83.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		100–101
84.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		103–104
85.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		96–98
86.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		126–128
87.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		olaj
88.	NaH, KH/DMF	ClCH ₂ Tr		olaj
89.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		115–117
90.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		olaj
91.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		108–110
92.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		130–131
93.	50% NaOH	50% NaOH	K ₂ CO ₃ /Tr	91–94
94.	50% NaOH	NaH/DMF	KTr	244–248
95.	NaH/DMFT	NaH/DMF	KTr	olaj
96.	NaH/DMFT	ClCH ₂ Tr		olaj

V. Táblázat
Elemzési eredmények

A vegyület száma	Szén% számított	Hidrogén% számított	Nitrogén% számított	Oxigén% számított	Klór% számított	Bróm% számított	Fluor% számított
talált	talált	talált	talált	talált	talált	talált	talált
1.	67,75	67,73	5,09	5,06	16,64	16,49	
2.	75,47	75,97	6,00	6,05	18,53	18,34	
3.	72,27	72,54	6,06	6,24	16,86	16,25	4,81 5,66
4.	71,23	71,51	5,35	5,35	17,49	16,83	5,93 5,87
5.	61,44	62,04	4,34	4,49	15,07	14,98	19,10 18,91
6.	61,45	62,06	4,34	4,32	15,89	13,52	19,11 19,79
7.	64,29	63,94	4,54	4,77	15,58	15,79	9,98 9,86
8.	68,47	68,29	5,46	5,58	15,97	16,34	5,31 5,52
9.	65,49	65,49	5,23	5,42	15,30	15,29	10,10 10,04
10.	67,73	68,37	5,09	5,17	16,64	16,29	4,40 4,49
11.	71,21	72,00	5,35	5,36	17,50	17,14	9,70 9,98
12.	79,32	78,15	5,86	5,69	14,81	14,09	10,53 10,15
13.	64,83	64,35	4,63	4,62	15,14	14,86	
14.	64,83	65,13	4,63	4,53	15,14	15,09	5,93 5,54
15.	61,44	61,30	4,34	4,38	15,10	14,86	15,39 15,58
16.	59,83	61,68	4,49	4,67	14,70	14,28	15,39 15,22
17.	67,73	67,71	5,09	5,00	16,64	16,41	
18.	67,73	67,69	5,09	5,21	16,64	16,41	19,11 19,00
19.	64,63	64,64	4,63	4,84	15,74	14,89	20,96 19,10
20.	59,32	59,46	3,99	4,20	13,86	13,25	10,53 10,98
21.	61,83	62,65	4,16	4,24	14,41	13,71	10,53 10,79
22.	56,87	57,98	3,88	3,88	13,48	13,06	
23.	59,32	59,11	3,99	4,00	13,85	13,20	15,39 15,17
24.	61,83	61,85	4,16	4,31	14,44	13,61	14,09 13,36
25.	57,13	57,80	4,04	4,05	14,04	13,69	19,57 17,89
26.	64,29	64,23	4,55	4,65	15,80	15,45	8,76 9,48
27.	59,83	60,85	4,49	4,27	14,70	14,28	8,53 9,73
28.	67,42	68,26	4,76	4,79	16,56	16,33	19,23 18,87
29.	62,99	63,16	4,78	5,07	13,99	13,62	8,76 9,16
30.	64,29	64,35	4,55	4,54	15,80	15,74	20,02 19,57
31.	61,94	61,83	4,35	4,53	25,20	24,93	4,76 4,78
32.	59,83	59,92	4,49	4,64	14,70	14,16	5,36 5,30
33.	57,13	57,32	4,04	4,34	14,04	13,66	20,96 19,47
34.	67,13	66,66	5,09	5,07	16,64	16,02	11,23 10,78
35.	61,44	61,42	4,34	4,47	15,10	14,75	14,23 14,37
36.	63,75	63,85	5,35	4,73	15,66	15,32	5,86
37.	54,87	55,20	3,88	4,08	13,48	12,44	
38.	57,13	57,37	4,04	4,25	14,04	14,25	20,96 21,43
39.	54,87	54,40	3,88	4,48	13,48	11,88	20,02 20,16
40.	61,44	61,19	4,35	4,32	15,10	14,95	4,78 4,60
41.	64,29	61,57	4,55	4,58	15,80	14,88	10,53 10,56
42.	64,29	63,73	4,55	4,53	15,79	15,46	19,11 19,05
43.	67,42	67,14	4,77	4,82	16,56	16,46	9,91 9,90
44.	64,30	63,82	4,55	4,56	15,80	15,84	8,53 7,70
45.	66,52	67,42	4,77	5,00	16,57	16,56	19,23 20,31
46.	59,31	59,58	3,99	4,08	13,84	13,65	20,02 20,05
47.	64,29	64,12	4,55	4,52	15,80	15,27	19,23 17,77
48.	54,87	54,80	3,88	4,24	13,48	13,30	8,53 8,60
49.	65,46	65,54	5,22	5,23	15,28	14,61	19,10 18,88
50.	64,83	65,02	4,63	4,62	15,14	15,13	10,00 10,44
51.	57,52	57,53	3,68	3,74	12,79	12,77	10,00 9,89
52.	71,21	70,96	5,35	5,47	17,50	17,51	
53.	59,31	59,65	4,15	4,26	14,43	13,94	5,36 4,86
54.	59,83	59,92	4,49	4,61	14,70	14,68	5,35 5,37

A vegyület száma	Szén% számított	Szén% talált	Hidrogén% számított	Hidrogén% talált	Nitrogén% számított	Nitrogén% talált	Oxigén% számított	Oxigén% talált	Klór% számított	Klór% talált	Bróm% számított	Bróm% talált	Fluor% számított	Fluor% talált
55.	53,45	53,05	3,59	3,54	12,48	12,29					17,79	17,68	12,70	12,59
56.	61,83	61,92	4,15	4,26	14,43	14,48							19,58	19,47
57.	59,31	59,68	3,99	4,17	13,84	13,76			8,76	8,80			14,08	13,86
58.	72,25	72,21	6,07	6,61	16,87	15,66	4,82	6,20						
59.	72,25	72,53	6,07	5,89	16,87	15,79	4,82	5,43						
60.	69,57	68,93	6,12	6,43	15,47	15,03	8,83	9,85						
61.	65,46	65,87	5,22	5,34	15,28	14,82	4,36	4,68	9,67	9,59				
62.	72,25	72,25	6,07	6,21	16,96	16,62	4,81	5,09						
63.	64,30	64,73	4,55	4,86	15,80	14,66			9,99	9,93			5,36	4,80
64.	58,60	58,43	3,89	3,91	14,40	14,43			18,22	17,89			4,88	4,78
65.	56,22	56,49	3,73	3,79	13,82	13,79			26,23	26,17				
66.	54,87	54,87	3,88	3,90	13,48	13,56			8,53	8,52	19,23	18,77		
67.	54,87	54,79	3,88	3,90	13,48	13,47			8,53	8,85	19,23	18,83		
68.	57,13	57,03	4,04	4,09	14,04	14,14					20,02	19,46	4,76	4,94
69.	57,13	57,04	4,04	4,08	14,04	14,04					20,02	19,48	4,76	4,81
70.	Lásd az NMR adatokat													
71.	67,42	65,20	4,77	5,01	16,59	14,56							11,24	11,09
72.	61,83	61,92	4,16	4,15	14,43	14,36							19,58	19,81
73.	78,36	78,49	5,72	5,74	15,91	15,81								
74.	59,28	59,42	4,98	5,06	13,18	13,12	3,76	3,99			18,80	18,60		
75.	53,45	53,21	3,59	3,78	12,48	12,46					17,79	17,14	12,69	12,03
76.	63,74	62,62	5,11	5,28	13,76	13,41	3,86						13,76	13,68
77.	72,79	73,19	6,41	6,40	16,18	16,12	4,62	4,80						
78.	66,09	66,31	5,26	5,37	13,76	13,73	4,64	4,21	10,00	9,92				
79.	68,79	68,89	5,77	5,67	15,49	15,31	4,80	4,73					5,36	5,40
80.	61,44	60,53	4,34	4,07	15,10	14,60			19,11	18,77				
81.	61,44	61,16	4,34	4,17	15,10	15,18			19,11	19,36				
82.	64,30	64,32	4,55	4,15	15,80	16,02			10,00	10,23			5,36	5,16
83.	71,21	71,20	5,35	5,36	17,50	17,44							5,93	5,93
84.	65,46	65,53	5,22	5,25	15,28	15,23	4,36	4,34	9,67	9,22				
85.	54,87	54,81	3,88	3,78	13,48	13,34			8,53	8,00	19,23	18,90		
86.	64,30	64,35	4,55	4,85	15,80	15,64			10,00	9,99			5,36	5,15
87.	59,83	58,56	4,50	4,51	14,70	13,56					20,96	20,91		
88.	59,28	58,40	4,98	5,43	13,18	11,56	3,76				18,80	17,69		
89.	67,43	67,87	4,77	4,89	16,59	16,46							11,24	11,54
90.	49,57	49,69	3,51	3,31	12,18	11,97					34,74	34,61		
91.	64,31	64,10	4,51	4,62	15,80	15,52			10,01	9,96			5,36	5,31
92.	61,45	61,54	4,31	4,52	15,09	15,06			19,14	19,08				
93.	72,24	72,55	6,06	6,39	16,87	16,09	4,82	5,21						
94.	72,73	72,03	5,09	5,12	13,58	12,31			8,61	8,72				
95.	Lásd az NMR adatokat													
96.	Lásd az NMR adatokat													

70. vegyület: NMR (90 MHz): (diasztereoizomerek elegye): 1,2–1,6 (két dublett, 3H), 2,4–2,8 (m, 3H), 4,6–4,9 (két átfedés ABq, 2H), 7,0–7,8 (m, 10H), 7,90 (s, 1H) és 8,0 (s, 1H).

95. vegyület: NMR (90 MHz): 2,0–2,4 (m, 4H), 4,8 (ABq, 2H), 6,9–7,4 (m, 7H), 7,8 (s, 1H) és 7,9 (s, 1H).

96. vegyület: NMR (90 MHz): 2,2–2,9 (m, 4H), 4,7–5,0 (ABq, 2H), 7,0–7,4 (ABq, 4H), 7,4–7,8 (m, 3H) és 8,6–8,7 (széles d, 1H).

A következőkben a találmányt példákbán mutatjuk be.

α -fenil- α -(2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil)-1,2,4-triazol-1-propánnitril (14. vegyület) előállítás

1. lépés

α -(2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil)-fenil-acetonitril előállítás

500 ml-es négynyakú gömblobbikba 11,0 g, (0,275 mól, 1,1 ekvivalens) hexánnal kétszer mosott 60%-os nátrium-hidridet és 50 ml száraz DMF-et teszünk. A reakcióelegyet 0 °C-ra hűtjük, és 50 ml toluolban oldott 29,4 g (0,25 mól, 1,0 ekvivalens) benzil- cianidot csepegtetünk hozzá. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre melegítjük, majd -20 °C-ra hűtjük, és 50 ml DMF-ban oldott 52 g (0,25 mól, 1,0 ekvivalens) 3-trifluor-metil-

fenetil-kloridot csepegtetünk hozzá. A reakcióelegyet -20 °C hőmérsékleten 3 órán át keverjük, ez idő elteltével gáz-folyadék-kromatográfiás eljárással vizsgálva a reakcióelegyet azt találtuk, hogy 60%-ban monoalkilezés és 40%-ban dialkilezés játszódott le. A reakcióelegyet vízzel meghígítjuk és éterrel extraháljuk. A szerves fázist szárítjuk, majd bepároljuk, és a kapott nyers-terméket nagynyomású folyadékkromatográfiás eljárással, eluensként hexán és etil-acetát 95:5 arányú elegyét alkalmazva tisztítjuk. Így 26,3%-os hozammal 19,2 g 97%-os tisztaságú terméket nyerünk. Az elegyet közvetlenül a következő reakciólépésbe visszük.

NMR (60 MHz): 2,0–2,4 (m, 2H), 2,7–3,0 (m, 2H), 3,6–3,9 (t, 1H) és 7,2–7,4 (d, 9H).

2. lépés

1-bróm-2-ciano-2-fenil-4-[3-(trifluor-metil)-fenil]-bután előállítás

500 ml-es négynyakú lombikba 19,0 g (0,064 mól, 1,0 ekvivalens) α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-fenil-acetonitrilt és 50 ml DMSO-ban oldott 17 g (0,097 mól, 1,5 ekvivalens) dibró-metánt adunk. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten keverjük, és 10,3 g (0,128 mól, 2,0 ekvivalens) nátrium-hidroxidot csepegtetünk hozzá. A reakcióelegyet ezután 50 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2 órán át keverjük. Ezután a reakcióelegyet vízzel meghígítjuk, éterrel extraháljuk, szárítás és bepárlás után 25 g terméket nyerünk, amelyet közvetlenül viszünk a triazol-kapcsolási eljárásba (a hozam 96,9%).

