

10/1/90

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

51.341/ZB

K I V O N A T

33832
=54116

Hatóanyagként 2-fenil-perhidro-izozindol-1-on- vagy -1-tion-
-származékokat tartalmaz herbicid készítmények és eljárás
2-fenil-perhidro-izozindol-1-on- és -1-tion-származékok
előállítására

Schering Aktiengesellschaft, BERLIN és BERGKAMEN,

A bejelentés napja: 1990. 05. 11.

Elsőbbsége: 1989. 05. 12. (P 39 15 953.1),

NÉMET SZÖVETSÉGI KÖZTÁRSASÁG

A találmány szerinti herbicid készítmények ható-
anyagként legalább egy (I) általános képletű vegyületet -
a képletben

- V jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom,
- W jelentése hidrogén- vagy halogénatom,
- X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, trihalogén-
-metil-csoport vagy $-OR^1$, $-SR^1$ vagy $-CO_2R^2$
csoport, vagy
- W és X együtt $-O-CH_2-CO-NR^3-$, $-S-CO-NR^3-$ vagy $-O-CO-NR^3-$
csoportot képez, mimellett W helyén az $-OCH_2-$,
 $-S-$ vagy $-O-$ rész áll,
- R^1 jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen
vagy helyettesített alkil-, alkenil-, alkinil-,
cikloalkil-, cikloalkil-alkil-, hidroxikarbo-
nil-alkil-, alkoxikarbonil-alkil-, aleknil-
-oxikarbonil-, alkil-, alkinil-oxikarbonil-

33832

- alkil-, cikloalkil-oxi-karbonil-alkil-,
alkil-szulfonil-, fenil-szulfonil-, fenil-
csoport vagy heterociklusos csoporttal
helyettesített alkilcsoport,
- R² jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen
vagy helyettesített alkil-, alkenil-, alki-
nil-, cikloalkil- vagy cikloalkil-alkil-
-csoport,
- R³ jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen
vagy helyettesített alkil-, alkenil-, al-
kinil-, cikloalkil- vagy cikloalkil-alkil-
-csoport,
- Y jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom,
vagy -NR⁴R⁵ csoport,
R⁴ és R⁵ jelentése egymástól függetlenül hidro-
génatom, alkil-, alkenil- vagy alkinil-
csoport,
- T jelentése oxigén- vagy kénatom,
- Z jelentése hidrogén-, klór- vagy brómatom -
tartalmazznak.

~~Az új-kulturnövényekre szelektív - készítmények
széles levelű gyomnövények és fűfélék ellen hatásosak.~~

51.341/ZE

2014/90 A

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

51.341/ZE

S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMETKÖZI ÜGYVÉDI
ÉS SZABADALOM IRODA
1061 BUDAPEST, DALMÁNYI U. 10.
TELEFON: 153-3733

NRK 5
COFD 208/46
COFD 209/44
COFD 417/04
COFD 413/04
ACIN 43/38
ACIN 47/22
ACIN 43/54
ACIN 43/74

24747

-54116-

Hatóanyagként 2-fenil-perhidroizozindol-1-on- vagy
-1-tion-származékokat tartalmazó herbicid készítmények
és eljárás 2-fenil-perhidroizozindol-1-on- és -1-tion-
-származékok előállítására

Schering Aktiengesellschaft, BERLIN és BERGKAMEN,
utóbbi a NÉMET SZÖVETSÉGI KÖZTÁRSASÁG-ban

Feltalálók:

dr. GANZER Michael,
dr. FRANKE Wilfried,
dr. DORFMEISTER Gabriele,
dr. JOHANN Gerhard,
dr. REES Richard,

BERLIN

Bejelentés napja: 1990. 05. 11.

Elsőbbsége: 1989. 05. 12. (P 39 15 953.1),
NÉMET SZÖVETSÉGI KÖZTÁRSASÁG

A találmány tárgya hatóanyagként 2-fenil-perhidro-izoindol-1-on- vagy -1-tion-származékokat tartalmazó herbicid készítmények és eljárás 2-fenil-perhidro-izoindol-1-on- és -1-tion-származékok előállítására.

Ismeretesek herbicid hatásu N-fenil-hexahidro-izoindol-származékok (36 18 501 A1 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírás). Ezeknek az ismert vegyületeknek a herbicid hatása azonban gyakran nem kielégítő, vagy fontos mezőgazdasági kultúrákban szelektivitási problémák lépnek fel velük kapcsolatban.

Találmányunk célkitűzése ezért olyan új vegyületek biztosítása, amelyek mentesek a fenti hátrányoktól, és biológiai tulajdonságaik felülmulják az eddig ismert származékokét.

