

nl



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

N° 882.084

Classif. Internat.: C07D | A01N

Mis en lecture le: 05-09-1980

Le Ministre des Affaires Économiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;**Vu le procès-verbal dressé le 5 mars 1980 à 14 h. 30*

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: GULF OIL CORPORATION,
439 Seventh Avenue, Pittsburgh, PA. (Etats-Unis d'Amérique)

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: N-(Arylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindeole-
1,3-(2H) diones et leur emploi comme régulateurs de la
croissance des plantes,

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 9 mars 1979,
n° 19.065 et le 11 février 1980, n° 115.528 au nom de N.R.
Patel, J.L. Rutter et J.L. Kirkpatrick dont elle est
l'ayant cause.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 5 septembre 1980

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur

L. SALPETEUR

00004

S-643-644 Belgium
B. 73 581 DS

DESCRIPTION

jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par la société dite:

GULF OIL CORPORATION

ayant pour objet: N-(Arylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-
1,3-(2H) diones et leur emploi comme régulateurs de la croissance des plantes

Qualification proposée. BREVET D'INVENTION

Priorité de deux demandes de brevet déposées aux Etats-Unis
d'Amérique le 9 mars 1979 sous le n° 19.065 et le 11 février
1980 sous le n° 115.528 au nom de N.R. Patel, J.L. Rutter
et J.L. Kirkpatrick.



B 73 581

DP/AG

- 2 -

On a observé des effets régulateurs de croissance par l'application de nombreuses substances chimiques sur des plantes. En général, on ne peut utiliser qu'un très petit nombre de ces substances avec bénéfice pour les plantes qui sont affectées. Dans la plupart des cas, les effets bénéfiques, s'ils existent, sont faibles et les effets principaux sont si énergiques que l'on ne peut seulement employer les composés que pour la destruction des plantes en question. A titre d'exemples de composés régulateurs de croissance avec effets graves, qui sont devenus intéressants à titre d'herbicides, on peut citer les composés qui suivent : 2,4-D, EPTC et alachlor. Parmi les utilisations agricoles potentielles des composés régulateurs de croissance possédant une action moins énergique, on peut citer les suivantes :

Accroissement ou induction de la floraison (ananas).

Accroissement du développement des fleurs, des cosses ou gousses, des graines ou semences et/ou des fruits (empêchement de l'avortement de fleurs ou du flétrissement de ces dernières).

Accroissement du calibre de fruits, de légumes, des graines et/ou des tubercules (raisins, graines de soja, betteraves sucrières, etc.).

Diminution du calibre des fruits, des légumes, des semences et/ou des tubercules (pommes de terre et pampelousses).

Elévation du nombre de talles (céréales).

Augmentation du nombre de pousses ou rejets à partir de la couronne (luzerne).

Accroissement de la ramification (soja) ou grossissement des branches (pommiers).

Réduction de la hauteur (entre-nœuds raccourcis) dans les plantes de récolte et ornementales (céréales et chrysanthèmes).

Retardement de la croissance (gazon, coton, légumes vivaces dans le maïs sans talle).

Augmentation des rendements en maïs par l'obtention d'épis plus grands, d'épis mieux remplis et/ou d'un plus grand nombre d'épis par plante.

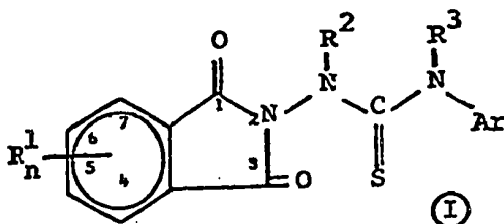
Accroissement de la valeur nutritive des graines, des fruits, des légumes, des fourrages, etc. (teneur en protéines).

Réduction de la transpiration (résistance à la sécheresse).

Réduction de la respiration (pommes de terre et betteraves sucrières en cours de conservation).

La demanderesse a découvert à présent un groupe de nouveaux composés qui manifestent une grande variété d'effets régulateurs de croissance, indiquant ainsi leur utilité dans de nombreux cas, y compris en vue des emplois susmentionnés. La présente invention concerne par conséquent ces nouveaux composés, leurs procédés de fabrication, comme aussi des procédés et des compositions de régulation de la croissance de plantes.

En bref, la nouvelle classe de composés régulateurs de croissance conformes à l'invention est celle formée par les substances qui répondent à la formule de structure générale suivante :



dans laquelle

R^1 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 , un groupe nitro ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4,

R^2 et R^3 représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C_1-C_4 ou benzyle et

Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C_3-C_4 , benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de 1 à 3 des substituants suivants : cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloro, trifluorométhyle et alkylamino, alkylthio, alcoxy, alcényle et alkyle en C_1-C_4 .

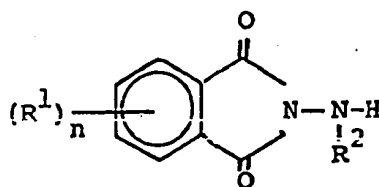
Les composés susmentionnés s'utilisent afin de réguler la croissance de plantes par l'application d'une quantité efficace de ce composé sur les plantes, les semences ou la terre, de préférence en combinaison avec un véhicule ou diluant inerte et un agent tensio-actif, selon la pratique habituelle utilisée dans ce domaine.

Synthèse des régulateurs de croissance

On peut produire les nouveaux composés conformes à l'invention à partir de matières premières disponibles dans le commerce, par mise en oeuvre de procédés qui sont basés sur ceux décrits et spécifiquement illustrés ci-dessous :

Parmi les procédés grâce auxquels on peut préparer les composés de la formule (I), on peut citer ceux qui suivent :

1. On fait réagir un composé de la formule

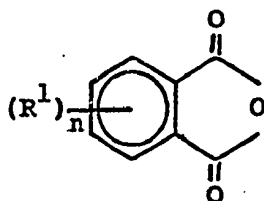


sur un composé de la formule

$$\text{Cl}-\overset{\text{S}}{\underset{\text{R}^3}{\underset{|}{\text{C}}}}=\text{N}-\text{Ar}$$

dans un solvant mutuel, en présence d'un accepteur d'acide, ou sur un composé de la formule $\text{SCN}-\text{Ar}$.

2. On fait réagir un composé de la formule

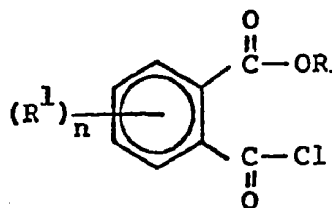


sur un composé de la formule

$$\text{H}_2\text{N}-\overset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{N}}}-\overset{\text{S}}{\underset{\text{R}^3}{\underset{|}{\text{C}}}}=\text{N}-\text{Ar}$$

dans un solvant mutuel.

3. On fait réagir un composé de la formule

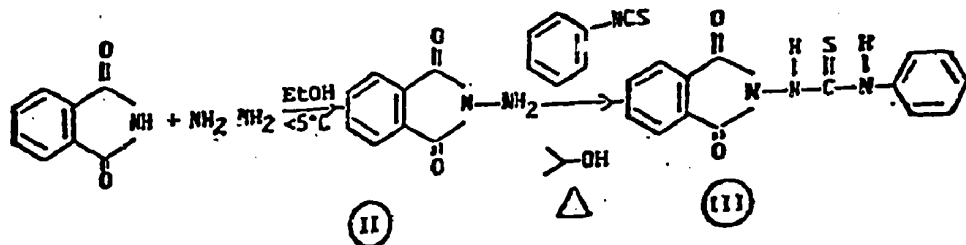


sur un composé de la formule
$$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{N}-\text{N}-\text{C}-\text{N}-\text{Ar} \\ | \quad \parallel \quad | \\ \text{R}^2 \quad \text{S} \quad \text{R}^3 \end{array}$$

dans un solvant mutuel, en présence d'un accepteur d'acide.