NMR (60 MHz): 2,2–2,8 (m, 4H), 3,7 (s, 2H) és 7,2–7,6 (m, 9H).

3. lépés

α -fenil- α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítás

250 ml-es négynyakú gömblombikba 4,05 g (0,062 mól, 1,25 ekvivalens) 87%-os kálium-hidroxidot és 25 ml DMSO-ban lévő 4,8 g (0,068 mól, 2,2 ekvivalens) triazolt viszünk. A reakcióelegyet 90 °C hőmérsékleten tartjuk, amíg homogén nem válik, majd 25 ml toluolt adunk hozzá, és azeotróp desztillálást végzünk 4 órán át. A toluol 165 °C hőmérsékleten desztillál. A reakcióelegyet 100 °C hőmérsékletre hűtjük, és 12,5 g (0,031 mól, 1,0 ekvivalens) 1-bróm-2-ciano-2-fenil-4-[3-(trifluor-metil)-fenil]-butánt adunk hozzá. A reakcióelegyet 1 órán át 125 °C hőmérsékleten tartjuk, majd vízzel és etil-acetáttal feldolgozzuk, szárítjuk és bepároljuk. A visszamaradó anyagot nagynyomású folyadékkromatográfiás eljárással tisztítjuk, eluensként hexán és etil-acetát 1:1 arányú elegyét alkalmazzuk. Így 76,7%-os hozammal 8,8 g fehér szilárd anyagot nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 127–128 °C.

IR (nujol, cm⁻¹): 2980 (s), 2240 (w), 1430 (s), 1380 (s), 1330 (s), 1280 (m), 1200 (m), 1160 (s), 1140 (s), 1130 (s), 1120 (s), 1075 (m), 1025 (w), 800 (m), 710 (s) és 670 (s).

NMR (60 MHz): 2,4–2,9 (m, 4H), 4,6 (s, 2H), 7,3–7,5 (s, 4H), 7,7 (s, 1H) és 7,9 (s, 1H).

Elemzési eredmények a C₂₀H₁₇N₄F₃ képlet alapján:

számított: C % = 64,83; H % = 4,63; N % = 15,14;

F % = 15,39;

talált: C % = 65,13; H % = 4,52; N % = 15,09;

5 F % = 15,22.

α -(4-klór-fenil)- α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-1,2,4-triazol-1-propánnitril (20. vegyület) előállítása

1. lépés

α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-4-klór-fenil-acetonitril előállítás

500 ml-es egynyakú gömblombikba 4,4 g (0,11 mól, 1,0 ekvivalens) alkalmanként 25 ml hexánnal háromszor mosott 60%-os nátrium-hidridet viszünk 100 ml 2:1 arányú benzol-DMF elegyben. A reakcióegyhez ezután 15,1 g (0,10 mól, 1,0 ekvivalens) 4-klór-benzilcianidot adunk, és az elegyet 2 órán át szobahőmérsékleten keverjük. A szobahőmérsékleten végzett keverést folytatva 20,8 g (0,1 mól, 1,0 ekvivalens) 3-(trifluor-metil)-fenetil-kloridot csepegtetünk néhány óra alatt a reakcióegybe, majd a keverést szobahőmérsékleten éjszakán át folytatjuk. A kapott terméket vízzel és éterrel feldolgozzuk, és besűrítés után desztilláljuk. Így 50,1%-os hozammal 16,2 g terméket nyerünk.

NMR (60 MHz): 2,0–3,0 (m, 4H), 3,5–3,8 (t, 1H), 7,3 (s, 4H) és 7,5 (s, 4H).

2. lépés

1-bróm-2-ciano-2-(4-klór-fenil)-4-[3-(trifluor-metil)-fenil]-bután előállítás

Egynyakú, 300 ml-es gömblombikba 16,2 g (0,05 mól, 1,0 ekvivalens) α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-4-klór-fenil-acetonitrilt és 50 ml DMSO-ban lévő 17,4 g (0,10 mól, 2,0 ekvivalens) dibró-metánt mérünk. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten keverjük, és 10 g 50%-os nátrium-hidroxidot csepegtetünk hozzá. Hőfejlődés észlelhető. A reakcióelegyet 45 percig keverjük, ezalatt a reakció – gáz-folyadék-kromatográfiás ellenőrzés szerint – lezajlik. A terméket éterrel és vízzel feldolgozzuk, szárítjuk, majd eltávolítjuk az oldószert. Így 100%-os hozammal 20,8 g sárga olajat nyerünk.

NMR (60 MHz): 2,0–3,2 (m, 4H), 3,8 (s, 2H) és 7,5–7,6 (d, 10H).

3. lépés

α -(4-klór-fenil)- α -{2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-etil}-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítás

500 ml-es egynyakú gömblombikba 10,7 g (0,10 mól, 4,0 ekvivalens) kálium-triazolt, 75 ml DMSO-t és 10,4 g (0,025 mól, 1,0 ekvivalens) 1-bróm-2-ciano-2-(4-klór-fenil)-4-[3-(trifluor-metil)-fenil]-butánt mérünk. A reakcióelegyet éjszakán át 80 °C hőmérsékleten tartjuk, majd 1 liter vízzel meghígítjuk, és háromszor 200 ml éterrel extraháljuk. Az egyesített éteres extraktumokat vízzel, majd sóoldattal mossuk, szárítjuk, és rotációs bepárlón bepároljuk. Az így kapott nyers-terméket 1:1 arányú éter-hexán elegyben felvesszük. Szilárd anyag képződik, amelyet hexánnal

mosunk. Így 47%-os hozammal 5,0 g halványsárga szilárd anyagot nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 118–121 °C.

NMR (60 MHz): 2,4–3,2 (m, 4H), 5,0–5,2 (széles s, 2H), 7,6–7,9 (széles s, 8H), 8,1 (s, 1H) és 8,4 (s, 1H).

Elemzési eredmények a $C_{20}H_{16}N_4F_3Cl$ képlet alapján:

számított: C % = 59,32; H % = 3,99; N % = 13,85;

Cl % = 8,76; F % = 14,09;

talált: C % = 59,46; H % = 4,20; N % = 13,25;

Cl % = 9,48 F % = 13,36.

α -(2-klór-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1,2,4-triazol-1-propánnitril (44. vegyület) előállítása

1. lépés

2-(4-fluor-fenil)-etil-metán-szulfonát előállítása. 2-(4-fluor-fenil)-etanol mezilezése 500 ml-es háromnyakú, hűtővel és adagolótolcsérrel ellátott gömblombikba keverés közben, nitrogéngáz atmoszférában bemérünk 100 ml tetrahidrofuranban (THF) lévő 42,04 g (0,3 mól, 1,0 ekvivalens) 2-(4-fluor-fenil)-etanol. A reakcióelegyet 10 °C hőmérsékletre hűtjük, és közvetlenül beleadunk 60,7 g (0,60 mól, 2,0 ekvivalens) trietil-amint. Ezután 68,73 g (0,6 mól, 2,0 ekvivalens) metán-szulfonil-klorid 30 ml THF-ban készült oldatát csöpögtetjük a reakcióelegybe, miközben annak hőmérsékletét 30 °C alatt tartjuk. Az elegyhez további 150 ml THF-t adunk, és a reagáltatást keverés mellett 6 órán át folytatjuk. Ezután a reakcióelegyet 200 ml vízzel meghígítjuk, majd 300 ml étert adunk hozzá. Az éteres fázist 75 ml 10%-os hidrogén-kloriddal, 2•50 ml telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldattal, majd 2•50 ml vízzel mossuk, szárítjuk, majd bepároljuk. Így 88,7%-os hozammal barna, folyékony terméket nyerünk.

NMR (90 MHz): 2,9 (s, 3H), 2,9–3,2 (m, 2H), 4,2–4,4 (t, 2H) és 6,9–7,4 (m, 4H).

2. lépés

α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-2-klór-fenil-acetonitril előállítása

Négynyakú, 300 ml-es gömblombikba 60 ml DMF-ban lévő 4,26 g (0,105 mól, 1,05 ekvivalens) 25 ml hexánnal háromszor mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. A reakcióelegybe ezután 15,16 g (0,10 mól, 1,0 ekvivalens) 2-klór-fenil-acetonitril 40 ml DMF-ban készült oldatát adjuk, és az elegyet 1 órán át 10 °C hőmérsékleten keverjük. Ezután 50 ml DMF-ban oldott 22,2 g (0,102 mól) 2-(4-fluor-fenil)-etil-metánszulfonátot csepegtetünk hozzá. A reakció 2 óra alatt lezajlik. Ezután a reakcióelegyhez 10 ml 10%-os hidrogén-kloridot, majd 60 ml vizet adunk, és az elegyet 200 ml éterrel extraháljuk, majd a szerves fázist 2•50 ml 10%-os hidrogén-kloriddal mossuk, szárítjuk, majd bepároljuk. 27,15 g nyersteget kapunk, amelyet vákuumban desztillálunk. Így 17,46 g terméket kapunk olaj formájában. A kapott termék forráspontja 180–188 °C/128,94 Pa. A hozam 63,5%.

NMR (90 MHz): 2,2–2,4 (t, 2H), 2,8–3,0 (m, 2H), 3,8–3,9 (t, 2H) és 6,9–7,5 (m, 8H).

3. lépés

α -(2-klór-fenil)- α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

200 ml-es, háromnyakú gömblombikba 40 ml DMF-ban lévő 2,3 g (0,055 mól, 2,75 ekvivalens) 2•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. A reakcióelegyet 10 °C hőmérsékletre hűtjük, és 40 ml DMF-ban lévő 5,46 g (0,02 mól, 1,0 ekvivalens) α -[2-(4-fluor-fenil)-etil]-2-klór-fenil-acetonitrilt csepegtetünk hozzá 10 perc alatt. 20 perc múlva a reakcióelegybe két részletben közvetlenül beadagolunk 3,12 g (0,0204 mól, 1,02 ekvivalens) klór-metil-triazol-hidrogén-kloridot. Egy óra múlva a reakció gáz-folyadék-kromatográfiás ellenőrzés szerint befejeződik. Ekkor a reakcióelegyhez lassan 20 ml vizet adunk. A terméket 200 ml diklór-metánnal extraháljuk, a szerves fázist kétszer 50 ml vízzel mossuk. A szerves fázist szárítjuk, majd bepároljuk. Narancssárga olajat nyerünk, amely etil-éterből kristályosodik. A terméket kiszűrjük, 35%-os hozammal 2,5 g halvány cserszínű szilárd anyagot nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 110–112 °C.

IR (nujol, cm^{-1}): 1505 (m), 1440 (s), 1370 (m), 1270 (m), 1220 (m), 1130 (m) és 750 (m).

NMR (90 MHz): 2,2–3,0 (m, 4H), 3,8–4,2 (ABq, 2H), 6,9–7,4 (m, 7H), 7,8 (s, 1H) és 7,9 (s, 1H).

Elemzési eredmények a $C_{19}H_{16}N_4FCl$ képlet alapján:

számított: C % = 64,30; H % = 4,55; N % = 15,80;

F % = 5,36; Cl % = 10,00;

talált: C % = 63,82; H % = 4,56; N % = 15,84;

F % = 5,30; Cl % = 9,87.

α -(2-klór-6-fluor-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1,2,4-triazol-1-propánnitril (64. vegyület) előállítása

1. lépés

α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-2-klór-6-fluor-fenil-acetonitril előállítása

200 ml-es háromnyakú gömblombikba 60 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 7,5 g (0,187 mól, 1,5 ekvivalens), 25 ml hexánnal háromszor mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. Az elegyhez fél óra alatt hozzácsepegtetünk 40 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben oldott 21,2 g (0,125 mól, 1,0 ekvivalens) 2-klór-6-fluor-fenil-acetonitrilt. A reakcióelegyet 20 percig 10 °C hőmérsékleten, majd egy órán át szobahőmérsékleten keverjük. Ezután 1 óra alatt hozzácsöpögtetjük 32,1 g (0,137 mól, 1,1 ekvivalens) 2-(4-klór-fenil)-etil-metánszulfonát 60 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben készült oldatát. További, körülbelül 70 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyet adunk a reakcióelegyhez, hogy az állandó keverést biztosítsuk, és a reakcióelegyet további 3,5 órán át keverjük. Az ez idő után végzett gáz-folyadék-kromatográfiás ellenőrzés azt mutatja, hogy a reakció lezajlott. Ekkor a reakcióelegybe 50 ml vizet adunk, majd 10 ml 10%-os hidrogén-kloridot és 300 ml étert. Az éteres fázist 100 ml vízzel mossuk 2•50 ml éterrel extraháljuk, és az éteres fázist vízzel mossuk. Az egyesített éteres fázisokat szárítjuk, majd bepároljuk. Így 40,0 g nyersteget kapunk, amelyet vákuumban desztillálunk. 69,8%-os

hozammal 26,6 g terméket nyerünk, a termék forráspontja 175–185 °C/128,94 Pa.