Azt találtuk, hogy az (I) általános képletű 2-fenil-perhidro-izoindol-1-on- és -1-tion-származékok jelentős herbicid hatást mutatnak. Az (I) általános képletben

- V jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom;
- W jelentése hidrogén- vagy halogénatom;
- X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, trihalogén-metil-csoport vagy $-OR^1$, $-SR^1$ vagy $-CO_2R^2$ általános képletű csoport, vagy

- W és X együtt $-O-CH_2-CO-NR^3-$, $-S-CO-NR^3-$ vagy $-O-CO-NR^3$ általános képletű csoportot képeznek, mimellett W helyén az $-OCH_2-$, $-S-$ vagy $-O-$ rész áll, és a fenti általános képletekben

- R^1 jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített hidroxikarbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport,

helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (1-6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (2-6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport, fenil-szulfonil-csoport, egy vagy több azonos vagy különböző helyettesítővel szubsztituált fenil-szulfonil-csoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport,

1-4 szénatomos alkoxicsoport vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet, telített vagy telítetlen heterociklusos csoporttal helyettesített 1-4 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy egy vagy több azonos különböző helyettesítővel szubsztituált fenilcsoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport, 1-4 szénatomos alkoxicsoport vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet;

- R²

jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen

- 6 -

helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- R³ jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- Y jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom, vagy -NR⁴R⁵ általános képletű csoport, amelyben

- R⁴ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinilcsoport;
- R⁵ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinilcsoport;
- T jelentése oxigén- vagy kénatom;
- Z jelentése hidrogén-, klór- vagy brómatom.

Az (I) általános képletű vegyületek adott esetben különböző enantiomerek, diasztereomerek vagy geometriai formák alakjában is előfordulhatnak, és ezek az alakjaik is a találmány körébe tartoznak.

"Halogénatom" alatt leírásunkban fluor-, klór-, bróm- vagy jódatomot értünk.

"Halogén-alkil-csoport" jelentése leírásunkban olyan csoport, amelyben az alkilcsoport egy vagy több hidrogénatomját halogénatom helyettesíti.

"Telített vagy telítetlen heterociklusos csoport" alatt például tetrahydrofuran-, tetrahydrotiofén-, pirrolidin-, piperidin-, morfolin-, piridin- vagy pirrolgyűrűt értünk.

A találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket úgy állíthatjuk elő, hogy

a) olyan, az (I) általános képletű vegyületek szűkebb körébe tartozó vegyületek előállítására, amelyeknek képletében

T jelentése oxigénatom,
 Z jelentése hidrogénatom,
 a többi helyettesítő jelentése a fenti,

(II) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X és Y jelentése a fenti,
 A jelentése halogénatom vagy p-toluol-szulfonil-
 -oxi-csoport -

ciklizálunk, adott esetben szervetlen vagy szerves bázis hozzáadásával, vagy

b) olyan, az (I) általános képletű vegyületek szűkebb körébe tartozó vegyületek előállítására, amelyeknek képletében

T jelentése kénatom,
 a többi helyettesítő jelentése a fenti,

(Ia) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X, Y és Z jelentése a fenti -

foszfor(V)-szulfiddal vagy Lawesson-reagenssel reagáltatunk, vagy

c) olyan, az (I) általános képletű vegyületek szűkebb körébe tartozó vegyületek előállítására, amelyeknek képletében

T jelentése oxigénatom,

Z jelentése klór- vagy brómatom,

a többi helyettesítő jelentése a fenti,

(Ib) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X és Y jelentése a fenti -

foszfor-halogeniddel és/vagy foszfor-oxi-halogeniddel reagáltatunk.

Az a) eljárást célszerűen úgy hajtjuk végre, hogy a kiindulási anyagot megfelelő oldószerben, adott esetben egy szervetlen vagy szerves bázis hozzáadásával 0 - 150°C hőmérsékleten, előnyösen azonban az oldószer visszafolytatási hőmérsékletén reagáltatjuk. A reakciót adott esetben fázisátmeneti katalizátort alkalmazva is végezhetjük.

Bázisként alkalmazhatunk alkálifém- vagy alkáli-földfém-hidroxidokat vagy -alkoholátokat, alkálifém-hidrideket, alkálifém- vagy alkáli-földfém-karbonátokat vagy -hidrogén-karbonátokat, tercier alifás vagy aromás aminokat, továbbá heterociklusos bázisokat; példaként megemlítjük a nátrium- és kálium-hidroxidot, nátrium-metanolátot, nátrium-hidridet, nátrium- és

kálium-karbonátot, nátrium- és kálium-hidrogén-karbonátot, trietil-amint és a piridint.