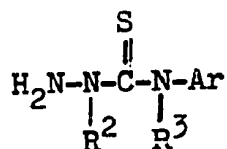
Dans les procédés esquissés ci-dessus, la variation des groupes substituants R^1 et R^3 peut, dans certaines circonstances, fortement affecter la force de déroulement de la réaction voulue. C'est ainsi que certaines des réactions peuvent, dans des circonstances spécifiques, être réalisées avec des rendements de 50 % et plus à la température ambiante ou à une température inférieure à cette dernière, principalement en fonction de la nature de ces deux substituants. La synthèse de la N-(phénylthiocarbamoyl ou phénylthiocarbamoyl substitué)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (III), c'est-à-dire le cas de la structure (I) dans laquelle R^1 , R^2 et R^3 représentent tous des atomes d'hydrogène, peut se réaliser en faisant réagir le 2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (II) sur les isothiocyanates d'aryle correspondants. La préparation de la matière de départ (II) a été effectuée par la réaction du phthalimide sur l'hydrazine dans de l'alcool à une température inférieure à 5°C de manière à obtenir le composé (II) avec un rendement d'environ 70 % et une

pureté élevée. Le procédé décrit dans la littérature, J. Chem. Soc., 587 (1937), exige un chauffage au reflux et ne donne qu'un faible rendement (environ 45 %).



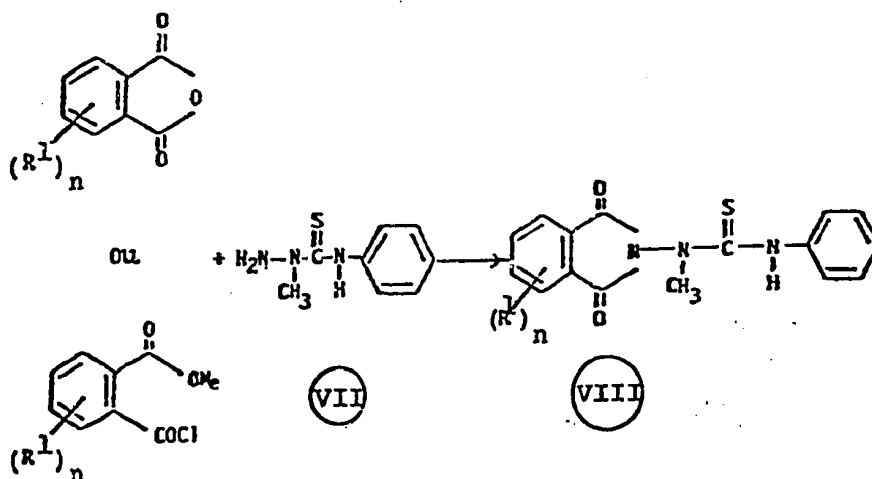
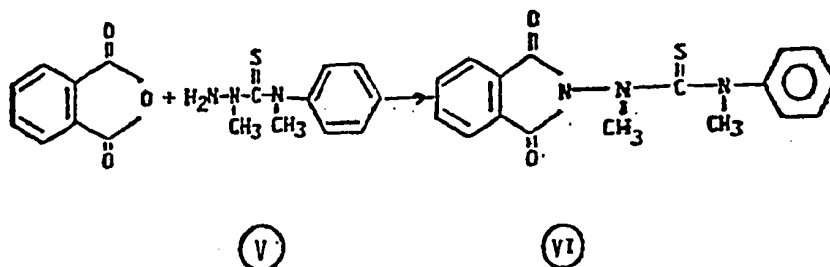
Dans le cas de la structure (I) où n est égal à zéro et R² représente un groupe alkyle, on décrit ci-dessous des procédés spéciaux de préparation qui sont nécessaires.

Conformément à deux autres schémas, les composés souhaités peuvent se former à partir de composés intermédiaires de la formule



On obtient la N-méthyl-N-(phényl-N-méthylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (VI) par mise en oeuvre d'un procédé à étape unique, caractérisé en ce que l'on fait réagir l'anhydride phtalique sur le N,1-diméthyl-N-phénylhydrazinethiocarboxamide (V) dans du chloroforme. De manière similaire, on peut condenser des anhydrides phtaliques à substitution dans le noyau, disponibles dans le commerce et des chlorures de 2-carbométhoxybenzoyle substitués, préparés par mise en oeuvre de procédés classiques, avec des N-méthyl et 1-méthylhydrazinothio-

carboxamides, de manière à obtenir les composés spécifiques correspondants de la formule (I), ainsi que l'esquissent les procédés de synthèse qui suivent :



On décrit ci-dessous des procédés illustratifs spécifiques. L'identité du produit a été confirmée dans chaque exemple par l'intermédiaire des spectres infrarouge et de résonance magnétique nucléaire. Tous les points de fusion indiqués sont des points de fusion non corrigés en degrés Celsius.

2-Amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (II)

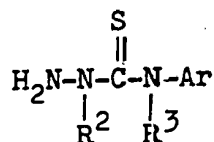
A une suspension glacée de 14,7 g (0,1 mole) de phthalimide dans 100 ml d'alcool éthylique à 95 % à 5°C, on a ajouté, sous agitation et goutte à goutte, 3,6 ml (0,11 mole) d'hydrazine à 96,8 %. On a observé une réaction légèrement exothermique et on a poursuivi l'agitation du mélange à 5°C pendant 2 heures. On a dilué le mélange avec 200 ml d'eau glacée, on l'a agité, on l'a filtré, on l'a lavé à l'eau et on l'a séché de façon à obtenir 12,2 g (75 %) d'une poudre blanche possédant un point de fusion de 199-202°.

La recristallisation dans un mélange de méthanol et d'eau a donné le produit sous forme d'aiguilles blanches possédant un point de fusion de 201-203°.

N-(Phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (III)

A une suspension de 8,2 g (0,05 mole) du composé (II) dans 50 ml de 2-propanol sec, on a ajouté 6 ml (0,05 mole) d'isothiocyanate de phényle. On a agité le mélange et on l'a chauffé au reflux pendant 3 heures, puis on l'a laissé refroidir jusqu'à la température ambiante et on l'a versé dans 300 ml d'alcool éthylique à 50 %. Après une agitation d'une heure, on a séparé le solide qui s'était formé par filtration, on l'a lavé à l'eau et on l'a séché de façon à obtenir 12,1 g (81 %) du produit souhaité sous la forme d'une poudre blanche possédant un point de fusion de 180-181°.

On peut préparer des composés intermédiaires de ce type représentés par la formule



par mise en oeuvre de procédés du type de ceux qui sont spécifiquement illustrés ci-dessous.

N,1-Diméthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide (V)

A une solution de chlorure de N-méthyl-N-phénylthiocarbamyle (79,6 g - 0,43 m) dans 250 ml d'ether sec, on a ajouté, goutte à goutte, sous agitation et en dessous de 10°C, une solution de 39,5 g (0,86 m) de méthylhydrazine dans 100 ml d'ether sec. On a laissé revenir le mélange réactionnel à la température ambiante et on l'a ensuite filtré. On a évaporé le filtrat jusqu'à un petit volume et on l'a dilué avec environ 300 ml d'hexane. Après une agitation de quelques heures, on a décanté la couche hexanique. On a remis la couche non miscible à l'hexane sous vide de façon à chasser les solvants organiques et à obtenir le produit souhaité pesant 70,0 g, sous la forme d'un liquide épais de teinte orange.