NMR (90 MHz): 2,2–2,9 (m, 4H), 4,2–4,4 (t, 1H), és 7,0–7,4 (m, 7H).

2. lépés

1-bróm-2-ciano-2-(2-klór-6-fluor-fenil)-4-(4-klór-fenil)-bután előállítása

200 ml-es háromnyakú gömblombikba 40 ml DMF-ban lévő 2,4 g (0,048 mól, 1,2 ekvivalens), 2•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. A reakcióelegyhez szobahőmérsékleten 0,5 óra alatt 30 ml DMF-ban oldott 12,28 g (0,04 mól, 1,0 ekvivalens) α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-2-klór-6-fluor-fenil-acetonitril csepegtetünk. Ezután a reakcióelegyhez 20 ml DMF-ban oldott 10,43 g (0,60 mól, 1,5 ekvivalens) dibrom-metánt csepegtetünk, és a reakcióelegyet szobahőmérsékleten 0,5 órán át keverjük. Ez idő elteltével a reakció gáz-folyadék-kromatográfiás ellenőrzés szerint lezajlik. A reakcióelegyhez 1 óra múlva 20 ml vizet és 200 ml étert adunk, az éteres fázist elválasztjuk, vízzel mossuk, szárítjuk, majd bepároljuk. Így 92,9%-os hozammal 14,84 g terméket nyerünk, amelyet közvetlenül használunk fel a triazol-kapcsolásban.

NMR (90 MHz): 2,4–2,8 (m, 4H), 3,8–4,2 (ABq, 2H) és 6,9–7,3 (m, 7H).

3. lépés

α -(2-klór-6-fluor-fenil)- α -[2-(4-klór-fenil)-etil]-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

200 ml-es egygyakú gömblombikba 50 ml DMSO-ban lévő 14,84 g (0,038 mól, 1,0 ekvivalens) 1-bróm-2-ciano-2-(2-klór-6-fluor-fenil)-4-(4-klór-fenil)-butánt mérünk. A reakcióelegyhez 30 ml DMSO-ban lévő 4,89 g (0,0457 mól) K-triazolt adunk, és a lombikot 120 °C-ra melegítjük. A reakcióelegyet 1,5 órán át 120 °C hőmérsékleten tartjuk. Ez idő elteltével gáz-folyadék-kromatográfiás eljárással végzett ellenőrzés szerint a reakció lezajlik. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük, 50 ml vizet és 250 ml etil-acetátot adunk hozzá. A szerves fázist elkülönítjük, kétszer 100 ml vízzel mossuk, bepároljuk, majd a visszamaradó anyagot éterrel eldörzsöljük. A kapott szilárd anyagot szűrjük, a szűrletet bepároljuk, és a visszamaradó anyagot éterrel eldörzsöljük. Az ekkor kapott szilárd anyagot is kiszűrjük. Így összesen 8,06 g terméket nyerünk. A hozam 54,6%. A kapott termék olvadáspontja 98–99 °C.

IR (nujol, cm⁻¹): 3020 (m), 1600 (s), 1570 (m), 1500 (s), 1450 (s), 1275 (s), 1240 (m), 1205 (m), 1135 (m), 910 (m), 890 (s) és 790 (s).

NMR (90 MHz): 2,4–3,2 (m, 4H), 4,8–5,2 (ABq, 2H), 6,9–7,4 (m, 7H), 7,9 (s, 1H) és 8,2 (s, 1H).

Elemzési eredmények a C₁₉H₁₅N₄FCl₂ képlet alapján:

számított: C % = 58,60; H % = 3,89; N % = 14,40;
F % = 4,88; Cl % = 18,22;
talált: C % = 58,43; H % = 3,91; N % = 14,43;
F % = 4,78; Cl % = 17,89.

α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

1. lépés

α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]-2-etoxi-fenil-acetonitril

5 előállítása

1 literes négygyakú gömblombikba 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 5,6 g (0,14 mól, 1,4 ekvivalens), 3•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. Az elegyhez hozzáadunk 200 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 16,1 g (0,10 mól, 1,0 ekvivalens) 2-etoxi-benzil-cianidot, és a reakcióelegyet szobahőmérsékleten 2 órán át keverjük. Ezután 50 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 5,7 g (0,05 mól, 0,5 ekvivalens), 25 ml hexánnal mosott kálium-hidridet adunk hozzá, majd további 1 óra múlva 10 perc alatt 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF-elegyben lévő 31 g (0,11 mól, 1,1 ekvivalens) 4-bróm-fenil-metánszulfonátot csepegtetünk hozzá. A reakcióelegyet éjszakán át szobahőmérsékleten keverjük. Gáz-folyadék-kromatográfiás ellenőrzés szerint a reakcióban 81% monoalkilezett termék képződött. A reakciót 10%-os hidrogén-klorid hozzáadásával leállítjuk, majd 400 ml étert adunk hozzá, és 4•150 ml vízzel mossuk. Az oldószeres fázist magnézium-szulfáton szárítjuk, majd bepároljuk. Így 37 g nyers narancssárga olajat nyerünk, amelyből szilárd anyag kristályosodik ki. Ezt a szilárd anyagot kiszűrjük, és hideg toluollal mossuk. Így 43,7%-os hozammal 14,8 g fehér szilárd terméket nyerünk.

NMR (90 MHz): 1,3–1,5 (t, 3H), 2,0–2,3 (m, 2H), 2,2–2,9 (m, 2H), 3,9–4,2 (m, 3H) és 6,8–7,5 (m, 8H).

2. lépés

1-bróm-2-ciano-2-(2-etoxi-fenil)-4-(4-bróm-fenil)-bután előállítása

500 ml-es háromnyakú gömblombikba 25 ml DMF-ban lévő 3,5 g (0,087 mól, 2,0 ekvivalens), kétszer 25 ml hexánnal mosott 100%-os kálium-hidridet mérünk. Az elegyhez szobahőmérsékleten hozzácsepegtetjük 14,8 g (0,044 mól, 1,0 ekvivalens) [2-(4-bróm-fenil)-etil]-2-etoxi-fenil-acetonitril 60 ml DMF-ban készült oldatát. 1 óra múlva 40 ml DMF-ban lévő 0,066 mól (1,5 ekvivalens) dibrom-metánt csepegtetünk hozzá. Az exoterm reakció 45 °C hőmérsékletre melegíti az elegyet. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten 3 órán át keverjük, ez idő alatt a reakció gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat bizonyossága alapján 85%-ban lezajlik. A reakcióelegyet éjszakán át szobahőmérsékleten keverjük, majd 20 ml DMF-ban lévő 0,8 g (0,022 mól, 0,05 ekvivalens) 100%-os kálium-hidridet, majd 5 ml DMF-ban lévő 1,2 g dibrom-metánt adunk hozzá. 1 óra elteltével a reakció befejeződik. A reakciót 75 ml 10%-os hidrogén-klorid adagolásával leállítjuk, majd 300 ml étert adunk a reakcióelegybe. Az elegyet 4•100 ml vízzel mossuk, a terméket szárítjuk, és az oldószert rotációs bepárlón lepároljuk róla. Így 96,8%-os hozammal 18,3 g narancssárga olajat nyerünk.

NMR (60 MHz): 1,3–1,6 (t, 3H), 2,2–2,8 (m, 4H), 3,7–4,2 (m, 4H) és 6,8–7,6 (m, 8H).

60

3. lépés

α -[2-(4-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítás

300 ml-es háromnyakú gömblobbikba 100 ml DMSO-ban lévő 18,3 g (0,43 mól, 1,0 ekvivalens) 1-bróm-2-ciano-2-(2-etoxi-fenil)-4-(4-bróm-fenil)-bután mérünk. A reakcióelegyhez szobahőmérsékleten 5,4 g (0,050 mól) K-triazolt adunk, és a reagáltatást 100 °C hőmérsékleten 20 órán át keverés mellett folytatjuk. Ez idő elteltével gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat szerint a reakció lezajlik. A reakciót 10%-os hidrogén-klorid és éter adagolásával leállítjuk. A termék az extrahálás során kikristályosodik. Az oldószer térfogatát beszüktjük, a terméket az oldatból kiszűrjük. Így 63%-os hozammal 11,3 g halvány cserszínű szilárd anyagot kapunk. A kapott termék olvadáspontja 130–132 °C.

IR (nujol, cm^{-1}): 1590 (w), 1265 (m), 1245 (m), 1135 (m), 1030 (m) és 750 (m).

NMR (60 MHz): 1,4–1,6 (t, 3H), 1,9–2,9 (m, 4H), 4,0–4,4 (q, 2H), 4,9 (s, 2H), 6,8–7,4 (m, 8H) és 7,8 (s, 2H).

Elemzési eredmények a $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{N}_4\text{BrO}$ képlet alapján:

számított: C % = 59,28; H % = 4,98; N % = 13,18;

O % = 3,76; Br % = 18,80;

talált: C % = 59,42; H % = 5,06; N % = 13,12;

O % = 3,99; Br % = 18,60.

α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]- α -fenil-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítás

1. lépés

1-(hidroximetil)-1,2,4-triazol előállítás

500 ml-es háromnyakú, hűtővel és mechanikus keverővel ellátott gömblobbikba 250 ml THF-t, 69,1 g (1 mól) triazolt, 30,1 g paraformaldehidet és 1 ml trietilamint mérünk. A reakcióelegyet nitrogéngáz atmoszférában visszafolyató hűtő alatt forralva keverés közben 18 órán át reagáltatjuk, majd a reakcióelegyet rotációs bepárlón besűrítjük. A kapott fehér szilárd anyagot kiszűrjük, és éterrel mossuk. Így 97,6%-os hozammal 96,8 g terméket nyerünk, amelynek olvadáspontja 67–70 °C. A kapott terméket tovább tisztíthatjuk úgy, hogy forró acetonnal oldjuk, az oldatot szobahőmérsékletre hűtjük, szűrjük, és a szilárd anyagot éterrel mossuk.

2. lépés

1-(klór-metil)-1,2,4-triazol-hidrogén-klorid előállítás

1 literes, négynyakú, hűtővel, adagolótölcsérrel, és mechanikus keverővel felszerelt gömblobbikba 500 ml THF-ban lévő 45 g (0,464 mól) 1-(hidroximetil)-1,2,4-triazolt mérünk, és a reakcióelegyet 40 °C hőmérsékletre melegítjük erős keverés mellett. Ezután a reakcióelegyhez 61 ml (0,84 mól) SOCl_2 -t csepegtetünk, miközben a hőmérsékletet 45 °C-on tartjuk. Az adagolás alatt csapadék képződik, a reakcióelegyet további 2 órán át keverjük. Ezután a terméket kiszűrjük, háromszor mossuk etil-acetáttal, majd vákuumban szobahőmérsékleten szárítjuk. Így 94,2%-os hozammal 67,3 g

terméket nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 118–130 °C.

3. lépés

2-(3-fluor-fenil)-etanol előállítás. 3-fluor-fenil-ecetsav diborános redukálása.

2 literes, négynyakú, hűtővel és adagolótölcsérrel felszerelt lombikba nitrogéngáz atmoszférában, keverés közben 100 ml THF-ban lévő 75 g (0,48 mól) 3-fluor-fenil-ecetsavat mérünk. Ezután a reakcióelegyhez 500 ml (0,50 mól) 1 mól/l-es diborán-THF-komplext csepegtetünk. Az adagolása során gáz fejlődik. A reakcióelegyet az adagolás alatt hűtjük, hogy a hőmérsékletet 10 °C alatt tartsuk. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet szobahőmérsékleten addig keverjük, amíg a reakció vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálattal való ellenőrzés szerint teljessé nem válik. Ekkor a reakciót jeges víz adagolásával leállítjuk, a terméket éterbe extraháljuk, az éteres fázist 5%-os nátrium-hidroxiddal, 5%-os hidrogén-kloriddal és vízzel mossuk, majd magnézium-szulfáton szárítjuk, és bepároljuk. Így 77,3 g barna olajat kapunk.

NMR (90 MHz): 2,6 (2, 1H), 2,7–2,9 (t, 2H), 3,7–3,9 (t, 2H) és 6,9–7,4 (m, 4H).

4. lépés

2-(3-fluor-fenil)-etil-klorid előállítás. 2-(3-fluor-fenil)-etanol klórozása

500 ml-es, négynyakú, hűtővel és adagolótölcsérrel ellátott gömblobbikba keverés közben nitrogéngáz atmoszférában bemérünk 60 ml toluolban lévő 14 g (0,1 mól, 1,0 ekvivalens) 2-(3-fluor-fenil)-etanol. A reakcióelegyhez ezután 22 ml (35,9 g 0,30 mól, 3,0 ekvivalens) SOCl_2 -t csepegtetünk, miközben a hőmérsékletet külső hűtéssel 15 °C alatt tartjuk. Ezután a reakcióelegybe 10 ml toluolban oldott 8,7 g (1,1 ekvivalens) piridint adunk. A reagáltatást keverés mellett éjszakán át szobahőmérsékleten folytatjuk. Ez idő elteltével vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat szerint a reakció lezajlik. A reakcióelegyet bepároljuk, vizet adunk hozzá, a terméket éterrel extraháljuk, az éteres fázist vízzel mossuk, szárítjuk, majd bepároljuk. Így 64,5%-os hozammal 10,2 g narancsszínű olajat nyerünk.