Az oldószer lehet egy szénhidrogén, mint például toluol, egy klórozott szénhidrogén, mint például metilén-klorid vagy kloroform, egy éter, mint például dietil-éter vagy tetrahydrofuran, egy alkohol, mint például metanol vagy etanol, egy keton, mint például acetone vagy butanon, egy amid, mint például dimetil-formamid, vagy egy szulfoxid, mint például dimetil-szulfoxid is.

A ciklizálási reakcióhoz alkalmazott (II) általános képletű vegyületek egy (III) általános képletű vegyület - a képletben

V, W, X és Y jelentése a fenti -

egy (IV) általános képletű vegyülettel - a képletben

A jelentése a (II) általános képletnél megadott,

Q jelentése klór- vagy brómatom -

szekációs módszerekkel végzett reagáltatásával állíthatók elő.

A b) eljárást célszerűen 0 - 150°C hőmérsékleten, megfelelő oldószerben hajtjuk végre. Az oldószer lehet például éter, ugyancsak tetrahydrofuran, aromás szénhidrogén, mint például toluol, heteroaromás vegyület, mint például piridin, és más, a reakciópartnerekkel

szemben közömbös oldószeres. A reakcióoldathoz adott esetben bázist, mint például trietil-amint is adhatunk. A reakcióidő 1 - 24 óra.

A c) eljárást oldószer jelenlétében vagy anélkül is végrehajthatjuk. A reakcióhőmérséklet szobahőmérséklet és 180°C között van, előnyösen azonban a reakcióelegy visszafolytatási hőmérsékletén. Az oldószer lehet egy szénhidrogén, mint például benzol, toluol vagy xilol, vagy egy klórozott szénhidrogén, mint például metilén-klorid, kloroform, klór-benzol vagy diklór-benzol, vagy más, a reakciópartnerekkel szemben közömbös oldószer. A reakcióidő 1 - 24 óra.

Az egyes eljárásoknál alkalmazott kiindulási anyagok - amennyiben előállításukat nem írjuk le - ismertek, vagy önmagukban ismert eljárásokkal analóg módon előállíthatók.

A találmány szerinti vegyületek feldolgozását szokásos módon végezzük. A tisztítást kristályosítással vagy oszlopkromatográfiával hajtjuk végre.

A találmány szerinti vegyületek általában színtelen vagy halványsárga, kristályos vagy nyulósan folyós anyagok, amelyek egy része jól oldható klórozott szénhidrogénekben, mint például metilén-kloridban vagy kloroformban, éterekben, mint például dietil-éterben vagy tetrahidrofuranban, alkoholokban, mint például metanolban

vagy etanolban, ketonokban, mint például acetonban vagy butanonban, amidokban, mint például dimetil-formamidban, vagy szulfoxidokban is, mint például dimetil-szulfoxidban.

A találmány szerinti vegyületeknek jó herbicid hatása van széleslevelű gyomnövények és fűvek ellen; szelektív alkalmazásuk különböző kultúrákban lehetséges, így például repcében, répában, szójababban, gyapotban, rizsben, árpában, búzában és más gabonafajtákban. Emellett egyes vegyületek szelektív herbicidekként is különösen alkalmasak répa, gyapot, szója és gabona esetében. A vegyületek használhatók gyomnövények irtására évelő kultúrákban is, mint például erdő-, díszeserje-, gyümölcs-, borszőlő-, citrus-, mogyoró-, banán-, kávé-, tea-, gumi-, olajpálma-, kakaó-, bogyós- és árpa kultúrákban, és szelektív gyomirtásra nem évelő kultúrákban.

A találmány szerinti vegyületek alkalmazhatók például a következő növényfajtáknál: kétszikű gyomnövények a Sinapis, Lepidium, Galium, Stellaria, Matricaria, Anthemis, Galinsoga, Chenopodium, Brassica, Urtica, Senecio, Amaranthus, Portulaca, Xanthium, Convolvulus, Ipomoea, Polygonum, Sesbania, Ambrosia, Cirsium, Carduus, Sonchus, Solanum, Rorippa, Lamium, Veronica, Abutilon, Datura, Viola, Galeopsis, Papaver, Centaurea és

Chrysanthemum nemzetségből; egyszikű gyommövények az Avena, Alopecurus, Echinochloa, Setaria, Panicum, Digitaria, Poa, Eleusine, Brachiaria, Lolium, Bromus, Cyperus, Agropyron, Sagittaria, Monochoria, Fimbristylis, Eleocharis, Ischaemum és Apera nemzetségből.

Az alkalmazott mennyiség a kikelés előtti vagy utáni alkalmazástól függően 0,001 - 5 kg/hektár lehet.

A találmány szerinti vegyületeket mint lombtalanító, elszáritó és mint gyomokat elpusztító szereket is alkalmazhatjuk.