On peut préparer le 1-méthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide (VII) par mise en oeuvre d'un procédé similaire à celui décrit ci-dessus. Le procédé qui suit illustre la préparation d'un intermédiaire dans lequel R² représente un atome d'hydrogène.

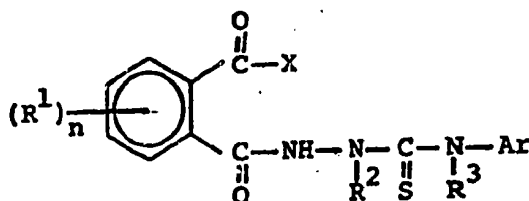
A une solution de 6,8 g (0,037 mole) de 1-méthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide (VII) et de 3,0 g de pyridine dans 100 ml de diméthoxyéthane sec, on a ajouté du chlorure de 2-carbométhoxy-6-méthylbenzoyle (8,0 g - 0,037 mole) et on a agité le mélange ainsi obtenu à la température ambiante pendant 60 heures. On a distillé le solvant et on a repris le résidu dans de l'acétate d'éthyle, on l'a filtré et on l'a séché sur du sulfate de magnésium. L'élimination du solvant a donné 10 g (83 %) du produit voulu possédant un point de fusion de 110-115° (décomposition).

N-Méthyl-N-(phényl-N-méthylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (VI)

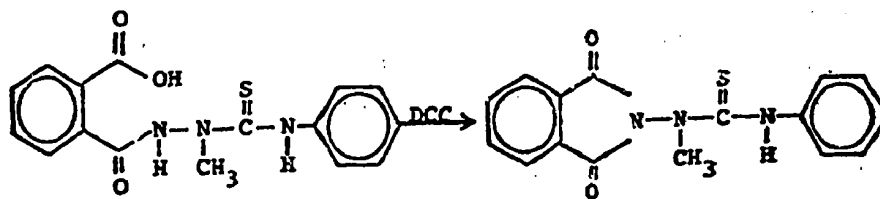
A une suspension de 5,9 g (0,04 mole) d'anhydride phtalique dans 50 ml de chloroforme sec, on a ajouté, goutte à goutte, du N,1-diméthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide (7,8 g - 0,04 mole) (V), sous agitation à la température ambiante de manière à obtenir une réaction exothermique. On a agité le mélange à la température ambiante jusqu'au lendemain de façon à obtenir une solution claire. On a dilué la solution avec environ 250 ml d'hexane de manière à obtenir un produit huileux. La décantation de la couche organique et l'extraction du résidu par trois fois 50 ml d'éther anhydre, la filtration des extraits étherés et la dilution avec de l'hexane provoquent la précipitation du produit souhaité. La filtration, le lavage à l'hexane et le séchage ont donné 8,6 g (66 %) d'un produit solide possédant un point de fusion de 175-176°.

Un procédé général de fabrication des composés de la formule (I) est le suivant :

4. Fermeture du cycle d'un composé répondant à la formule suivante :



dans laquelle X représente un groupe bien labile dans lequel un atome électronégatif est attaché à l'atome de carbone du groupe carbonyle. Par exemple, X peut représenter un groupe -OR ou -SR ou un groupe ester ou thio-ester ou un groupe -OH ou -SH d'un acide ou d'un thio-acide, ou un groupe -O-CO-R d'un anhydride mixte. La fixation de X peut changer, ou bien ce peut être un événement transitoire dans le déroulement d'une réaction de fermeture de cycle, comme lorsque X représente un groupe -OH à l'origine et que l'on utilise un anhydride d'acide comme réactif de déshydratation pour promouvoir la fermeture du cycle. Lorsque X est autre que -OH, des catalyseurs basiques (organiques ou inorganiques) ou de la chaleur seule peuvent suffire à effectuer la cyclisation. Lorsque X représente un groupe -OH, il est préférable de recourir à l'emploi de réactifs de déshydratation pour favoriser la cyclisation. Un procédé de laboratoire généralement intéressant implique l'étape de cyclisation illustrée ci-dessous :



Dans un exemple typique, on réalise la réaction ci-dessus à basse température (environ 2-5°C), en présence de N,N'-dicyclohexylcarbodiimide et on laisse le mélange réactionnel revenir jusqu'à la température ambiante par repos. On peut obtenir des rendements aussi élevés que 60 %, comme illustré dans le procédé spécifique qui suit.

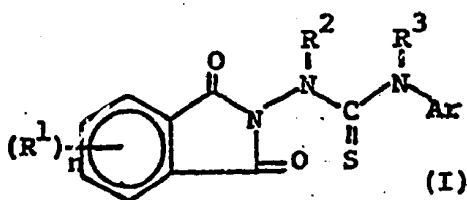
N-Méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione (IV)

A une solution glacée de 8,25 g (0,025 mole) de 2-(2-carboxybenzoyl)-1-méthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide dans 225 ml de 1,2-diméthoxyéthane à environ 2°C, on a ajouté, goutte à goutte, en dessous de 5°C et sous agitation, une solution de 5,5 g (0,027 mole) de N,N'-dicyclohexylcarbodiimide. On a agité le mélange dans un bain de glace et on l'a ensuite laissé reposer à la température ambiante jusqu'au lendemain. On a filtré le mélange de manière à séparer la N,N'-dicyclohexylurée et on a évaporé le filtrat en dessous de 40°C, sous vide, de façon à obtenir un solide jaune amorphe que l'on a agité dans 100 ml d'éther sec et modérément chauffé. On a laissé reposer la solution étherée pendant quelques heures et on l'a ensuite filtrée de façon à obtenir 4,6 g (59 %) de cristaux jaune blanchâtre possédant un point de fusion de 142-144°.

La recristallisation dans un mélange d'acétate d'éthyle et d'hexane a donné des cristaux blanchâtres possédant un point de fusion de 151-153°.

Spectre de masse : $M^{+}311$.

Au cours de la préparation de N-(aryl ou alkylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)diones du type représenté par la formule





par fermeture de cycle d'un ortho-carbonyl-benzoyl substitué-hydrazinothiocarboxamide correspondant, on obtient des rendements très fortement améliorés par la cyclisation d'un ortho-carbo-alcoxy(C₁-C₄)benzoyl-hydrazinothiocarboxamide dans des conditions basiques très modérées, en présence d'un solvant organique polaire non réactif et d'une quantité promotrice de réaction d'une amine aliphatique empêchée.

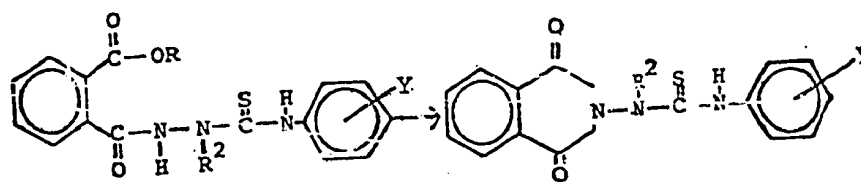
La mise en oeuvre de ce procédé de préparation amélioré est illustrée à l'aide des exemples spécifiques mais non limitatifs qui suivent.