NMR (60 MHz): 2,9–3,2 (m, 2H), 3,5–3,8 (m, 2H) és 6,8–7,4 (m, 4H).

5. lépés

α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]-fenil-acetonitril előállítás

1 literes, háromnyakú gömblobbikba 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 5,6 g (0,140 mól, 1,4 ekvivalens) 3•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. Ezután az elegyhez 150 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 11,7 g (0,10 mól, 1,0 ekvivalens) benzil-cianidot adunk, és a reakcióelegyet 2 órán át keverjük. Az elegyhez 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF elegyben lévő 20 g (0,126 mól) 2-(3-fluor-fenil)-etil-kloridot adunk. A reakció 3 óra alatt lezajlik. Ezután a reakciót 10 ml 10%-os hidrogén-klorid adagolásával leállítjuk. Az elegyhez vizet adunk, 300 ml éterrel extraháljuk, az éteres fázist 3•100 ml vízzel

moszuk, szárítjuk, majd bepároljuk. 22,5 g nyersterméket kapunk, amelyet vákuumban desztillálunk. Így 46,9%-os hozammal 11,2 g terméket nyerünk. A kapott termék forráspontja 160–163 °C/128,94 Pa.

NMR (90 MHz): 2,0–2,3 (m, 2H), 2,6–2,8 (m, 2H), 3,6–3,8 (t, 1H) és 6,8–7,5 (m, 9H).

6. lépés

α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]- α -fenil-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

500 ml-es, négynyakú gömblobbikba 50 ml DMF-ban lévő 0,3 g (0,075 mól, 3,0 ekvivalens), 2•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. A reakcióelegyhez hozzácsepegtetünk 200 ml DMF-ban oldott 6,0 g (0,025 mól, 1,0 ekvivalens) α -[2-(3-fluor-fenil)-etil]-fenil-acetonitril. 1 óra elteltével a reakcióelegybe közvetlenül beadagolunk két részletben 6,0 g (0,038 mól, 1,5 ekvivalens) klór-metil-triazol-hidrogén-kloridot. 1 óra elteltével a reakció – gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat szerint – még nem teljes. Ekkor még hozzáadunk 25 ml DMF-ban lévő 1,5 g (1,5 ekvivalens), 25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet. A reakció 1 óra alatt lezajlik, ekkor metanol tartalmú éter adagolásával leállítjuk. Ezután a reakcióelegyhez 25 ml 10%-os hidrogén-kloridot, majd 300 ml étert adunk. Az elegyet 4•150 ml vízzel mossuk, majd a szerves fázist szárítjuk és bepároljuk. Így 5 g sárga olajat nyerünk. Ezt éterből kristályosítva 29%-os hozammal 2,3 g terméket nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 100–101 °C.

IR (nujol, cm⁻¹): 1580 (w), 1265 (m) és 1140 (m).

NMR (90 MHz): 2,2–2,8 (m, 4H), 4,6 (d, 2H), 6,8–7,6 (m, 9H) és 7,8–7,9 (d, 2H).

Elemzési eredmények a C₁₉H₁₇N₄F képlet alapján:

számított: C % = 71,21; H % = 5,35; N % = 5,94;

F % = 17,50;

talált: C % = 71,20; H % = 5,36; N % = 5,93;

F % = 17,44.

α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1,2,4-triazol-1-propánnitril (88. vegyület) előállítása

1. lépés

2-(3-bróm-fenil)-etanol előállítása. 3-bróm-fenil-ecetsav redukálása diboránnal

2 literes, négynyakú, hűtővel és adagolótölcsérrel ellátott gömblobbikba keverés mellett és nitrogéngáz atmoszférában bemérünk 100 ml THF-ban lévő 75 g (0,34 mól) 3-bróm-fenil-ecetsavat. Ezután a reakcióelegybe 350 ml (0,35 mól) 1 mól/l-es diborán-THF-komplexet csepegtetünk. Az adagolás során gáz képződik. Az adagolás során a reakcióelegyet hűtjük, hogy hőmérsékletét 10 °C alatt tartsuk. Az adagolás teljes befejezése után a reakcióelegyet szobahőmérsékleten addig keverjük, amíg vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat bizonyossága szerint a reakció be nem fejeződik. Ezután a reakciót jeges víz adagolásával leállítjuk, és a terméket éterbe extraháljuk. Az éteres fázist 5%-os nátrium-hidroxiddal, 5%-os hidrogén-kloriddal, majd vízzel mossuk, magnézium-szulfáton szárítjuk, majd

bepároljuk. Így 77,4 g terméket nyerünk, amelyet közvetlenül felhasználhatunk klórozásra.

NMR (90 MHz): 2,7–2,9 (m, 3H), 3,7–3,9 (t, 2H) és 7,1–7,4 (m, 4H).

2. lépés

2-(3-bróm-fenil)-etil-klorid előállítása. 2-(3-bróm-fenil)-etanol klórozása

500 ml-es, háromnyakú, hűtővel és adagolótölcsérrel ellátott gömblobbikba keverés mellett, nitrogéngáz atmoszférában bemérünk 60 ml toluolban lévő 20,0 g (0,1 mól, 1,0 ekvivalens) 2-(3-bróm-fenil)-etanol. Ezután a reakcióelegybe 22 ml (35,9 g, 0,30 mól, 3,0 ekvivalens) SOCl₂-t csepegtetünk, miközben a hőmérsékletet külső hűtés segítségével 15 °C alatt tartjuk. A reakcióelegybe ezután 10 ml toluolban oldott 8,7 g (1,1 ekvivalens) piridint csepegtetünk. A reakcióelegyet éjszakán át szobahőmérsékleten keverjük. Ez idő elteltével a reakció – vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat bizonyossága szerint – lezajlik. A reakcióelegyet bepároljuk, vizet adunk hozzá, éterrel extraháljuk, az éteres fázist vízzel mossuk, szárítjuk, majd besűrítjük. Így 64,2%-os hozammal 14,2 g narancssárga olaj terméket nyerünk.

NMR (60 MHz): 2,8–3,1 (m, 2H), 3,5–3,8 (m, 2H) és 7,0–7,3 (m, 4H).

3. lépés

α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]-2-etoxi-fenil-acetonitril előállítása

1 literes, négynyakú gömblobbikba 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF-elegyben lévő 3,5 g (0,083 mól, 1,4 ekvivalens), 3•25 ml hexánnal mosott 60%-os nátrium-hidridet mérünk. Ezután a reakcióelegybe 200 ml 2:1 arányú toluol-DMF-elegyben lévő 9,5 g (0,059 mól, 1,0 ekvivalens) 2-etoxi-benzil-cianidot adagolunk, és az elegyet 2 órán át keverjük. Az elegyhez 100 ml 2:1 arányú toluol-DMF-elegyben lévő 13 g (0,059 mól) 2-(3-bróm-fenil)-etil-kloridot adunk. 20 óra elteltével a reakció még nem teljes, ekkor még hozzáadunk 25 ml DMF-ban lévő 2,0 g (0,05 mól) 100%-os kálium-hidridet. További 4 óra elteltével a reakció teljessé válik. Ekkor 10%-os hidrogén-klorid adagolásával a reakciót leállítjuk, a reakcióelegyet éterrel extraháljuk, az éteres fázist vízzel mossuk, szárítjuk, majd besűrítjük. Így 20 g, 97%-os tisztaságú nyers olajterméket nyerünk. A terméket vákuumban desztillálva 58,9%-os hozammal 12,3 g tiszta terméket kapunk. A kapott termék forráspontja 195–210 °C/128,94 Pa.

NMR (90 MHz): 1,2–1,4 (t, 3H), 2,0–2,3 (t, 2H), 2,6–2,9 (t, 2H), 3,8–4,2 (m, 3H) és 6,7–7,4 (m, 8H).

4. lépés

α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]- α -(2-etoxi-fenil)-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

500 ml-es, négynyakú gömblobbikba bemérünk 50 ml DMF-ban lévő 2,8 g (0,07 mól, 3,0 ekvivalens), 2•25 ml hexánnal mosott 100%-os kálium-hidridet. A reakcióelegyhez ezután 100 ml DMF-ban lévő 8,0 g (0,023 mól, 1,0 ekvivalens) α -[2-(3-bróm-fenil)-etil]-

2-etoxi-fenil-acetonitrilt adunk. 1 óra múlva a reakcióelegybe közvetlenül, két részletben beadagolunk 5,7 g (0,037 mól, 1,6 ekvivalens) klór-metil-triazol-hidrogén-kloridot. 1 óra múlva a reakció – a gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat eredménye alapján – még nem teljes. Ekkor további 2,8 g (3,0 ekvivalens) kálium-hidridet, majd 1,8 g (0,5 ekvivalens) klór-metil-triazol-hidrogén-kloridot adunk hozzá. A reakcióelegyet éjszakán át szobahőmérsékleten keverjük. Ezalatt a reakció befejeződik. A reakcióelegyhez kevés metanolt tartalmazó 100 ml étert adunk, majd 10 ml 10%-os hidrogén-kloridot. Ezután 200 ml étert adunk az elegyhez, és 4•100 ml vízzel mossuk, a szerves fázist szárítjuk, és bepároljuk. Így 7 g nyers olajat nyerünk. A terméket kromatográfiás eljárással (flash-kromatográfia) tisztítjuk, eluensként etil-acetát – hexán 1:1 arányú elegyét alkalmazzuk. Így 24%-os hozammal 2,3 g terméket nyerünk viszkózus olaj formájában.

NMR (60 MHz): 1,4–1,7 (t, 3H), 2,1–3,0 (m, 4H), 4,0–4,3 (m, 2H), 5,0 (s, 2H), 6,9–7,4 (m, 8H) és 7,8 (s, 2H).

Elemzési eredmények a $C_{21}H_{21}N_4BrO$ képlet alapján:

számított: C % = 59,28; H % = 4,98; N % = 13,18;

O % = 3,76; Br % = 18,80;

talált: C % = 58,40; H % = 5,43; N % = 11,56;

O % = 6,30; Br % = 17,69.

α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1,2,4-triazol-1-propánnitril (93. vegyület) előállítása

1. lépés

α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]-fenil-acetonitril előállítása

2 literes, négynekű, hőmérővel, csepegtetőtölcsérrel és mechanikus keverővel ellátott gömblombikba bemérünk 117 g (1,0 mól, 2,0 ekvivalens) benzil-cianidot és 400 ml DMSO-ban és 200 ml toluolban lévő 115 g (0,5 mól, 1,0 ekvivalens) 2-(4-metoxi-fenil)-etil-metánszulfonátot. A reakcióelegyet 10 °C-ra hűtjük, és 30 perc alatt hozzácsepegtetünk 50 g (0,63 mól, 1,2 ekvivalens) 50%-os nátrium-hidroxidot. Az exoterm reakció az elegyet 35 °C-ra melegíti, az elegyet 10 °C-ra hűtjük. A reagáltatást 48 órán át szobahőmérsékleten folytatjuk. Erre az időre – gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat szerint – a kiindulási anyag 60%-a alakul terméké, 40% benzil-cianid van jelen. A reakcióelegyhez 2 liter vizet adunk, majd 3•1 liter éterrel extraháljuk, az éteres fázist 2•1 liter vízzel és 1 liter sóoldattal mossuk, magnézium-szulfáton szárítjuk, majd besűrítjük. Így 67%-os hozammal 171 g nyers olajat nyerünk. A kapott terméket vákuumban desztillálva 104 g sárga olajat nyerünk (a hozam a mezilátra számítva 82,5%). A kapott termék forráspontja 165–170 °C/257,88 Pa.

NMR (60 MHz): 1,9–2,4 (m, 2H), 2,5–2,7 (m, 2H), 3,7 (s, 4H), 6,8–7,2 (ABq, 4H) és 7,5 (s, 5H).