A találmány szerinti vegyületeket akár egymagukban, akár egymással vagy más hatóanyagokkal összekeverve is alkalmazhatjuk. Adott esetben a kívánt céltől függően más növényvédő- vagy kártevőirtószereket is hozzájuk adhatunk. Ha a hatásspektrumot akarjuk kiszélesíteni, más herbicideket is adagolhatunk.

A találmány szerinti vegyületekhez keverhető herbicid hatóanyagok lehetnek például a Weed Abstract, 36. kötet, 12. szám, 1987 kiadványban "List of common names and abbreviations employed for currently used herbicides and plant growth regulators in Weed Abstract" cím alatt felsorolt vegyületek.

A hatás erősségét és a hatássebességet például hatásfokozó anyagokkal, mint például szerves oldószerekkel, térhálósítószerekkel vagy olajokkal is növelhetjük. Ezek az adalékok ezért adott esetben lehetővé teszik a hatóanyag dózis csökkentését.

A találmány szerinti hatóanyagokat és keverékeiket célszerűen készítmények, úgymint porok, porozószerkezetek, granulátumok, oldatok, emulziók vagy szuszpenziók formájában alkalmazzuk, folyékony és/vagy szilárd hordozóanyagok illetve higitószerkezetek és adott esetben tapadási elősegítő, térhálósító, emulgeáló és/vagy diszpergáló segédanyagok hozzáadásával.

Megfelelő folyékony hordozóanyagok például az alifás vagy aromás szénhidrogének, úgymint benzol, toluol, xilol, ciklohexanon, izoforon, dimetil-szulfid, dimetil-formamid, továbbá ásványolajfrakciók és növényi olajok.

Szilárd hordozóanyagként alkalmazhatunk ásványokat, például bentonitot, szilikagélt, talkumot, kaolint, attapulgitot, mészkövet és növényi termékeket, például liszteket.

Felületaktív anyagok lehetnek például a kalcium-lignoszulfonát, polietilén-alkil-fenil-éter, naptalin-szulfonsavak és ezek sói, fenol-szulfonsavak és ezek sói, formaldehid kondenzációs termékei, zsiralkohol-szulfátok, valamint helyettesített benzolszulfonsavak és ezek sói.

A hatóanyag aránya a különböző készítményekben tág határok között változhat. A kiserelt készítmények például körülbelül 10 - 90 t% hatóanyagot, körülbelül 90 - 10 t% folyékony vagy szilárd hordozóanyagot és adott esetben 20 t%-ig terjedő mennyiségű felületaktív anyagot tartalmaznak.

A szerek kihordását szokásos módon végezhetjük, például hordozóként vizet alkalmazva, 100 - 1000 l/hektár permetlé mennyiségben. A készítmények alkalmazhatók ugynevezett "low-volume" és "ultra-low-volume" eljárással is, továbbá ugynevezett mikrogranulátumok alakjában is.

A készítmények előállítása önmagában ismert módszerekkel, például őrléssel vagy keveréssel végezhető. Kivánt esetben az egyes alkotórészek röviddel a felhasználás előtt is összekeverhetők, mint például ezt a gyakorlatban az ugynevezett tankkeverékeknél csinálják.

A különböző készítményeket például a következő alkotórészekből állítjuk elő (a %-ok tömeg%-ot jelentenek):

A) Permetezőpor

- 1/ 20 % hatóanyag
68 % kaolin
10 % lignoszulfonsav-kalciumsó
2 % dialkil-naftalinszulfonát.
- 2/ 40 % hatóanyag
25 % kaolin
25 % kolloid kovasav
8 % lignoszulfonsav-kalciumsó
2 % N-metil-N-oleil-aurin-nátriumsó.

B) Paszta

- 45 % hatóanyag
5 % nátrium-aluminium-szilikát
15 % cetil-poliglikol-éter 8 mól etilén-
-oxiddal
2 % orsóolaj
10 % polietilén-glikol
23 % viz.

C) Emulzió-koncentrátum

20 % hatóanyag

75 % izoforon

2 % etoxilezett ricinusolaj

3 % dodecil-fenil-szulfonsav-kalciumsó.

A következő példákban a találmány szerinti vegyületek előállítását mutatjuk be.

1. példa

Racém transz-2-/4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-

-perhidro-izoindol-1-on előállítása

8,04 g 2-(bróm-metil)-N-/4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-ciklohexán-karboxamidot 5,52 g kálium-karbonáttal 200 ml acetonitrilben forrásig hevítünk 2 óra hosszat, majd jeges vízre öntjük. A kristályokat leszivatjuk és diizopropil-éter és izopropanol elegyből átkristályosítjuk.

Kitermelés: 6,06 g (63 %).

Olvadáspont: 116°C.