EXEMPLE 1

A une solution de 3,0 g (0,0087 mole) de 2-(o-carbométhoxybenzoyl)-1-méthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide dans 75 ml de tétrahydrofuranne, on a ajouté 0,065 g (0,00087 mole) de tert.-butylamine et on a agité le mélange réactionnel à la température ambiante pendant 16 heures. On a chassé le solvant sous pression réduite et on a dissous le résidu jaune dans une faible quantité d'acétone et on a provoqué la précipitation du produit à l'aide d'acide chlorhydrique dilué. On a recueilli le solide ainsi obtenu, on l'a agité dans de l'eau, on l'a filtré et séché de manière à obtenir 2,4 g (88 %) de N-méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione, P.F. 150-153°.

EXEMPLES 2-7

On a répété le mode opératoire susmentionné avec divers ortho-carboalcoxybenzoyl-hydrazinothiocarboxamides, selon le schéma qui suit :



Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous.

Exemple	R	R ²	Y	Rendement
2	CH ₃	CH ₃	H	95%
3	C ₂ H ₅	CH ₃	H	bon (par R.M.N. non isolé)
4	n-C ₄ H ₉	CH ₃	H	>75% (par R.M.N. non isolé)
5	CH ₃	benzyle	H	~100%
6	CH ₃	CH ₃	2,6-diCH ₃	75%
7	CH ₃	H	3-Cl	95%

Le succès du procédé perfectionné dépend de l'évitement de réactions compétitives qui peuvent se produire si les conditions spécifiées ne sont pas respectées. En général, le procédé peut être mis en oeuvre dans les limites des températures ambiantes du jour. Cependant, à des températures supérieures à 50°C, une réaction différente se produit avec libération d'un sous-produit constitué d'un isothiocyanate d'aryle. En vue d'obtenir les meilleurs résultats, on préfère opérer à la température ambiante, c'est-à-dire la température des chambres des habitations humaines.

Le solvant doit être polaire, de façon que l'amine employée pour favoriser la réaction puisse produire les conditions basiques modérées voulues. Cependant, le solvant ne peut pas être réactif dans le système. Les alcools, par exemple, ne conviennent pas et le diméthoxy-éthane engendre des produits impurs. Les solvants qui se

sont révélés être acceptables sont l'acétate d'éthyle, le toluène, l'acétone et le tétrahydrofuranne.

L'amine doit avoir une force basique suffisante pour favoriser la cyclisation. Cependant, une amine basique, primaire ou secondaire, non empêchée, entre en compétition avec l'azote amidique de la matière de départ pour empêcher la fermeture du cycle. Par exemple, la pipéridine et la n-propylamine réagissent de manière à donner les amides correspondants, empêchant ainsi effectivement la cyclisation. On n'observe pas de réaction avec la pyridine. Comme exemples d'amines convenables, on peut citer la tert.-butylamine, la diisopropylamine, la triéthylamine, le 1,4-diazabicyclo[2,2,2]-octane et l'isopropylamine. Les structures de ces composés sont empêchées quant à la formation d'amide en tant que réaction compétitive.

Parmi les solvants appropriés pour la réaction et les amines aliphatiques empêchées, il faut citer que certaines combinaisons sont plus souhaitables que d'autres. Par exemple, l'emploi de tert.-butylamine est préférable avec l'acétone, l'acétate d'éthyle ou le tétrahydrofuranne comme solvant et l'acétone est le solvant de choix à utiliser avec la triéthylamine.

L'exemple qui suit illustre un procédé utilisant de plus importantes quantités de réactifs et de l'acétone comme solvant du milieu réactionnel.

EXEMPLE 8

On a introduit les composés qui suivent dans un ballon de réaction d'une contenance de 5 litres :

1000 ml d'acétone,

280 g de 2-(o-carbométhoxybenzoyl)-1-méthyl-

N-phénylhydrazinothiocarboxamide et

8,6 ml de tert.-butylamine.

On a obtenu une solution complète en l'espace d'environ 20 minutes. On a ensuite agité le mélange à la température ambiante jusqu'au lendemain. Au bout de cette période, on a pu constater la présence d'une certaine quantité de produit solide dans le réacteur. On a ajouté 2 litres d'eau, provoquant l'élévation de la température jusqu'à 35°C. On a ensuite refroidi le mélange réactionnel jusqu'à 10°C et on a recueilli le produit solide par filtration. On a lavé le produit sur le filtre avec de l'eau, puis avec de l'alcool isopropylique, puis de nouveau avec de l'eau et on l'a séché dans un four à 50°C. On a ainsi obtenu 213,1 g de produit (rendement 84 %) possédant un point de fusion de 155-156° (décomposition).

On peut commodément obtenir le carbométhoxybenzoylthiosemicarbazide de départ convenant à la mise en oeuvre du procédé en question en faisant réagir le chlorure de méthylphtaloyle correspondant sur un thiosemicarbazide convenable. Ces deux réactifs peuvent se préparer par mise en oeuvre de procédés classiques. On donne ci-dessous un procédé de préparation illustratif.

Synthèse du 2-(o-carbométhoxybenzoyl)-1-méthyl-N-phénylhydrazinothiocarboxamide

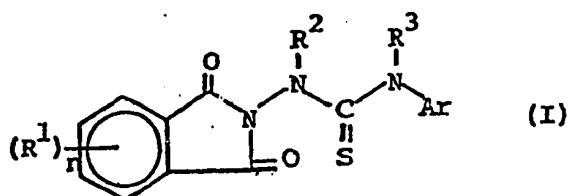
On a agité une solution de 45,3 g (0,25 mole) de 1-méthyl-N-phénylhydrazinocarboxamide et de 19,8 g (0,25 mole) de pyridine dans 800 ml de 1,2-diméthoxyéthane

à la température ambiante, cependant que l'on y ajoutait, goutte à goutte et en l'espace de 2 heures, 49,8 g (0,25 mole) de chlorure de méthylphthaloyle dans 100 ml de 1,2-diméthoxyéthane. On a agité le mélange réactionnel ainsi obtenu pendant 16 heures à la température ambiante. Au bout de cette période, on a versé le contenu du ballon dans de l'eau glacée. On a recueilli le solide qui s'était formé et on a constaté qu'il pesait 73,3 g (85 %), son point de fusion étant de 153,5-154°.

Dans certaines circonstances, si la durée de réaction du procédé ci-dessus se prolonge, une fermeture de cycle peut également se produire en donnant de bons rendements en produit final souhaité. Cependant, le procédé n'est pas également satisfaisant pour tous les composés de cette classe. Il est également possible d'effectuer la fermeture de cycle du produit du procédé ci-dessus dans des conditions fortement basiques, comme dans de l'hydroxyde de sodium éthanolique, mais en obtenant de bien moins bons rendements en produit souhaité.

Le procédé perfectionné de préparation des composés suivant la présente invention est un procédé général qui ne se limite pas seulement à la préparation des composés qui entrent dans les limites strictes qui ont été précédemment définies. La nature des groupes substituants, qui peut être critique quant aux caractéristiques des composés voulus, n'est pas particulièrement critique quant à la mise en oeuvre du procédé de synthèse perfectionné. En général, le procédé est applicable à la préparation de composés qui répondent à la formule de

structure générale suivante :



dans laquelle

R^1 représente un groupe alcoxy ou alkyle en C_1-C_4 , nitro, cyano ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4,

R^2 et R^3 représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C_1-C_4 ou benzyle et

Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C_3-C_4 , benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de un à trois des substituants suivants : cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloïo, trifluorométhyle et alkyl-amino, alcoxycarbonyle, alkylthio, alcoxy, alcényle et alkyle en C_1-C_4 .