2. lépés

1-bróm-2-ciano-2-fenil-4-(4-metoxi-fenil)-bután előállítása

1 literes, négynekű gömblombikba 100 g (0,40 mól, 1,0 ekvivalens) α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]-fenil-acetonitrilt és 200 ml DMSO-ban lévő 139,1 g dibrómetánt mérünk. A reakcióelegyhez 15 perc alatt hozzácsepegtetünk 79,6 g (0,99 mól, 2,5 ekvivalens) 50%-os nátrium-hidroxidot. Az exoterm reakció folytán az elegy 95 °C-ra melegszik. Az elegyet 50 °C-ra hűtjük, és ezen a hőmérsékleten 1 órán át keverjük. Ez idő elteltével – gáz-folyadék-kromatográfiás vizsgálat bizonyossága szerint – a reakció befejeződik. A reakcióterméket 2 liter vízbe öntjük, 3•500 ml éterrel extraháljuk, az éteres fázist 1 liter vízzel, majd sóoldattal mossuk, és szulfáton szárítjuk, majd bepároljuk. Így 94%-os hozammal 130 g terméket nyerünk borostyánszínű olaj formájában. A kapott terméket közvetlenül felhasználjuk a triazol-kapcsoláshoz.

NMR (60 MHz): 2,4–2,8 (m, 4H), 3,7 (s, 2H), 3,8 (s, 3H), 6,8–7,3 (ABq, 4H) és 7,5–7,8 (széles s, 5H).

3. lépés

α -[2-(4-metoxi-fenil)-etil]- α -fenil-1,2,4-triazol-1-propánnitril előállítása

1 literes, háromnekű gömblombikba 300 ml DMSO-ban lévő 57 g (0,74 mól, 2,0 ekvivalens) triazolt és 102 g (0,74 mól, 4,0 ekvivalens) kálium-karbonátot mérünk. A reakcióelegyet 135 °C hőmérsékleten 1 órán át keverjük, majd 200 ml DMSO-ban lévő 127 g (0,37 mól, 1,0 ekvivalens) 1-bróm-2-ciano-2-fenil-4-(4-metoxi-fenil)-butánt adunk hozzá. A hőmérsékletet 115 °C-ra csökkentjük, majd 135 °C-on 2 órán át, és 80 °C-on 18 órán át folytatjuk a reagáltatást. A reakcióelegyet ezután 3 liter vízbe öntjük, 5•500 ml etil-acetáttal extraháljuk, az etil-acetátos fázist 2•500 ml vízzel, majd 500 ml sóoldattal mossuk. A szerves fázist szulfáton szárítjuk, szűrjük, és besűrítjük. Az így kapott sárga olajat hexánban vesszük fel. A kapott sárga szilárd anyagot 10% dietil-éter tartalmú hexánnal szűrjük. A szilárd anyagot szárítjuk. Így 77,4%-os hozammal 95 g terméket nyerünk. A kapott termék olvadáspontja 91–94 °C.

NMR (60 MHz): 2,4–2,9 (m, 4H), 3,9 (s, 3H), 5,1 (s, 2H), 6,8–7,4 (ABq, 4H), 7,7–7,9 (széles s, 5H), 8,2 (s, 1H) és 8,4 (s, 1H).

Elemzési eredmények a $C_{20}H_{20}N_4O$ képlet alapján:

számított: C % = 72,24; H % = 6,06; N % = 16,87;

O % = 4,82;

talált: C % = 72,55; H % = 6,39; N % = 16,09;

O % = 5,21.

α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril-cink(II)-klorid-só komplex (99. vegyület) előállítása

500 ml-es, egynekű lombikba 33,7 g, 0,1 mól α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril 100 ml acetonban készült oldatát mérjük, és az oldathoz hozzácsepegtetjük 13,6 g, 0,1 mól cink(II)-klorid 100 ml acetonban készült oldatát. A kapott oldatot mágneses keverővel 35 °C hőmérsékleten két órán át keverjük. Ezután az oldatról az acetont 70 °C-os vízfürdőben rotációs bepárló alkalmazásával eltávolít-

juk. Így 47,3 g, 0,1 mól α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril -cink(II)-klorid-sót nyerünk. A kapott termék olvadáspontja > 250 °C (bomlik).

Elemzési eredmények: C %-47,7–48,7; H %-3,51–3,73; N %-11,6–12,0; Cl %-22,0–23,0; Zn %-13,5–14,1.

α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril-hidrogén-klorid-só (100. vegyület) előállítása

500 ml-es, egynyakú lombikba 33,7 g, 0,1 mól α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril 100 ml metanolban készült oldatát adjuk, majd az oldathoz vízfürdőben való hűtés mellett 100 ml 1,0 n hidrogén-klorid-oldatot adunk olyan sebességgel, hogy a hőmérsékletet 25–35 °C értéken tartjuk. Az oldatot 30 percig 25 °C hőmérsékleten mágneses keverővel keverjük. Ezután az elegyről a metanol és vizet rotációs bepárlón 25 °C hőmérsékleten, és a nyomást fokozatosan 1,33 10³ Pa értékre csökkentve eltávolítjuk. Így 37,3 g, 0,1 mól α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril nyerünk.

Formálási példák

A példa

Oldat készítése

α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril (10. vegyület) hexánból átkristályosítottunk. A kapott 99%-os tisztaságú anyagból 96 g-t 2 g vízzel, 1 g acetonnal és 1 g metanollal meghígítunk. Így 95 tömeg% hatóanyagot tartalmazó oldatot nyerünk.

B példa

Por készítése

Összetevők tömeg%

α -[2-(4-klór-fenil)-etil]- α -fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril	95,0
Inert szennyezők	1,0
HiSil [®] 233 (hígítóanyag, hidratált szilícium-dioxid)	4,0

A hatóanyagot aceton feleslegben oldjuk, és az oldattal a HiSil[®] 233-t impregnáljuk. Ezután az acetont elpárologtatjuk. A visszamaradó por 95% hatóanyagot tartalmaz.

A találmány szerinti készítmények aktivitását számos kórral szemben vizsgáltuk. A vizsgálandó vegyületet acetonban, metanolban, és vízben oldva 300 ppm–5 ppm közötti hígítási sorozatot készítettünk. A vizsgálatról függően különböző hígítási sort állítottunk össze, például 300, 75, 19, 5 vagy 100, 25, 6 ppm. Ha más megjelölés nem szerepel, a növényeket a befertőzés napján vagy az azt megelőző napon mechanikus permetezővel lefolyásig (run-off) permetezzük. A búzaszár-üszöggomba (WSR), a búzalevél-üszöggomba (SLR), a búza lisztharmat (WPM) és a rizs üszög (RB) elleni hatás vizsgálatát a következő módon végezzük (a rövidítések az angol elnevezés kezdőbetűiből származnak):

Búzaszár-üszöggomba (WSR)-Puccinia graminis

TYLER fajtájúbúza palántákat növesztünk „redi”-földben, és ezeket körülbelül az ültetést követő 7. napon használjuk screenelésre. A palántákat a felhasználás előtt LIQUID-M műtrágyával trágyázzuk, hogy a vizsgálati időszakban erőteljes növényeink legyenek. A végrehajtott vizsgálatról függően háromféle eljárást alkalmazunk az uredospóra-szuszenziók előállítására:

1) Víz/Devilbiss permetező: WSR spóraszuszenziót készítünk oly módon, hogy 2–3 hetes tenyésztett növények fertőzött leveleit összegyűjtjük, és erősen összerázzuk TWEEN-80 felületaktív szert tartalmazó vízzel. A spóraszuszenziót szűrőszöveten szűrjük át, hogy a törmelékanyagokat eltávolítsuk, és úgy hígítjuk, hogy a hemocitóméter nagy négyzetére számítva 3–5 spórát tartalmazzon. Az inokulumot a növényekre Devilbiss permetezővel visszük fel. A még nedves növényeket párákamrába helyezünk.

2) Olaj/Devilbiss permetező: Az olajos WSR spóraszuszenziót úgy készítjük, hogy a két-három hetes fertőzött növényekről vákuumszivattyúval vagy üszöggomba gyűjtővel spórákat gyűjtünk, vagy mélyhűtött spórákat fagyott állapotban dehidratálunk, és a spórákhoz SOLTROL permetezőolajat adunk olyan mennyiségben, hogy a suszenzió 1 ml olajban 5 mg spórát tartalmazzon. Az inokulumot Devilbiss permetezővel visszük a növényekre oly módon, hogy mind a négy oldalról egyszer haladunk el a növény felett. A növényeket ezután körülbelül 20 percig száradni hagyjuk, majd párákamrába helyezünk.

3) Olaj/kis speciális permetező: A spóraszuszenziót a 2. eljárásban ismertetett módon készítjük, azzal az eltéréssel, hogy 4 mg spóra/ml olaj koncentrációjú suszenziót készítünk. Az inokulumot ezután zselatin kapszulába visszük, és vákuumszivattyúval alkalmazzuk. A növény mellett az egyenletesség kedvéért mindkét oldalról négyszer haladunk el. A növényeket 20 percig száradni hagyjuk, majd párákamrába helyezünk. A párákamra 100% szabad vizet tartalmaz, és hőmérsékletét 21,1 °C-on tartjuk. A befertőzött növényeket 12 órán át sötétben tartjuk, majd 3–4 órán át fluoreszcens fényel világítjuk meg. Ezután a növényeket melegházba helyezünk át, a kiértékelést 13 nap múlva végezzük.

Búzalevél-üszöggomba (WLR) – Puccinia recondita

A WSR-nél leírt eljárást követjük, azzal az eltéréssel, hogy nem alkalmazunk fénykezelést.

Búza lisztharmat (WPM) – Erysiphe graminis

VICTORY 283 fajtába tartozó búzapolántákat növesztünk „redi”-földben. A palántákat 6–7 napos korukban használjuk, ezt megelőzően LIQUID-M műtrágyával trágyázzuk, hogy a növényeknek a vizsgálati időszakban való gyors növekedését elősegítsük. A növényeket úgy fertőzzük be, hogy fölöttük spórázó tenyészetet hordozó növényzetet rázunk, amelyekről lisztharmat spórák szabadulnak el. A befertőzött növényeket altalaj-öntözéses tálcákban szabályozott hőmérsékletű, 21,1 °C-os helységbe helyezünk, hogy a kór

kifejlődjön. Minthogy a WPM fejlődését nagymértékben befolyásolják az illékony kémiai anyagok, a tenyésztőedényeket lehetőség szerint minél messzebb helyeztük el egymástól, és a tálcákat a különböző dózisoknak megfelelően műanyag lapokkal választottuk el. A kör kifejlődését a befertőzéstől számított 7–10. napon végeztük, és %-os értékben adtuk meg.

Rizs üszög (RB) – *Piricularia oryzae*

M-201 fajtájú rizspalántákat növesztünk melegházban 20–30 °C hőmérsékleten, 5,08 cm átmérőjű edényekben, sterilizálatlan táptalajon, és Turf-Builder táptalaj/műtrágyán 14 napig. A rizs növényeket alkalmazás előtt nem nyírjuk meg. Oltóanyagot készítünk in vitro zabliszt agaron (50 Gerber baby zabliszt, 20 g bacto agar, 10 g bacto dextróz, 100 ml ionmentes víz). A lemezeket 7–14 napos *Piricularia oryzae* micéliummal oltjuk be. A sötét terület külső szélét használjuk az átvitelhez. A beoltott lemezeket szobahőmérsékleten állandó fluorescens fény megvilágítás alatt tartjuk.

A *P. Oryzae* lemezeket 10–14 napos korukban elárasztjuk 0,25 g nátrium-oleátot, 2 g zselatint és 1000 ml ionmentes vizet tartalmazó oldattal. A lemezekről a konidiumokat gumilappal ellátott üvegbotlal kaparjuk le, a szuszpenziót kettős rétegű szűrőszöveten átszűrjük, és a spóraszuszpenziót 25 000–30 000 spóra/ml koncentrációra állítjuk be hemocytométeren ellenőrizve.

A spóraszuszpenziót kézi permetezővel kettős sorban lévő rizsnövények ellentétes oldalaira permetezzük. Eleget oltóanyagot használunk ahhoz, hogy az oltóanyag az egyes edények ellentétes oldalain egyenletesen oszadjon el a talajtól a rizslevél tetejéig (körülbelül 50 ml/50 edény). A kézi permetezőt minden áthaladás után felrázzuk, hogy az anyagot szuszpenzióban tartjuk.

A befertőzött növényeket azonnal pára kamrába helyezzük 25 °C hőmérsékletre, ahol 66 órán át tartjuk őket, majd műanyag sátor alatt lévő melegházba helyezzük. A növényeket alulról öntözzük, de nem hagyjuk 2 óránál tovább a vízben állni. A sátor műanyag oldallapjait a munkanap során felhajtva tartjuk, és a nap végén lehajtjuk.

A melegházban töltött 76 óra után a növényeket megvizsgáljuk, és a betegség százalékos arányát a befertőzött kontrollhoz hasonlítva meghatározzuk. A vizsgált vegyületeket a vizsgálatról függően különböző dózisokban alkalmazzuk. Eredményeinket a VI. táblázatban adjuk meg, minden vegyületre egy dózisban. Amennyiben az adott vegyületet a megjelölt dózisban többször vizsgáltuk, a vizsgálatok átlagát adtuk meg.