A kiindulási anyagot a következőképpen állítjuk elő:

2-(bróm-metil)-N-/4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-ciklohexán-karboxamid

29,94 g 4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-anilint és 15,15 g trietil-amint feloldunk 100 ml acetonitrilben. Ezután hozzácsepegtetünk 35,93 g 2-(bróm-metil)-ciklohexán-karbonsav-kloridot, és még 1 órát keverjük. Lehűtés után vízbe öntjük, diklór-metánnal extraháljuk, a szerves fázist 5 %-os sósav-oldattal mossuk, és magnézium-szulfát felett szárítjuk.

A bepárlás után kapott nyersterméket diizopropil-
-éterből átkristályosítjuk.

Kitermelés: 25,6 g (42 %).

Olvadáspont: 139°C.

A leirttal analóg módon állítottuk elő a
következő táblázatban feltüntetett ciklohexán-karbox-
amid-származékokat is.

V	W	X	Y	A	Fizikai
j e l e n t é s e					állandó
H	H	CF ₃	H	Br	olaj
F	Cl	OCH(CH ₃) ₂	H	Br	op.: 158°C
F	S-CONCH ₂ C≡CH		H	Br	félíg szilárd
F	OCH ₂ -CONCH ₂ C≡CH		H	Br	op.: 185°C
F	Cl	OCH ₂ CO ₂ C ₂ H ₅	H	Br	op.: 98°C
F	Cl	SCH ₃	H	Br	op.: 65°C
F	Cl	CO ₂ C ₂ H ₅	H	Br	op.: 105°C
F	F	H	N(CH ₃) ₂	Br	olaj

2. példa

2-/4-Klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-perhidro-
-izoindol-1-tion előállítása

2 g 2-/4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-perhidro-izoindol-1-ont 20 ml dimetoxi-etánban elegyítünk 2,78 g Lawesson-reagenssel, és 15 órát keverjük szobahőmérsékleten. Besűrités után a nyers-terméket oszlopkromatográfiásan tisztítjuk Kieselgel-en (eluálószer: hexán és etil-acetát elegye).

Kitermelés: 1,87 g (90 %).

Olvadáspont: 143°C.

3. példa

7a-Klór-2-/4-klór-2-fluor-5-(2-propinil-oxi)-fenil/-per-
hidro-izoindol-1-on előállítása

1 g 2-/4-klór-2-fluor-5-(2-izopropoxi)-fenil/-perhidro-izoindol-1-ont 3 g foszfor-oxi-kloriddal és 1,75 g foszfor-pentakloriddal forráshőmérsékletre melegítünk 5 óra hosszat. Ezután csökkentett nyomáson besűritjük, és a nyers-terméket oszlopkromatográfiásan tisztítjuk Kieselgel-en (eluálószer: hexán).

Kitermelés: 0,4 g (36 %).

$n_D^{20} = 1,55052.$

A leírt eljárással analóg módon állítottuk elő a következő táblázatban feltüntetett (I) általános képletű perhidro-izoidolokat is.

A példa sorszáma	T	V	W	X	Y	Z	Fizikai állandó
4.	O	H	H	CF ₃	H	H	op.: 168°C
5.	O	F	Cl	OCH(CH ₃) ₂	H	H	op.: 82°C
6.	O	F	S-CONCH ₂ C≡CH		H	H	op.: 169°C (transz-izomer)
7.	O	F	OCH ₂ -CONCH ₂ C≡CH		H	H	op.: 173°C
8.	O	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ C ₂ H ₅	H	H	op.: 89°C
9.	O	F	Cl	SCH ₃	H	H	op.: 93°C
10.	O	F	Cl	CO ₂ C ₂ H ₅	H	H	op.: 147°C
11.	O	F	F	H	N(CH ₃) ₂	H	n _D ²⁰ = 1,53614
12.	O	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	H	H	op.: 116°C [α] _D = + 51,1° (transz-izomer)
13.	O	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	H	H	op.: 116°C
14.	O	F	S-CONCH ₂ C≡CH		H	H	op.: 137°C (cisz-izomer)

A következő példák a találmány szerinti vegyületek alkalmazási lehetőségeit szemléltetik.

A. példa

Üvegházban a felsorolt növényfajtákat kike-
lés előtt a felsorolt vegyületekkel kezeljük 0,3 kg/ha-
tóanyag/hektár mennyiségben. A vegyületeket 500 li-
ter viz/hektár alkalmazásával készített emulziók vagy
szuszpenziók alakjában egyenletesen szétpermetezzük a
talajon. Három héttel a kezelés után a találmány sze-
rinti vegyületek nagy kulturnövény-szelektivitást mu-
tatnak szójababban, gyapotban és kukoricában, kiváló
gyomellenes hatásuk mellett. Az összehasonlító szerek
nem fejtenek ki ugyanolyan erős hatást.