Par le choix des solvants et des amines qui conviennent, un spécialiste de la chimie sera capable de mettre le procédé perfectionné de cyclisation en oeuvre en vue de fabriquer une très grande variété d'isocindolédiones.

Utilisation des régulateurs de croissance

Des effets phytotoxiques par application pré-émergente et post-émergente se manifestent fréquemment aisément avec les composés fortement actifs. Ces effets peuvent se démontrer par mise en oeuvre des procédés illustratifs qui suivent.

Application pré-émergente

On a rempli des cuvettes en papier à jeter après l'emploi d'une profondeur d'environ 6,35 cm de terre et sur ces cuvettes on a pulvérisé des mélanges aqueux à raison de 5,60 kg de produit chimique actif par hectare de surface soumise à la pulvérisation et on les a ensemencées de six espèces de graines de plantes et on les a alors recouvertes d'environ 6,35 mm de terre. Les mélanges de pulvérisation furent préparés en dissolvant la quantité appropriée de composé régulateur de croissance dans 15 ml d'acétone, en ajoutant 4 ml d'un mélange solvant-émulsif constitué de 60 % en poids d'un émulsif à base d'huile végétale polyoxyéthylée du commerce (96 % en poids d'ingrédient actif, Emulphor EL-719), de 20 % en poids de xylène et de 20 % en poids de kérosène désodorisé, de manière à amener le volume total à 60 ml par l'addition d'eau chaude. 21 jours après l'ensemencement et le traitement, on a examiné les jeunes plantes et on a évalué le préjudice subi par les plantes conformément à l'échelle suivante :

DEGRE D'EFFET

- 0 = sans effet
- 1 = léger effet, les plantes récupèrent
- 2 = effet modéré, endommagement jusqu'à 26 à 75 %
- 3 = effet grave, endommagement jusqu'à 76 à 99 %
du feuillage
- 4 = effet maximum (toutes les plantes mortes)

Application post-émergente

On a fait croître plusieurs espèces de plantes dans du terreau placé dans des cuvettes à jeter en styromousse et on a fait croître des tomates dans des pots de 10 cm, en serre. On a préparé des compositions aqueuses à pulvériser et on les a pulvérisées sur les plantes en croissance à raison d'un volume de pulvérisation de 561 l/ha et d'une dose d'application de 5,60 kg par hectare. On a préparé des mélanges de pulvérisation de la manière décrite ci-dessus. A des fins comparatives, on a également soumis des plantes à un traitement de pulvérisation à raison de 561 l/ha à l'aide d'un mélange de pulvérisation ne contenant pas de régulateur de croissance. On a évalué le préjudice subi par les plantes selon l'échelle décrite plus haut et on a observé les effets des régulateurs de croissance et on les a évalués comme suit :

<u>Effet</u>	<u>Abréviation dans les tableaux</u>
Effet formatif sur nouvelle croissance	F
Epinastie	E
Réduction de croissance	G
Non-émergence	K
Nécrose	N

Dans le tableau I qui suit, on indique divers composés qui ont été préparés par mise en oeuvre des procédés illustratifs susmentionnés, comme aussi des observations des effets régulateurs de croissance et herbicides pré-et post-émergents.

Dans le tableau I, D signifie digitaria

CC signifie célosie à crête

B signifie bromus

M signifie millet

R signifie radis

BS signifie betterave sucrière

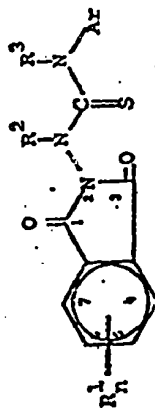
L signifie luzerne

A signifie avoine

T signifie tomate.

TABLEAU I

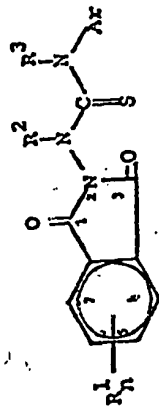
EFFETS SUR LES ESPECES DE PLANTES
de composés de la formule



Comp. n°	R ¹ R _n	R ²	R ³	Ar	P.F. (°C)	Effets de préémergence						Effets de postémergence					
						D	CC	B	M	R	BS	M	L	A	R	BS	T
2431	n°0	H	H	phényl	180-1°	F362	F362	F361	F261	F1	F261	F2	F362	F2	F1	F361	F1
2459	n°0	H	H	4-CH ₃ phényl	190°(66°)	0	0	F1	0	0	F262	0	F2	0	G1	F262	N1
2460	n°0	H	H	4-F phényl	180°(66°)	F161	G1	F1	0	F1	F161	0	F1	0	F2	N2F1	0
2461	n°0	H	H	3-CH ₃ phényl	175°(66°)	F161	G2	F2	F363	F262	F161	0	F363	0	F261	F261	N1
2462	n°0	H	H	2-C1 phényl	175°(66°)	0	K3	F1	0	F1	F1	0	N363	0	N1F1	F262	0
2654	n°0	CH ₃	H	phényl	151-3°	X4	F363	K4	F363	F363	F363	N362	N4	N262	-	N4	F2
2757	4-NO ₂	H	H	phényl	90-2°	F262	0	F161	F363	0	0	0	0	0	0	0	0
2759	5-CH ₃	CH ₃	H	phényl	102-5°	0	0	0	0	0	0	0	F1	0	0	F1	F1
2769	4-CH ₃	H	H	phényl	188-92°	F363	F2F2	F2	F261	F262	F1	F1	F2	F1	F161	F2	F361
2770	4-CH ₃	CH ₃	H	phényl	110-15°	F363	F262	F362	F363	F363	F362	F1	F3	F1	F1	F2	F361
2791	n°0	CH ₃	H	3-F phényl	~ 65°	X4	F362	F363	F363	F362	F362	G363	F363	F362	F362	F363	F361

TABLEAU I

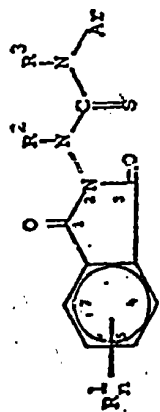
EFFETS SUR LES ESPECES DE PLANTES
de composés de la formule