VI. Táblázat

Fungicid hatás

A kontroll %-ában 300 ppm-nél

	WSR	WLR	WPM	RB
1.	100	95	99	66
2.	97	100	93	83
3.	100	100	99	98
4.	100	100	100	91

	WSR	WLR	WPM	RB
5.	92	80*	99	15
6.	100	100	96	12
7.	100	90*	100	88
8.	100	80*	90	95
9.	100	50*	97	50
10.	100	100**	98	97
11.	100	100**	99	100
12.	100	90*	90	88
13.	94	90*	99	99
14.	100	95*	100	100
15.	92	50*	70	80
16.	100	100**	99	100
17.	98	80*	100	93
18.	100	95*	100	100
19.	99	100**	100	97
20.	95	90*	100	85
21.	100	90*	100	63
22.	100	–	100	50

* 100 ppm-nél

** 150 ppm-nél

A kontroll %-ában 200 ppm-nél

	WSR	WLR	WPM	RB
23.	100	95*	90	0**
24.	100	100***	100	40**
25.	100	100***	100	50**
26.	100	100***	90	83**
27.	100	–	90	100
28.	100	–	100	0**
29.	100	95**	100	90**
30.	100	98***	100	60
31.	100	95*	100	0
32.	100	91***	100	80
33.	100	91***	100	0
34.	100	80* –	100	
35.	100	–	–	100
36.	100	80*	100*	87
37.	100	91***	100	80
38.	100	90*	100	0
39.	100	90*	100	0
40.	–	100	100	80
41.	–	100	100	0
42.	99**	95	100	0
43.	–	100	100	0
44.	100**	99	100	95
45.	–	99	100	50
46.	–	75	75	50
47.	100**	75	95	50
48.	–	75	75	0
49.	100**	95	99	0
50.	100**	75	100	0
51.	–	75	100	50
52.	–	50	–	90
53.	–	95	95	90

	WSR	WLR	WPM	RB
54.	–	95	95	80
55.	–	95	100	80
56.	–	99	99	100
57.	–	50	50	0

* 100 ppm-nél

** 150 ppm-nél

*** 75 ppm-nél

A vegyületeket különböző dózisokban alkalmaztuk attól függően, hogy mikor végeztük a vizsgálatot. A vizsgálatok eredményét a legjobb vizsgált vegyületekre vonatkozóan három dózisban adjuk meg a következő VII. táblázatban. Amennyiben az adott vegyületet a megjelölt dózisban egynél többször vizsgáltuk, ezen vizsgálatok eredményeinek átlagát közöljük.

10

VII. Táblázat
Fungicid hatás
A kontroll %-ában
Búzaszár üszöggomba

A kontroll %-ában 100 ppm-nél

	WSR	WLR	WPM	RB
58.	–	0	75	0
59.	–	75	95	80
60.	–	0	75	0
61.	–	0	85	40
62.	–	75	95	0
63.	–	50	75	0
64.	100	99	87	50
65.	100	95	97	90
66.	–	75	95	90
67.	95	99	85	85
68.	95	95	99	85
69.	100	99	100	87
70.	–	50	95	80
71.	91	50	99	90
72.	97	0	97	92
73.	–	0	85	50
74.	100	92	100	0
75.	100	90	100	0
76.	100	95	100	0
77.	100	50	98	93
78.	99	75	99	100
79.	95	75	85	95
80.	100	99	99	0
81.	100	75	99	0
82.	100	0	95	50
83.	–	75	99	98
84.	100	99	99	90
85.	100	99	97	0
86.	100	90	99	85
87.	100	0	100	100
88.	–	90	95	0
89.	99	75	99	40
90.	–	95	95	0
91.	100	85	95	90
92.	–	95	99	0
93.	50	0	99	100
94.	–	50	90	–
95.	100	97	99	95
96.	–	95	97	–
97.	99	50****	100****	99****
98.	99	95	99*****	90

**** 200 ppm-nél

***** 25 ppm-nél

15

Vegyület/dózis (ppm)	300	200	100	75	33	25	6	5
1.	100			100				98
4.	100			100				99
6.	100			100				100
10.	100			100				99
16.	100			100				99
22.	100			100				95
23.		100			100		100	
24.		100			100		90	
25.		100			100		100	
26.		100			100		100	
27.		100			100		100	
33.		100			100		100	
37.		100			100		100	
78.			99			100	100	
85.			100			100	100	
86.			100			100	100	
95.			100			100	99	
98.			99			99	90	

40

Búzalevél-üszöggomba

Vegyület/dózis (ppm)	150	100	75	38	25	19	6	5
7.		90			80		80	
10.	100			100				96
11.	100			100				94
12.		90			95		80	
16.	100			100				100
19.	100			100				100
21.		90			80		80	
23.		95			90		90	
24.			100			99		97
25.			100			99		93
26.			100			99		90
28.*					95 ⁽²⁰⁾			95
41.			95			97		80
49.		95			95		75	
69.		99			95		85	
80.		99			97		95	

60

Vegyület/dózis (ppm)							
150	100	75	38	25	19	6	5
98.	95			90		90	
99.	>90						
100.	>90						
A**	>90						

* A 28. számú vegyületet 20 ppm dózisban vizsgáltuk.

** Az „A” formálási példa szerinti készítmény

Búza lisztharmat

Vegyület/dózis (ppm)								
300	200	100	50	38	33	25	12	6 5
1.	99			99				98
2.	100			99				98
4.	100			100				97
10.	98			97				95
19.	100				100			96
28.		100			100			90
29.		100			100			95
30.		100			100			100
31.		100			100			95
36.			100			100		95
41.		100				95		95
49.			100				100	75
76.			100				99	97
81.			99				92	92
82.			95				97	90
83.			99				97	97
85.			97				95	95
86.			99				99	96
87.			100				95	97
88.			95				95	95
94.			90				95	90
95.			99				94	96
97.		100		99				100
98.						99		95

Rizs üszög

Vegyület/dózis (ppm)								
300	200	100	75	50	25	12	6	5
7.	88				85			80
17.	93				99			78
18.	100				100			85
97.		99			90		0	
98.			90			90		75

Számos találmány szerinti készítmény aktivitását megvizsgáltuk földimogyoró *Cercospora* (PC), árpa *Helminthosporium* (BH) és búza *Septoria Nodorum* (SNW) ellen. A vizsgálatokat a következő módon végeztük:

Földimogyoró *Cercospora* vagy földimogyoró korai levélfoltosodás (PC) – *Cercospora Arachidicola*

Cercospora arachidicola tenyésztünk földimogyoró-zabliszt agaron (POA) Petri lemezekeken 14 napig fluorescens fénnel 20 cm távolságról megvilágítva. A Petri-lemezeket 0,5 ml, néhány csepp Tween-80-at tartalmazó steril vízben készült spórasuszpenzióval oltjuk be. A spórasuszpenziót a POA lemezek felületén hokibot formára hajlított steril üvegbot segítségével szélesztjük el. A spórákat a lemezről kevés Tween-80-at tartalmazó ionmentes vízzel gyűjtjük össze. Az agar felületét gumilemezzel ellátott üvegbottal, vagy hasonló tompa eszközzel kaparjuk le. A spórasuszpenziót szűrőszöveten átszűrjük, hogy a micéliumokat és az agartöredékeket kiszűrjük, majd a spórasuszpenzió koncentrációját $2-4 \cdot 10^5$ spóra/ml értékre állítjuk be.

14 napos TAMNUT 74 fajtájú földimogyoró növényeket az oltóanyagnak a levelekre való permetezésével bepermetezzünk, a permetezést addig folytatjuk, amíg a növényen egyenletes oltóanyag film képződik. A befertőzött növényeket nedves környezetben 29,5–32,2 °C hőmérsékleten 72 órán át inokuláljuk. A növényeket ezután a nedves környezetből eltávolítjuk, hagyjuk megszáradni, majd melegházba helyezük. A kezelések eredményének összehasonlítását a befertőzés után 10–14 nappal végezzük.

Árpa *Helminthosporium* vagy árpa folt teszt (BH) – *Helminthosporium sativum*

5 cm átmérőjű edényekben lévő 7 napos HENREY árpapalántákat a kémiai kezelést megelőzően 24 órával megnyírunk, hogy egyenletes magasságúak legyenek, ezzel megkönnyítjük az egyenletes befertőzést. A növényeket a vizsgálandó anyaggal ülepítőtorony segítségével permetezzük be (egy-egy permetezésnél a kívánt koncentrációból 1,1 ml). A permetet a toronyban 1 percig hagyjuk ülepedni, mielőtt a növényeket a toronyból eltávolítanánk. Bepermetezés után a növényeket legalább 2 órán át száradni hagyjuk, majd ezután fertőzzük be.

Oltóanyagként 3 hetes, mélyfekete, spórázó, *Helminthosporium sativum* tenyészetet alkalmazunk. A tenyészet minden egyes Petri-csészéjébe 5 ml ionmentes vizet adunk, és a spórákat gumilappal ellátott üvegbot segítségével lekaparjuk. Ezt követően a spórákat tartalmazó vizet szűrőszöveten szűrjük át, hogy a micéliumokat és az agardarabokat eltávolítsuk. Minden 100 ml spórasuszpenzióhoz 1 csepp Tween-80 felületaktív szert adunk. A spórakoncentrációt 25 spóra/ml értékre állítjuk be. Az oltóanyagot kézi permetezővel visszük fel. A befertőzött növényeket 24 órán keresztül 21,1 °C hőmérsékletű pára kamrában tartjuk, majd melegházba visszük. A növényeket a melegházban 6 napig neveljük, majd a vizsgálatot kiértékeljük. A kórt az „A manual of assessment keys for plant diseases” by Clive James (Key No. 1.6.1) szakirodalmi helyen ismertett módon értékeljük.

Búza gluma foltosság (SNW) – *Septoria nodorum*

Oltóanyagot úgy készítünk, hogy 3 hetes lemezek spórázó micéliumát Czapek-Dox V-8 lemezekre he-

lyezzük, vagy egy darab spórázó micéliumot 20 ml steril ionmentes vizet tartalmazó csőbe helyezünk, jól összerázzuk, és 5 perc múlva annyi spórát tartalmazó folyadékot viszunk friss lemezre, hogy a lemezen vékony film képződjön. A lemezeket 48 órán át 20 °C hőmérsékleten sötétben inkubáljuk, amíg fehér micélium megjelenését nem észleljük. Ezután a lemezeket 21 °C hőmérsékleten állandó fluorescens fény alatt inkubáljuk 15–20 napig. A micélium rózsaszín színűvé válik az inkubációs időszak végére.

A spórázó lemezeket ionmentes vízzel árasztjuk el. A spórát gumilappal ellátott bottal kaparjuk a vízbe. Az elárasztást és a lekaparást lemezenként 2–3-szor ismételjük. A spóraszuszpenziót ezután szűrőszöveten szűrjük át. A spóraszuszpenzió koncentrációját 150–300 spóra/ml értékre állítjuk be. Minden 500 ml spóraszuszpenzióra 2 csepp Tween-80-at adunk.

LEN búzánövényeket spóraszuszpenzióval és TWE-EN-80-nal kézi permetező alkalmazásával bepermetezzük. Adott esetben a növényeket a befertőzést megelőzően könnyű ásványolajjal enyhén bepermetezzük, és 5 perc múlva végezzük a befertőzést. A befertőzött növényeket 72 órán át pára kamrába 20 °C hőmérsékleten inokuláljuk, 16 órás megvilágításos fotoperiódus és 8 órás sötét periódus váltják egymást.

A növényeket ezután 7–9 napra 20 °C hőmérsékletű tenyésztőkamrába helyezzük, ahol 16 órás megvilágított fotoperiódus és 8 órás sötét periódus váltja egymást. Ezután végezzük a kiértékelést, az eredményeket a kontroll %-ában adjuk meg.

A vizsgált vegyületeket különböző dózisokban alkalmazzuk, a kísérlet végrehajtásának idejétől függően. A vizsgálatokban jónak bizonyult vegyületekre kapott eredményeket a VIII. táblázatban adjuk meg, vegyületeként három dózisban. Amennyiben az egyes vegyületeket azonos dózisban többször vizsgáltuk, ezen vizsgálati eredmények átlag értékét adjuk meg.

VIII. Táblázat
Fungicid hatás
Földimogyoró *Cercospora*

Vegyület/dózis (ppm)			
	300	75	5
4.	100	100	97
6.	100	100	100
7.	100	100	85
8.	98	100	85
11.	100	100	100

Árpa *Helminthosporium*

Vegyület/dózis (ppm)			
	300	75	5
3.	100	99	87
10.	99	99	84
11.	100	99	76

	Vegyület/dózis (ppm)		
	300	75	5
5	16.	100	100
	19.	99	99
	25.	94	94
	26.	94	97

Búza *Septoria Nodorum*

	Vegyület/dózis (ppm)		
	80	20	5
10	10.	100	100
15	49.	100	100

Összehasonlító vizsgálatok

A 2. és 10. vegyületek összehasonlítása a c2a, c2b és c10. vegyületekkel

A 2., 10., c2a, c2b és c10. vegyületeket egymás mellett alkalmazva in vitro összehasonlító vizsgálatot végzünk *P. herpotrichoides*-szel és *Septoria tritici*-vel szemben. A vizsgálatokat rutin PDA (burgonya-dextróz-agar) méreg agaron végeztük.