A következő táblázatban az egyes jelölések
jelentése az alábbi:

- 0 = nincs károsodás
- 1 = 1 - 24 % károsodás
- 2 = 25 - 74 % károsodás
- 3 = 75 - 89 % károsodás
- 4 = 90 - 100 % károsodás.

- GLXMA = Glycine maxima
- GOSHI = Gossypium hirsutum
- ZEAMX = Zea mays
- SORHA = Sorghum halepense
- ABUTH = Abutilon theophrasti
- MATCH = Matricaria chamomilla
- POLSS = Polygonum sp.
- SOLSS = Solanum sp.
- VERPE = Veronica persica
- VIOSS = Viola sp.

Az alkalma- zott vegyület	G	G	Z	S	A	M	P	S	V	V
	L	O	E	O	B	A	O	O	E	I
	X	S	A	R	U	T	L	L	R	O
	M	H	M	H	T	C	S	S	P	S
	A	I	X	A	H	H	S	S	E	S

1. példa szerinti	0	0	0	4	4	4	4	4	4	4
2. példa szerinti	1	0	0	2	4	4	4	4	4	4
5. példa szerinti	0	0	0	3	1	4	2	4	0	-
Kezeletlen	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Összehasonlító szer										
Oxadiazon	0	0	0	3	2	3	3	3	1	3

B. példa

A felsorolt növényfajtákat üvegházban kikelés után a felsorolt vegyületek 0,03 kg hatóanyag/hektárnyi mennyiségével kezeljük. A vegyületeket 500 l viz/hektár alkalmazásával készített emulziók vagy szuszpenziók alakjában egyenletesen kipermetezzük a növényekre. A kezelés után 2 héttel a táblamány szerinti vegyületek nagy kulturnövény-szelektivitást mutatnak búzában és kukoricában, kitűnő gyomellenes hatás mellett. Az összehasonlító szer nem fejtett ki ugyanolyan erős hatást.

A következő táblázatban a jelölések jelentése az alábbi:

0	=	nincs	károsodás
1	=	1 - 24 %	károsodás
2	=	25 - 74 %	károsodás
3	=	75 - 89 %	károsodás
4	=	90 - 100 %	károsodás.

TRZAX = Triticum aestivum

ZEAMX = Zea mays

PANSS = Panicum maximum

GALAP = Galium aparine

POLSS = Polygonum sp.

SEBEX = Sesbania exaltata

VERPE = Veronica persica.

	T	Z	P	G	P	S	V
A találmány sze-	R	E	A	A	O	E	E
rinti vegyület	Z	A	N	L	L	B	R
	A	M	S	A	S	E	P
	X	X	S	P	S	X	E
<hr/>							
1. példa szerinti	1	1	3	3	4	3	3
Kezeletlen	0	0	0	0	0	0	3
Összehasonlító szer							
Oxadiazon	1	1	2	2	2	2	2
<hr/>							

C. példa

A táblázatban felsorolt vegyületeket üveg-
házban alkalmazzuk a feltüntetett mennyiségekben. Eh-
hez a hatóanyagokat készítményeik formájában rápipet-
tázzuk a vízfelszínre 1500 ml vizet tartalmazó edé-
nyekbe. A vizsgált növényfajtákat 1-3 leveles álla-
potban helyezük a vízbe. Az alkalmazás után három hét-
tel értékeljük a növények károsodását. A találmány sze-
rinti vegyületek erős hatást mutatnak rizsben előfor-
duló fontos gyomnövényekkel szemben, a vizirizzsel
szembeni szelektivitás mellett. Az összehasonlító sze-
rek nem fejtenek ki ugyanolyan erős hatást.

A következő táblázatban a jelölések jelen-
tése az alábbi:

- 0 = nincs károsodás
- 1 = enyhe károsodás
- 2 = közepes károsodás
- 3 = erős károsodás
- 4 = teljesen megsemmisült
- = nem vizsgált.

ORYSA = *Oryza sativa*

ECHCG = *Echinochloa crus-galli*

CYPDI = *Cyperus difformis*

SCPJU = *Scirpus juncooides*

MOOVA = *Monochoria vaginalis*

CYPSE = *Cyperus serotinus*

PASDS = *Paspalum distichum*.