Comp. n°	R ¹ n°	R ²	R ³	Ar	P.F. ° C	effets de préémergence										effets de postémergence										Commentaires sur l'utilité				
						D	CC	B	M	R	BS	M	L	A	R	BS	T													
2792	n°0	CH ₃	H	4-F phényl	~ 55°	K4	F362	F362	F363	F362	F262	F262	F262	F262	F2	F2G1	F362	F363	E3	Favorise le tallage de l'avoine. Horticide de pré-émergence										
2797	n°0	CH ₃	CH ₃	phényl	175-6°	0	0	0	0	0	0	F1G1	0	F1	0	0	0	F2	F2	Régulateur de croissance										
2857	n°0	CH ₂ CH ₃	H	phényl	~60°	K4	K4	F363	F363	F362	F363	N2G2	F2G2	F2G2	F2	F2G2	F1	F2G2	F1G1	Favorise le tallage de l'avoine. Horticide de pré-émergence										
2858	n°0	H	CH ₃	phényl	~170°(Dec)	F2G3	F1G1	F2G1	F2G2	F1G1	F2G2	0	F2G1	0	N1	F2G2	F1	F2G2	F1	Détruit digitaria										
2864	4,7-di Cl	CH ₃	H	phényl	169-73°	0	G1	0	0	0	0	G2	0	0	0	0	0	F2G1	0	Régulateur de croissance										
2866	4-F	H	H	phényl	185-7°	F1	0	F1	E1	0	0	0	0	0	0	F1	F2	F1	F2	Régulateur de croissance										
2904	n°0	H	H	3-F phényl	162-5°	F1	F2G1	K4	F362	F2G1	G1	N1	N1F1	N1G1	F2G2	F2G2	0	F2G2	0	Combat bromus tectorum dans les champs de grain.										
2906	n°0	H	H	3-CF ₃ phényl	149-152°	G1	0	0	0	0	0	0	0	F1	0	N1G2	F2G2	N1F1	Régulateur de croissance	Régulateur de croissance										
2907	n°0	H	H	3-Cl phényl	158-61°	F2G1	F2G1	F2	F2G1	F1	F1G1	G1	F2G1	0	F1	F2G1	0	F2G1	0	Régulateur de croissance										
2920	4-CH ₃	CH ₃	CH ₃	phényl	174-75°	0	N2	0	G1	0	0	0	N1	0	0	0	0	0	0	Régulateur de croissance										
2973	n°0	H	H	2,4-diméthyl phényl	196-3°	F1G1	F2G1	F2	F1	0	K2	N1	F1G1	0	0	F2G2	0	F2G2	0	Régulateur de croissance										
2974	n°0	H	H	3-Cl, 4-CH ₃ phényl	188-90°	F1G1	K2	F2G1	0	0	K2	0	F1	0	F1	0	F1G1	0	F1G1	0	Régulateur de croissance									
2975	n°0	H	H	3,4-di Cl phényl	185-87°	0	K1	F2	F1G1	0	K2	0	F2	0	F2	0	F2	0	F2	0	Régulateur de croissance									

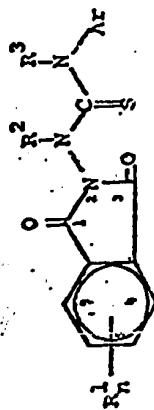
TABLEAU I

EFFETS SUR LES ESPECES DE PLANTES
de composés de la formule



Comp. n°	R ¹ _n	R ²	R ³	Ar	P.F.°C	effets de préémergence										effets de postémergence										Commentaires sur l'utilité
						D	CC	B	M	F	BS	M	L	A	R	BS	T									
2978	n°0	H	H	1-naphtyl	168-71°	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F1	F2G1	F1							Régulateur de croissance
3059	n°0	H	H	2,5-dichlorophényl	183-4°									N1	F1	0	N1	0	0							Régulateur de croissance
3061	n°0	H	H	4-Br-phényl	200-2°																					Régulateur de croissance
3112	n°0	CH ₃	H	2,6-diméthylphényl	156-160°	0	0	F1	0	0	0	0	0	0	F3	0	F1	F1	F2							Régulateur de croissance
3113	n°0	H	H	adamantyl	-	0	0	0	0	0	0	0	N2	N1	G1	0	N1									
3198	n°0	CH ₃	H	2,3-diméthylphényl	100-163°	F2G2	F1	F3G1	F3G2	F1	F2G2	0	0	0	0	0	F2G2	F3								
3199	n°0	CH ₃	H	2,4,5-triméthylphényl	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F2G1	0								
3200	n°0	CH ₃	H	2,5-diméthylphényl	-	F1	F1	F2	F2G1	F1	F1	0	0	0	0	0	F2G2	0								
3202	n°0	benzyl	H	phényl	-	0	0	F2	0	0	0	0	F1	0	0	0	F2G1	F2								
3203	n°0	CH ₃	H	tert.butyl	155-158°	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F1	0								
3404	n°0	CH ₃	H	4-nitrophényl	203-205°	F1G1	K2	F3G1	F1G1	F2G2	F2G2	0	F2G2	0	F1	F3	F2									
3405	n°0	CH ₃	H	3-chloro-4-méthylphényl	157-160°	F1G1	K4	F3G2	F2G2	F3G2	F2G2	N1	F1	0	F1	F2G1	F3									
3406	n°0	CH ₃	H	3,4-diméthylphényl	179-182°	F2G2	K4	F3G3	F3G2	F3G3	F3G3	0	0	0	F1G1	F1G1	F2									
3407	n°0	CH ₃	H	3,5-diméthylphényl	153-156°	F2G2	K4	F3G3	F3G2	F3G2	F3G3	0	F2G2	F1	F2G2	F3G1	F2									
3197	n°0	(CH ₂) ₂ OH	H	phényl	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F2	0								

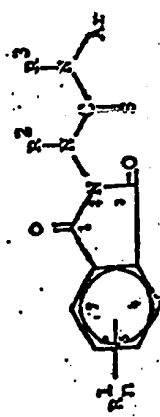
EFFETS SUR LES ESPECES DE PLANTES de composés de la formule



Comp. n°	R ¹ _n	R ²	R ³	Ar	P.F. (°C)	effets de préémergence					effets de postémergence					Commentaires sur l'utilité	
						CC	B	M	R	BS	M	L	A	R	BS		T
3408	n°o	CH ₃	H	3-éthylphényl	74-78	F2G2	K4	K4	F3G3	F3G2	F3G2	0	F2	0	F2G2	F3G2	F3
3412	n°o	H	H	4-chlorophényl	197-199	F2G1	F2G2	F2G3	F2G1	F2G1	0	F3G3	0	F2G2	F3G2	F1	
3496	4,5,6,7 tétrachloro	CH ₃	H	phényl	>100	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
3626	n°o	H	H	allyl	173-175	F1G1	0	F3G2	G1	0	F2	0	0	0	0	F1	0
3726	n°o	H	H	4-méthoxy- phényl	197-199	0	0	0	0	0	0	0	F1	0	0	F2	N1
3727	n°o	H	H	2-méthyl-3- chlorophényl	153-155	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F2	0
3729	n°o	H	H	4-isopropyl- phényl	150-152	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F1	0
3730	n°o	H	H	2-chloro-6- méthylphényl	170-172	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	F1	0
3810	n°o	CH ₃	H	4-méthoxy- phényl	170-172	0	F2G1	F3G3	F2	F2G2	F2G1	0	F2G1	F1G1	F2G1	F3G1	F2
3811	n°o	CH ₃	H	2-chloro-4- méthylphényl	66-69	0	0	F2G2	0	F2G1	F1G1	0	F1	0	0	F2G1	F1
3821	n°o	CH ₃	H	4-chlorophényl	169-170	F2G1	K4	K4	F3G2	K4	K4	F2G3	F3G3	F2G2	F3G3	F3G3	F3G1
3825	n°o	H	H	3-benzoyloxy- phényl	158-160	0	0	F1	0	0	0	0	0	0	0	F1	0
3826	n°o	H	H	3-nitrophényl	184-187	0	0	0	0	C	0	-	F1	0	F1	F1	F1
3827	n°o	H	H	4-benzoyloxy- phényl	194-196	0	0	F1	0	0	0	0	F1	0	0	0	0