Méreg-agar

39 g Difco burgonya-dextróz-agart (PDA) 1 liter vízben szuszpendálunk. A tápközeget autoklávban 1,03 bar nyomáson 15 percig sterilizzük. Ezt követően a tápközeget 15 percig hűlni hagyjuk. Ezután ismert mennyiségű fungicidnek az olvadt agarhoz való adagolásával hígítási sort készítünk. A fungicideket metanolban, acetonban vagy DMSO-ban oldjuk az agarban való elegyítést megelőzően. A gombák növekedését a következő inkubációs időszakok után vizsgáltuk:

Pseudocercospora *herpotrichoides* – 12 nap szobahőmérsékleten;

Septoria tritici – 14 nap szobahőmérsékleten.

Az eredményeket a mm-ben megadott sugár-értékkel jellemezzük, és az EC₇₅ értékeket számítjuk. Az EC₇₅ értékek ppm-ben megadva a következők:

IX. Táblázat

Pseudocercospora

c2a	c2b	2
(fenil)	(benzil)	(fenetil)
20	12	0,6
	c10	10
	(benzil)	(fenetil)
	20	0,2

55 *Septoria tritici*

c2a	c2b	2
9	10	0,2
	c10	10
	4	0,02

Az eredményeknek megfelelően a találmány szerinti hatóanyagok EC₇₅ értéke legalább hússzor kisebb, mint a megfelelő fenil- vagy benzilvegyületeké.

A 6. vegyület összehasonlítása a c6. vegyülettel

A 6. és a c6. vegyületeket in vivo hasonlítjuk össze egymás mellett alkalmazva.

Árpa foltosodás gátlása

7,6 cm átmérőjű edényekbe ültetett Pennrad árpapalántákat magasan elhelyezett mechanikus permetezőből nagy térfogatú acetón-metanol-víz-elegyből álló permetezőszerrel permetezünk be. Az EC₇₅ értékeket kiszámítjuk, eredményeinket a X. táblázatban ismertetjük. Amint az eredményeinkből látható, a találmány szerinti hatóanyagok EC₇₅ értéke több mint hússzor kevesebb, mint a megfelelő benzilvegyületek EC₇₅ értéke, amennyiben ezeket a befertőzés napján alkalmazzuk kezelésre.

Búzalevél-üszöggomba kezelése a levézet permetezésével

A találmány szerint előállított vegyületeket acetón-metanol-víz-elegyben szuszpendáljuk, és magasan elhelyezett mechanikus permetezővel 7,6 cm átmérőjű edényekbe ültetett Pennol búza palántákat permetezünk be lefolyásig. A növényeket Puccinia recondita 20 000/ml koncentrációjú vizes uredospóra szuszpenziójával fertőzzük be, majd 24 órán át 21,1 °C hőmérsékleten vízpermetben, majd további 7 napon át melegházban inkubáljuk. A számított EC₇₅ értékeket a X. táblázatban adjuk meg.

Búza lisztharmat kezelése a levézet permetezésével

7,6 cm átmérőjű edényekbe ültetett Pennol búzapalántákat szokásos levézetpermetezéssel kezelünk. A ppm-ben megadott EC₇₅ értékeket a X. táblázatban ismertetjük.

X. Táblázat

	6. vegyület (fenetil)	c6. vegyület (benzil)
Árpa foltosság		
Kezdeti (fertőzés és kezelés azonos napon)	17	350
Búzalevél-üszöggomba		
Posztemergens (befertőzés 1 nappal a kezelés után)	23	10
Kezdeti	15	5
Búza lisztharmat		
Kezdeti	1	4

Amint az az előzőekben ismertetett adatokból látható, a találmány szerinti készítmények egyértelműen alkalmasabbak árpa foltosodás kezelésére, mint az összehasonlító vegyületek. Bár a találmány szerint előállított 6. vegyület nem a legjobb vegyület búzalevél-

üszöggomba vagy búza lisztharmat kezelésére, és a benzil sorozat hatásos a búza gombák ellen, a 6. vegyület csak kevésbé gyengébb hatású búzalevél-üszöggomba kezelésben, mint az összehasonlító benzil vegyület, és a 6. vegyület hatásosabb lisztharmattal szemben, ha a kezelés napján történik a befertőzés.

A 10. vegyület összehasonlítása a c10. összehasonlító vegyülettel

Búza lisztharmat és búzalevél-üszöggomba kezelése
Két alkalommal végeztünk in vivo összehasonlító vizsgálatot egymás mellett elhelyezett mintákon a 10. vegyülettel és a c10. összehasonlító vegyülettel, a vizsgálatot a VI. táblázat előtt megadott eljárás szerint végeztük. A két vizsgálat eredményeit a XI. táblázatban ismertetjük.

XI. Táblázat

1. Vizsgálat	WPM			WLR		
20 Vegyület/dózis ppm	100	25	6	100	25	6
10.	99	95	95	100	100	99
c10.	95	95	85	95	85	85
25 2. Vizsgálat						
10.	100	95	95	100	100	99
c10.	100	95	95	95	85	0

A 10. vegyület jobbnak bizonyult az összehasonlító vegyületnél búzalevél-üszöggomba ellen, és azonos vagy jobb, mint az összehasonlító vegyület búza lisztharmattal szemben. Az előző összehasonlító vizsgálatok alapján megállapíthatjuk, hogy a fenetilvegyületek általában jobbakként, mint a megfelelő benzil- és fenilvegyületek. A találmány szerint előállított hatóanyagok legalább egy nagyságrenddel jobbakként búzagyökér rothadás (Pseudo cercospora), búzalevél foltosodás (Septoria tritici) és árpa foltosodás (Helminthosporium sativum) ellen, és általában jobbakként búzalevél-üszöggomba (Puccinia recondita) és búza lisztharmat (Erysiphe graminis) ellen.

A találmány szerint előállított fenetil-triazolok láthatóan előnyösek számos különféle gomba elleni jobb hatásuk folytán. A találmány szerint előállított előnyös vegyületek jó fungicid hatással bírnak árpa foltosodás, földimogyoró korai levélfoltosodás és rizs üszög ellen, valamint búzalevél-üszöggomba és búzaszár-üszöggomba ellen is.

A leírásban alkalmazott következő megjelölések márkanevek:

HiSil, Zeolex, Systhane, Liquid-M, Tween, Soltrol, Gerber, Turf-Builder.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Fungicid készítmény, azzal jellemezve, hogy 0,0001–95 tömeg% (I) általános képletű helyettesített triazol hatóanyagot vagy mezőgazdasági szempontból megfelelő enantiomorfját, savaddíciós sóját vagy fém-sókomplexét és mezőgazdasági szempontból megfelelő

hígító- vagy hordozóanyagot, előnyösen vizes acetont és/vagy metanolt vagy szilícium-dioxidot tartalmaz – az (I) általános képletben

Z jelentése etilencsoport, etenilencsoport vagy izopropilencsoport;

Ar(X_m) jelentése X_m csoporttal helyettesített fenilcsoport vagy naftilcsoport,

Ar(Y_n) jelentése Y_n csoporttal helyettesített fenilcsoport, 2-tienil-csoport vagy 2-piridil-csoport,

X jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 1–4 szénatomos alkoxicssoport vagy perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport, Y jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkoxicssoport, perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy fenilcsoport,

m értéke 1 vagy 2,

n értéke 1 vagy 2,

R jelentése hidrogénatom vagy fenilcsoport.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagának (I) általános képletében

Z jelentése -CH₂CH₂-,

Ar(X_m) jelentése az 1. igénypontban megadott,

Ar(Y_n) jelentése Y_n csoporttal helyettesített fenilcsoport,

X jelentése hidrogénatom, halogénatom, trifluor-metil-csoport, metoxicssoport, etoxicssoport, propoxicssoport, metilcsoport vagy etilcsoport,

Y jelentése hidrogénatom, halogénatom, trifluor-metil-csoport, metoxi-, etoxi- vagy propoxicssoport, metilcsoport, etilcsoport vagy fenilcsoport, és

m és n azonos vagy különböző, értékük 1 vagy 2.

3. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagának (I) általános képletében Z jelentése -CH=CH- és Ar(X_m), Ar(Y_n), X és Y jelentése, valamint m és n értéke a 2. igénypontban megadott.

4. A 3. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagának (I) általános képletében a Z helyettesítő (E) izomer formájú.

5. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagának (I) általános képletében

X_m jelentése hidrogénatom, 2-, 3- vagy 4-helyzetű halogénatom, 3- vagy 4-helyzetű trifluor-metil-csoport, 4-metoxi-, 4-metil- vagy 4-etil-csoport vagy 3,4-halogén; és

Y_n jelentése hidrogénatom, 2-, 3- vagy 4-helyzetű halogénatom, 2,6-helyzetű dihalogén helyettesítő, 3-trifluor- metil-csoport, 2-metoxi- vagy 2-etoxi-csoport.

6. A 2. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagának (I) általános képletében

– X_m jelentése hidrogénatom és Y_n jelentése 4- helyzetű halogénatom vagy

– X_m jelentése 4-helyzetű halogénatom és Y_n jelen-

tése hidrogénatom vagy 4-helyzetű halogénatom vagy 2-helyzetű halogénatom vagy 2-helyzetű metoxi- vagy etoxicssoport, vagy

– X_m jelentése 2-helyzetű halogénatom és Y_n jelentése hidrogénatom vagy 4-helyzetű halogénatom, vagy

– X_m jelentése 3- vagy 4-helyzetű halogénatom és Y_n jelentése 3-helyzetű halogénatom, vagy

– X_m jelentése 3-helyzetű halogénatom és Y_n jelentése hidrogénatom, 3- vagy 4-helyzetű halogénatom, 2-helyzetű metoxi- vagy etoxicssoport vagy hidrogénatom vagy 4-helyzetű halogénatom vagy

– X_m jelentése 4-helyzetű trifluor-metil-csoport és Y_n jelentése hidrogénatom, 4-helyzetű halogénatom vagy 2- helyzetű metoxi- vagy etoxi-csoport, vagy

az (I) általános képletű hatóanyag a következő helyettesített triazolok valamelyike: α-[2-(4-klór-fenil)-etil]-α-fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril, α-(4-bróm-fenil)-α-[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril, α-(2-klór-fenil)-α-[2-(4-klór-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril, α-[2-(4-klór-fenil)-etil]-α-(2-metoxi-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril, α-[2-(3-bróm-fenil)-etil]-α-fenil-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril vagy α-fenil-α-[2-(4-trifluor-metil-fenil)-etil]-1H-1,2,4-triazol-1-propánnitril.

7. Eljárás az (I) általános képletű helyettesített triazolok, mezőgazdasági szempontból elfogadható enantiomorfjaik, savaddíciós sóik vagy fémsókomplexeik előállítására – a képletben

Z jelentése etilén-, etenilén- vagy izopropilencsoport,

Ar(X_m) jelentése X_m csoporttal helyettesített fenilcsoport vagy naftilcsoport,

Ar(Y_n) jelentése Y_n csoporttal helyettesített fenilcsoport, 2-tienil-csoport vagy 2-piridil-csoport,

X jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 1–4 szénatomos alkoxicssoport vagy perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport,