		O	E	C	S	M	G	P
A találmány	Alkal-	R	C	Y	C	O	Y	A
szerinti	mazott	Y	H	P	P	O	P	S
vegyület	ható- anyag- mennyiség (kg/ha)	S	C	D	J	V	S	D
		A	G	I	U	A	E	S
1. példa sze- rinti vegyület	0,05	0	4	-	3	4	3	-
6. példa sze- rinti vegyület	0,05	0	3	4	3	4	4	3
7. példa sze- rinti vegyület	0,05	0	4	4	4	4	4	4
13. példa sze- rinti vegyület	0,10	P	3	4	3	4	4	2
Összehasonlító szerek								
Pretilachlor	0,5	0	2	4	3	4	0	0
Mefenacet	1,0	0	2	3	3	-	-	-

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Herbicid készítmény, amely egy vagy több biológiailag aktív hatóanyagból, hordozóanyagból és adott esetben segédanyagokból áll, azzal jellemelve, hogy hatóanyagként legalább egy (I) általános képletű 2-fenil-perhidro-izoidol-1-on- vagy -1-tion-származékot - a képletben

- V jelentése hidrogén-, fluor- vagy klór-atom;
- W jelentése hidrogén-vagy halogén-atom;
- X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, trihalogén-metil-csoport vagy $-OR^1$, $-SR^1$ vagy $-CO_2R^2$ általános képletű csoport,
vagy

- W és X együtt $-O-CH_2-CO-NR^3-$, $-S-CO-NR^3-$ vagy $-O-CO-NR^3$ általános képletű csoportot képeznek, mimellett W helyén az $-OCH_2-$, $-S-$ vagy $-O-$ rész áll, és a fenti általános képletekben

- R^1 jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített hidroxikarbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport,

helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (1-6 szénatomos alkoxi)-
 -karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-
 -csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (2-6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport, fenil-szulfonil-csoport, egy vagy több azonos vagy különböző helyettesítővel szubsztituált fenil-szulfonil-csoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport,

1-4 szénatomos alkoxicsoport vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet, telített vagy telítetlen heterociklusos csoporttal helyettesített 1-4 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy egy vagy több azonos különböző helyettesítővel szubsztituált fenilcsoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport, 1-4 szénatomos alkoxicsoport vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet;

- R²

jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen

helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- R³ jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- Y jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom, vagy -NR⁴R⁵ általános képletű csoport, amelyben

- R⁴ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinilcsoport;
- R⁵ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinilcsoport;
- T jelentése oxigén- vagy kénatom;
- Z jelentése hidrogén-, klór- vagy brómatom - tartalmaz.

2. Eljárás egyszikű vagy kétszikű gyomnövények irtására mezőgazdasági kultúrákban, azzal jellemezve, hogy az 1. igénypont szerinti készítmény hatásos mennyiségét juttatjuk ki a mezőgazdasági kultúrába.

3. Eljárás az 1. igénypont szerinti herbicid készítmény előállítására, azzal jellemezve, hogy egy vagy több (I) általános képletű hatóanyagot - a képletben V, W, X, Y, T és Z jelentése az 1. igénypontban megadott - egy vagy több hordozó- és/vagy segédanyaggal keverünk össze.

4. Eljárás (I) általános képletű 2-fenil-perhidro-izoindol-1-on- vagy -1-tion-származékok előállítására - a képletben

- V jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom;
- W jelentése hidrogén- vagy halogénatom;
- X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, trihalogén-metil-csoport vagy $-OR^1$, $-SR^1$ vagy $-CO_2R^2$ általános képletű csoport, vagy
- W és X együtt $-O-CH_2-CO-NR^3-$, $-S-CO-NR^3-$ vagy $-O-CO-NR^3$ általános képletű csoportot képeznek, mimellett W helyén az $-OCH_2-$, $-S-$ vagy $-O-$ rész áll, és a fenti általános képletekben
- R^1 jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített hidroxikarbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport,

helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (1-6 szénatomos alkoxi)-
 -karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-
 -csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (2-6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1-6 szénatomos alkil)-csoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport, fenil-szulfonil-csoport, egy vagy több azonos vagy különböző helyettesítővel szubsztituált fenil-szulfonil-csoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport,

1-4 szénatomos alkoxicsoportt vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet, telített vagy telítetlen heterociklusos csoporttal helyettesített 1-4 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy egy vagy több azonos különböző helyettesítővel szubsztituált fenilcsoport, amelynek helyettesítője halogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport, halogén-(1-4 szénatomos alkil)-csoport, nitrocsoport, 1-4 szénatomos alkoxicsoportt vagy halogén-(1-4 szénatomos alkoxi)-csoport lehet;

- R²

jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen

helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- R³ jelentése hidrogénatom, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 1-6 szénatomos alkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 2-6 szénatomos alkenilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos alkinilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport, helyettesítetlen vagy halogénatommal egyszeresen vagy többszörösen helyettesített (3-6 szénatomos cikloalkil)-(1-3 szénatomos alkil)-csoport;

- Y jelentése hidrogén-, fluor- vagy klóratom, vagy -NR⁴R⁵ általános képletű csoport, amelyben