TABLEAU I

EFFETS SUR LES ESPECES DE PLANTES
de composés de la formule



Comp. n°	R ¹	R ²	R ³	Ar	P.F.	effets de préémergence						effets de postémergence						Commentaires sur l'utilité
						D	CC	B	M	R	ES	M	L	A	R	BS	T	
3828	n°0	H	H	4-chloro-3-trifluorométhylphényl	181-183	0	0	F1	0	0	0	0	F2	0			F3G2 F1	F1
3829	n°0	H	H	2,4-dichloro-1-phényl	196-198	F2G2	F3G3	F2G3	F3G2	F2G1	F3G2	F2	F3G2	F2			F3G2 F3G2 F2	
3831	n°0	H	H	2-trifluorométhyl-1-phényl	166-169	0	0	F1	0		F1G1	0	0	F1	0		N1G1 N1G1 N1	
3832	n°0	H	H	3-chlorobenzyl	187-189	0	0	0	0	C	F1G1	0	0	0	0		F1 F1	0
3833	n°0	H	H	3-méthoxyphényl	163-165	0	0	F1	0	0	0	0	F3G2	F1			F2G1 F3G1 F1	
3870	4-fluoro CH ₃	H	H	phényl	45	F2G1	N4	K4	F2G2	F2G2	F2G2	F1G1	F3G3	F1G1	F1G1	F3G3	F3	
3948	n°0	H	H	3,5-diméthyl-1-phényl	180-190	-	-	-	-	-	-	0	0	0	0		F1G1 F1	0
3949	n°0	H	H	3-méthylthio-1-phényl	70-73							0	0	0	0		F2	0
3950	n°0	H	H	2-chloro-4-méthylphényl	187-189							0	F2	G1	0		F2G1 F1	
3954	n°0	H	H	4-cyanophényl	230-231							0	0	0	0		F1 F1	
3955	n°0	H	H	4-diéthylamino-1-phényl	198-199							0	0	0	0		F1	0
3956	n°0	H	H	4-trifluorométhyl-1-phényl	93-96							F1	F3G3	F1			F3G2 F3G2 F2	
3957	n°0	H	H	4-chloro-2-méthylphényl	197-199							F1	F3G3	0			F2G1 F2	
3958	n°0	H	H	4-éthoxyphényl	189-190							0	0	0	0		F2 F1	
3959	n°0	H	H	2-fluorophényl	182-184							F1	F1	0			F3G1 F1	
3960	n°0	H	H	3,4-méthylène-dioxyphényl	208-209							0	0	0	0		F1	0

L'utilisation de nombre des composés régulateurs de croissance peut être démontrée par le traitement de soya (soja max) en vue d'accroître le nombre des cosses ou gousses d'ensemencement et par le traitement de plants de tomate (*Lycopersicum esculentum*) en vue d'accroître le développement des fruits. Au cours d'une expérience illustrative, on a fait croître Soja max (variété Evans) et *Lycopersicum esculentum* (variété Tiny Tim) dans des pots de 10 cm (un plant par pot) remplis de terreau de serre (2 parties de bon terreau, 1,5 partie de sable adjuvant, 1,5 partie de tourbe, le terreau étant amendé avec 2,97 kg d'engrais 12-12-6 par m³ et 2,97 kg de pierre calcaire finement broyée par m³). On a préparé des compositions aqueuses à pulvériser et on les a pulvérisées sur les plantes empotées à un volume de pulvérisation de 374 l/ha et en doses d'application de 1121, 280,2, 70,05 et 17,5 g/ha. On avait préparé les mélanges de pulvérisation en dissolvant la quantité appropriée de composé régulateur de croissance dans 15 ml d'acétone, en ajoutant 2 ml d'un mélange solvant-émulsif constitué de 60 % en poids d'un émulsif à base d'huile végétale polyoxyéthylée du commerce (96 % en poids d'ingrédient actif, Emulphor EL-719), de 20 % en poids de xylène et de 20 % en poids de kérosène désodorisé, puis en amenant le volume total à 80 ml par l'addition d'une solution aqueuse à 0,156 % en poids d'un dispersant non ionique liquide (90 % en poids d'éther triméthylnonylique du polyéthylène-glycol actif, Tergitol TMN-0). On a répété deux fois les

pulvérisations à toutes les doses d'application. A des fins comparatives, on a également pulvérisé 374 litres d'eau par hectare sur les plantes. Le nombre de cosses ou gousses et de fruits, sous forme de pourcentage de la moyenne arithmétique des nombres par rapport aux plantes non traitées, a été déterminé approximativement trois semaines après le traitement de pulvérisation, les résultats apparaissant dans le tableau qui suit. La gravité de l'effet régulateur de croissance sur les plantes a été évaluée à l'aide d'une échelle de 0 à 10 et figure également dans le tableau qui suit.

TABIEAU II

Composé N°	Dose g/ha	Soja max		Lycopersicum esculentum	
		Cosses (1)	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)	Fruits (1)	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)
		% en comparaison des plantes non traitées		% en comparaison des plantes non traitées	
2431	1121	120	2,5	150	0,5
	280,2	105	0	150	0
	70,05	90	0	117	0
2459	1121	153	7	117	1,5
	280,2	117	1	117	0
	70,05	102	0	150	0
2460	1121	177	4,5	117	0
	280,2	135	1,5	67	0
	70,05	111	0	100	0
2461	1121	126	6	67	0,5
	280,2	129	1	133	0
	70,05	105	0	67	0
2462	1121	109	1,5	254	2
	280,2	92	1	162	0
	70,05	106	0	69	0
2654	1121	183	9	291	8
	280,2	151	4	255	7,5
	70,05	134	1,5	327	2,5



Composé N°	Dose g/ha	Soja max		Lycopersicum esculentum	
		Cosses (1)		Fruits (1)	
		% en comparaison des plantes non traitées		% en comparaison des plantes non traitées	
		Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)		Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)	
2904	1121	129	2,5	109	0
	280,2	117	0	109	0
	70,05	100	0	73	0
2906	1121	165	4	117	0,5
	280,2	105	1	133	0
	70,05	96	0	100	0
2907	1121	138	7	83	2,5
	280,2	111	1,5	150	0
	70,05	87	0	200	0
2920	1121	102	0	162	0
	280,2	99	0	92	0
	70,05	102	0	115	0
2973	1121	102	0,5	185	0
	280,2	99	0	162	0
	70,05	109	0	69	0
2974	1121	123	5,5	50	0,5
	280,2	120	2	100	0
	70,05	96	0	117	0
2975	1121	132	4	100	1
	280,2	132	0,5	133	0
	70,05	102	0	50	0

00004
1331

Composé N°	Dose g/ha	Soja max		Lycopersicum esculentum	
		Cosses (1)	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)	Fruits (1)	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)
		% en comparaison des plantes non traitées		% en comparaison des plantes non traitées	
3199	1121	120	0,5	141	0,5
	280,2	105	0	131	0
	70,05	109	0	66	0
3200	1121	128	1	131	1,5
	280,2	105	0	75	0
	70,05	109	0	84	0
3202	1121	101	1	122	0,5
	280,2	98	0	150	0
	70,05	109	0	150	0
3404	1121	94	2,5	113	8
	280,2	105	0	150	3
	70,05	105	0	122	0
3405	1121	109	0	103	6
	280,2	98	0	113	1
	70,05	94	0	66	0,5
3406	1121	101	0,5	103	3,5
	280,2	105	0	84	1
	70,05	94	0	122	0

6

Composé N°	Dose g/ha	Soja max		Lycopersicum esculentum	
		Cosses (1)	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)	Fruits (1) % en comparaison des plantes non traitées	Gravité de l'effet régulateur de croissance (2)
3412	1121	129	4	176	1
	280,2	104	1,5	141	0
	70,05	100	0	71	0
3821	1121	162	8,5	577	8,5
	280,2	155	4,5	438	6,5
	70,05	141	2,5	323	6
3829	1121	173	5,5	141	5,5
	280,2	154	1,5	159	2
	70,05	128	0	103	0,5

1 témoin = 100

2 Evaluation en serre avec l'échelle suivante :

0 = pas d'effet

10 = destruction totale

Les informations présentées sous forme de tableaux dans le présent mémoire permettront au spécialiste de la technique de faire un choix parmi les composés régulateurs de croissance conformes à l'invention et d'apprécier plus justement les doses d'application en fonction de l'effet qu'il recherche. Par exemple, on peut voir que les destructions totales de certaines espèces de végétation peuvent se produire à des doses d'application aussi élevées que 5,60 à 11,2 kg/ha, tandis que des effets bénéfiques peuvent s'observer sur des plantes vivantes en doses d'application de 1,12 kg/ha ou moins.