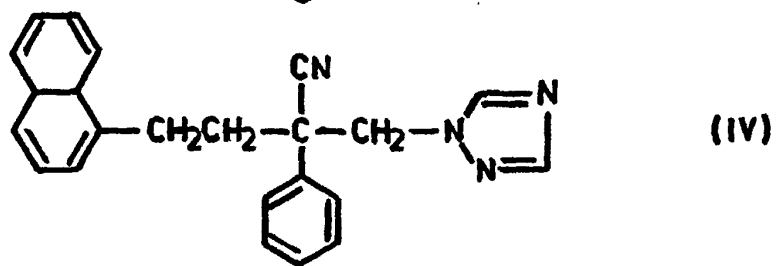
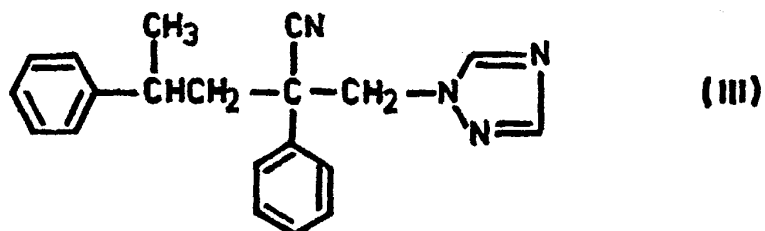
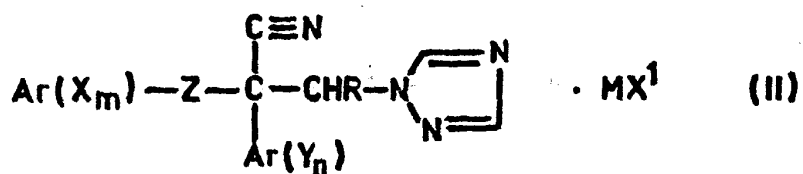
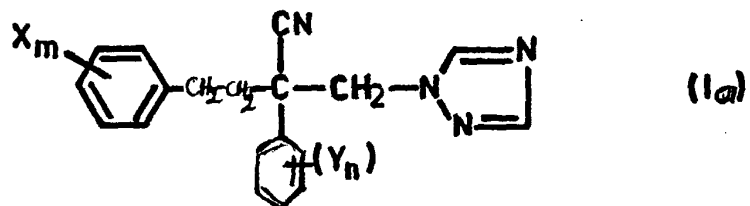
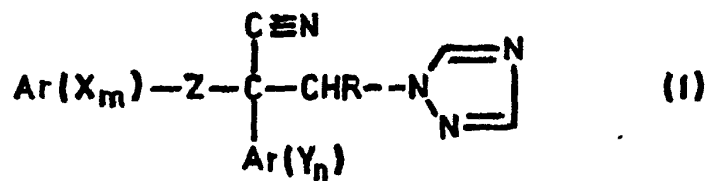
Y jelentése hidrogénatom, halogénatom, 1–4 szénatomos alkoxicssoport, perhalogénezett 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy fenilcsoport,

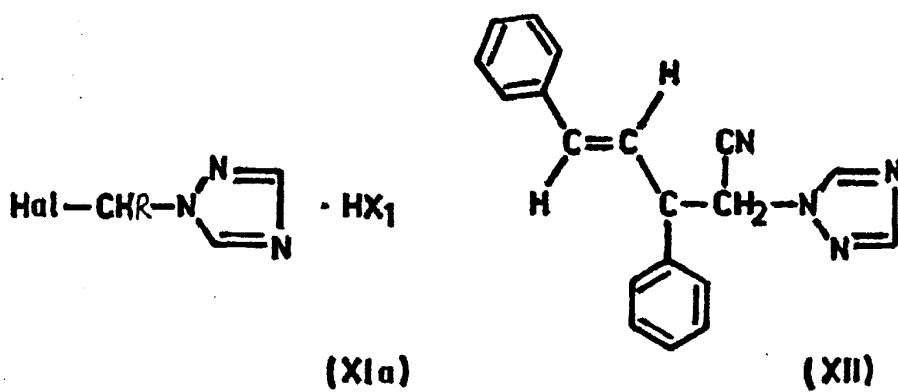
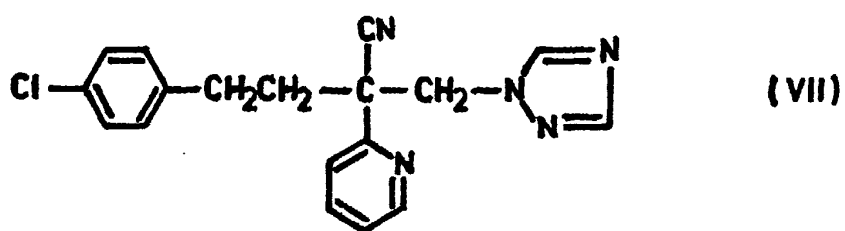
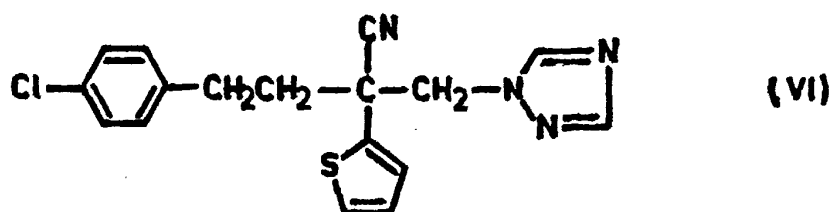
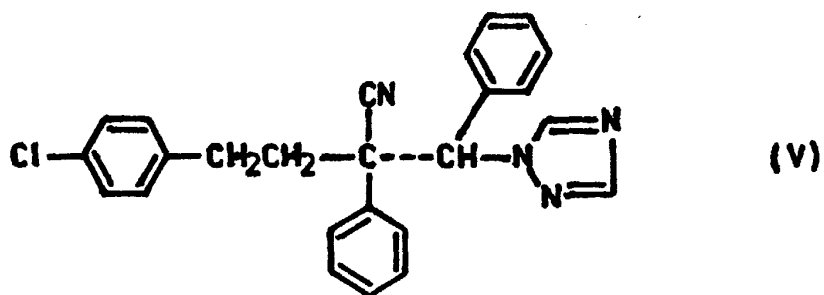
m értéke 1 vagy 2,

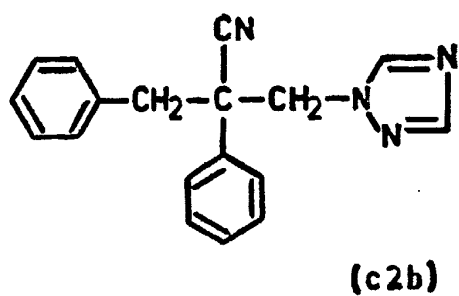
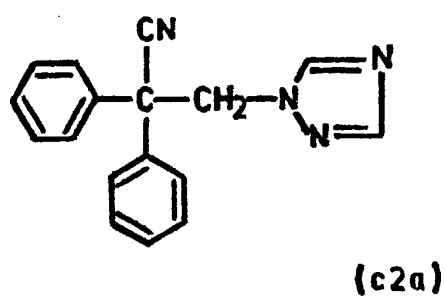
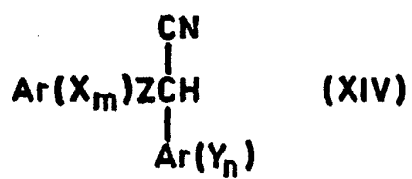
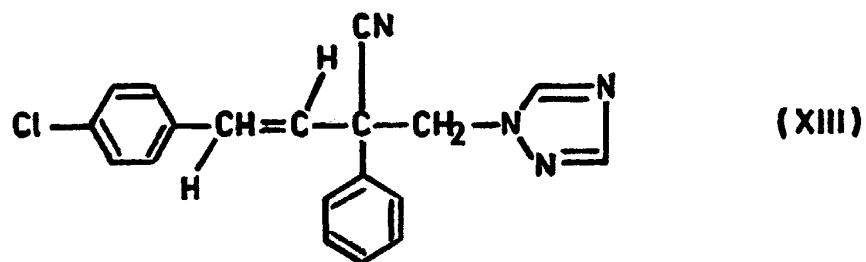
n értéke 1 vagy 2,

R jelentése hidrogénatom vagy fenilcsoport

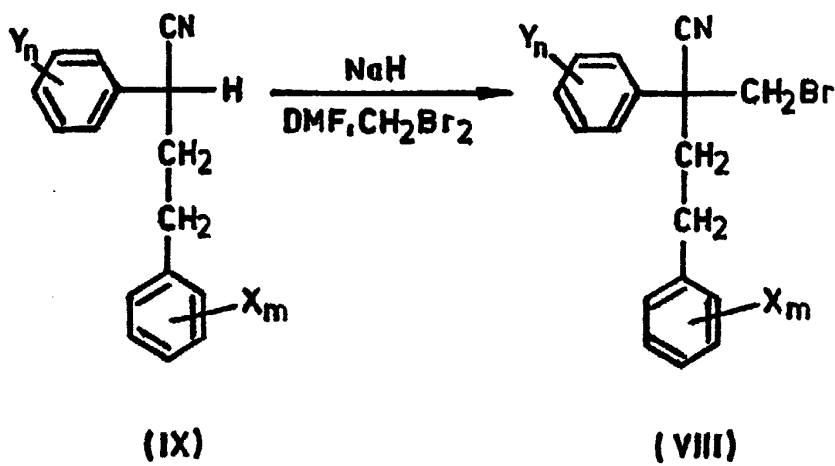
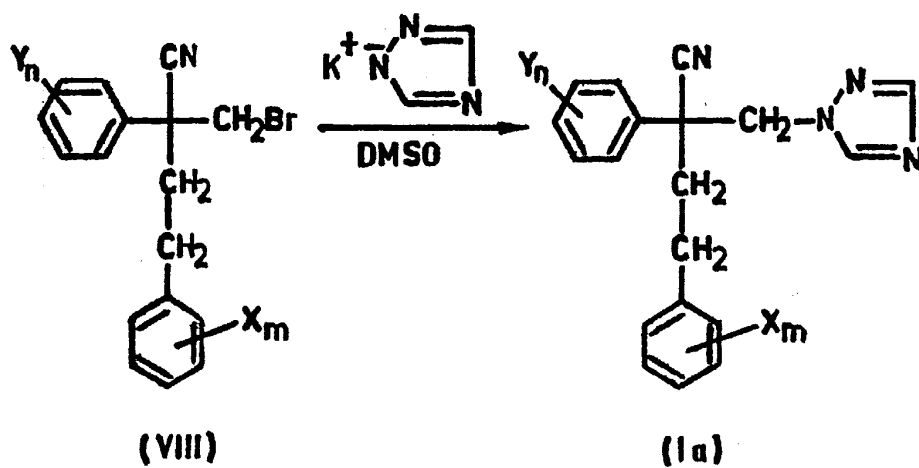
azzal jellemezve, hogy egy (XIV) általános képletű vegyületet egy (XI) vagy egy (XIa) általános képletű vegyülettel reagáltatunk – a képletekben Hal jelentése „halogénatom”, X₁ jelentése halogén és Z, Ar, X_m és Y_n jelentése a tárgyi körben megadott, az ily módon nyert (I) általános képletű vegyületeket kívánt esetben ismert módon fémsókomplexeiké vagy savaddíciós sóikká vagy a megfelelő enantiomorfjaikká alakítjuk.



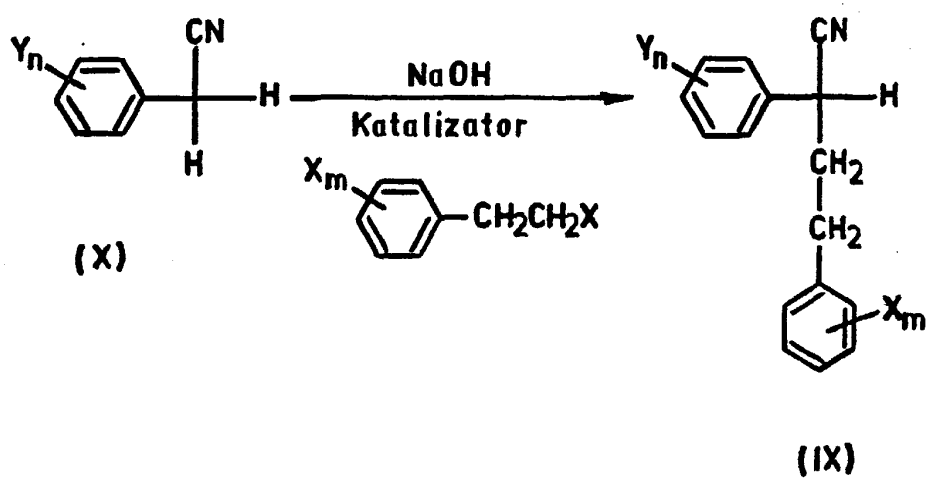


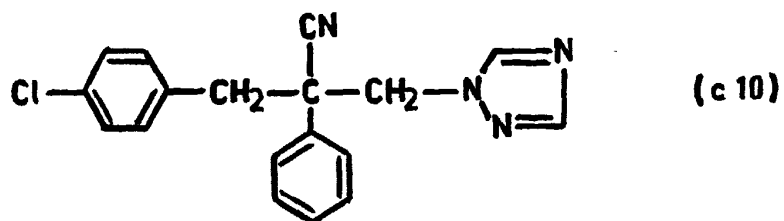
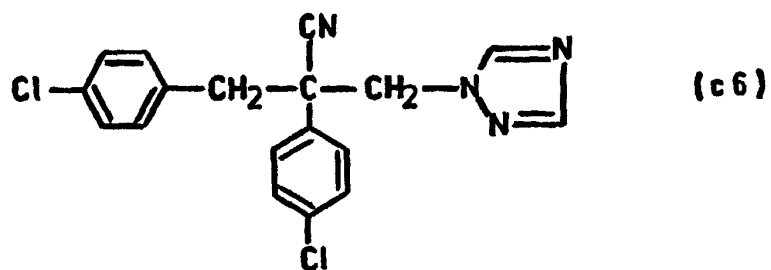


1. reakcióvázlat



1. reakcióvázlat folytatása





2. reakcióvázlat