- R⁴ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinil-csoport;
- R⁵ jelentése hidrogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 2-6 szénatomos alkenil- vagy 3-6 szénatomos alkinil-csoport;

- T jelentése oxigén- vagy kénatom;
- Z jelentése hidrogén-, klór- vagy brómatom -,

azzal jellemezve, hogy

a) olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

T jelentése oxigénatom,

Z jelentése hidrogénatom,

a többi helyettesítő jelentése a tárgyi körben megadott,

(II) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X és Y jelentése a tárgyi körben megadott,

A jelentése halogénatom vagy p-toluol-szulfonil-oxi-csoport -

ciklizálunk, adott esetben szervetlen vagy szerves bázis hozzáadásával, vagy

b) olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

T jelentése kénatom,

a többi helyettesítő jelentése a tárgyi körben megadott,

(Ia) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X, Y és Z jelentése a tárgyi körben megadott -

foszfor(V)-szulfiddal vagy Lawesson-reagenssel reagáltatunk, vagy

c) olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyek képletében

T jelentése oxigénatom,

Z jelentése klór- vagy brómatom,

a többi helyettesítő jelentése a tárgyi körben megadott,

(Ib) általános képletű vegyületet - a képletben

V, W, X és Y jelentése a tárgyi körben megadott -

foszfor-halogeniddel és/vagy foszfor-oxi-halogeniddel reagáltatunk.

A meghatalmazott

Handwritten signature

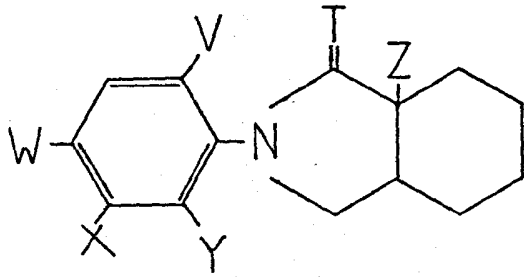
Handwritten signature
 S.P.G. & K.
 BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
 ÉS SZABADALMI IRODA
 BUDAPEST, DALSZÉNYI U. 10.
 TELEFON: 163-3733

304/A0

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

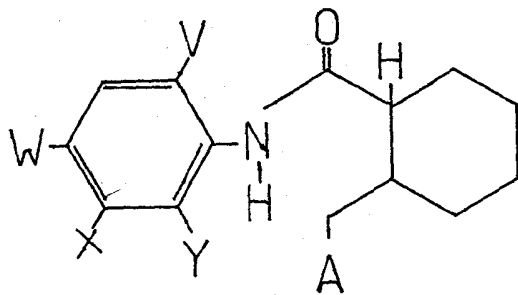


1/1

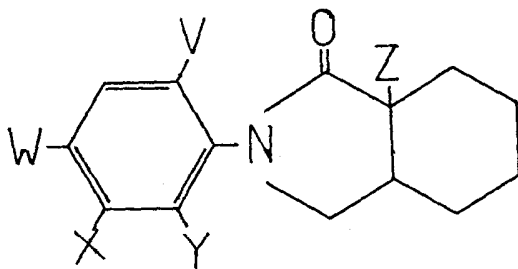


(I)

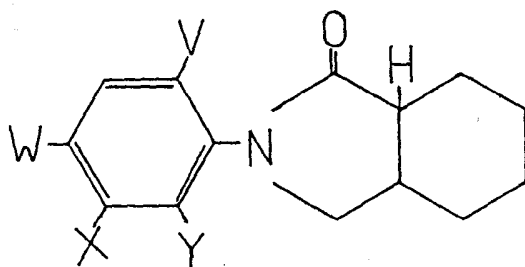
-54116-



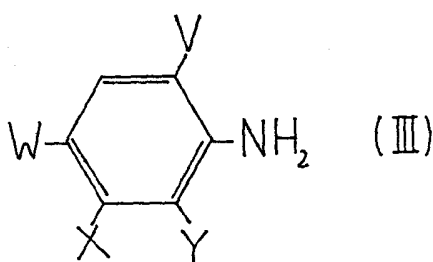
(II)



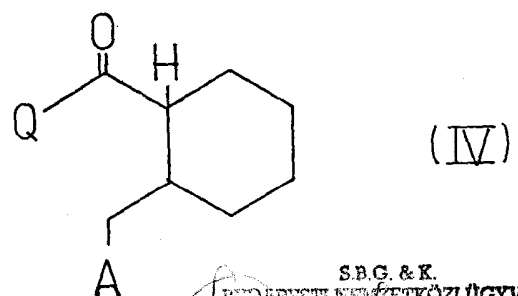
(Ia)



(Ib)



(III)



(IV)