Les composés régulateurs de croissance sont habituellement appliqués en combinaison avec des diluants ou des véhicules inertes, comme dans le cas de produits aqueux à pulvériser, de granules et de poussières selon la pratique bien établie dans ce domaine. Une composition aqueuse à pulvériser se prépare habituellement en mélangeant une poudre mouillable ou un concentré émulsifiable d'un régulateur de croissance à une quantité relativement importante d'eau, de façon à former une dispersion.

Les poudres mouillables comprennent des mélanges intimes et finement divisés de composés régulateurs de croissance, de véhicules solides inertes et d'agents tensio-actifs. Le véhicule solide inerte est habituellement choisi parmi l'attapulгите, le kaolin, la montmorillonite, la terre à diatomées, la silice finement divisée et les silicates purifiés. Des surfactifs efficaces qui possèdent une aptitude de mouillage, de

pénétration et de dispersion, sont habituellement présents dans la composition de poudre mouillable en proportions qui varient de 0,5 à environ 10 % en poids. Parmi les agents tensio-actifs couramment utilisés à cette fin, on peut citer les lignines sulfonées, les naphthalènesulfonates et les naphthalènesulfonates condensés, les alkylbenzènesulfonates, les alkylsulfates et des agents surfactifs non ioniques, comme des produits de condensation de l'oxyde d'éthylène et d'alkylphénols.

Les concentrés émulsifiables des composés régulateurs de croissance comprennent, en chaque circonstance, une solution du composé régulateur de croissance dans un véhicule liquide qui est un mélange d'un solvant non miscible à l'eau et de surfactifs, y compris des émulsifs. Comme solvants intéressants, on peut citer les hydrocarbures aromatiques, tels que les xylènes, les alkylnaphtalènes, les distillats de pétrole, les solvants terpéniques, les éther-alcools et les solvants du type ester organique. Les émulsifs, les agents dispersants et les agents mouillants appropriés peuvent se choisir parmi les mêmes classes de produits que ceux employés pour la confection des poudres mouillables.

En général, on applique les régulateurs de croissance en compositions qui contiennent avantageusement de 0,1 % à 95 % en poids d'un composé de la formule (I) et de 0,1 à 75 % en poids d'un véhicule ou surfactif. Cependant, l'application directe à des semences de plantes avant la plantation peut s'effectuer dans certaines circonstances en mélangeant le régulateur

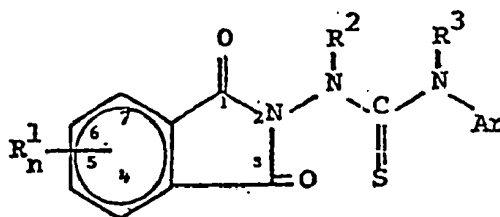


de croissance solide pulvérulent aux graines afin d'obtenir un revêtement sensiblement uniforme qui est très mince et qui ne constitue seulement que 1 ou 2 % en poids et moins, sur base du poids des graines. Cependant, dans certaines circonstances, on peut utiliser un solvant non phytotoxique, tel que le méthanol, à titre de véhicule, afin de faciliter la répartition uniforme du régulateur de croissance à la surface des graines.

Lorsque l'on applique un composé sur la terre, comme en vue d'une application de pré-émergence, les compositions granulaires sont quelquefois plus commodes à utiliser que les produits à pulvériser. Une composition granulaire typique comprend le composé régulateur de croissance dispersé sur un véhicule inerte, comme de l'argile grossièrement broyée, ou une argile qui a été convertie en granules par traitement d'un lit roulant de la matière pulvérulente avec une petite quantité d'un liquide dans un tambour de granulation. Conformément au procédé usuel de préparation de compositions granulaires, on pulvérise une solution du composé actif sur les granules, tandis que ces granules sont agités dans un appareil mélangeur convenable, après quoi on sèche les granules à l'aide d'un courant d'air tout en poursuivant l'agitation.

RE V E N D I C A T I O N S

1. Composés qui répondent à la formule de structure suivante :



dans laquelle

R¹ représente un groupe alkyle en C₁-C₄, un groupe nitro ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4,

R² et R³ représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C₁-C₄ ou benzyle et

Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C₃-C₄, benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de 1 à 3 des substituants suivants : cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloro, trifluorométhyle et alkylamino, alkylthio, alcoxy, alcényle et alkyle en C₁-C₄.

2. N-(Phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

3. N-(4-Méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

4. N-(4-Fluorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

5. N-(3-Méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

6. N-(2-Chlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

7. N-Méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

8. 4-Nitro-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
9. 5-Méthyl-N-méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
10. 4-Méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
11. 4-Méthyl-N-méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
12. N-Méthyl-N-(3-fluorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
13. N-Méthyl-N-(4-fluorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
14. N-Méthyl-N-(N-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
15. N-Ethyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
16. N-(N-Méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
17. 4,7-Dichloro-N-méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
18. 4-Fluoro-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
19. N-(3-Fluorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
20. N-(3-Trifluorométhylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
21. N-(3-Chlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
22. N,4-Diméthyl-N-(N-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
23. N-(2,4-Diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
24. N-(3-Chloro-4-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

25. N-(3,4-Dichlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
26. N-(1-Naphthylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
27. N-(2,5-Dichlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
28. N-(4-Bromophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
29. N-Méthyl-N-(2,6-diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
30. N-(Adamantylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
31. N-Hydroxyéthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
32. N-Méthyl-N-(2,3-diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
33. N-Méthyl-N-(2,4,5-triméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
34. N-Méthyl-N-(2,5-diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
35. N-Benzyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
36. N-Méthyl-N-tert.butylthiocarbamoyl-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
37. N-Méthyl-N-(4-nitrophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
38. N-Méthyl-N-(3-chloro-4-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
39. N-Méthyl-N-(3,4-diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
40. N-Méthyl-N-(3,5-diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
41. N-Méthyl-N-(3-éthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

42. N-(4-Chlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
43. N-Méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-4,5,6,7-tétrachloro-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
44. N-Allylthiocarbamoyl-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
45. N-(4-Méthoxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
46. N-(2-Méthyl-3-chlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
47. N-(4-Isopropylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
48. N-(2-Chloro-6-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
49. N-Méthyl-N-(4-méthoxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
50. N-Méthyl-N-(2-chloro-4-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
51. N-Méthyl-N-(4-chlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
52. N-(3-Benzyloxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
53. N-(3-Nitrophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
54. N-(4-Benzyloxyphénylthiocarbamoyl)-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
55. N-(4-Chloro-3-trifluorométhylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
56. N-(2,4-Dichlorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
57. N-(2-Trifluorométhylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.
58. N-(3-Chlorobenzylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

59. N-(3-Méthoxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

60. N-Méthyl-N-(phénylthiocarbamoyl)-2-amino-4-fluoro-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

61. N-(3,5-Diméthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

62. N-(3-Méthylthiophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

63. N-(2-Chloro-4-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

64. N-(4-Cyanophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

65. N-(4-Trifluorométhylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

66. N-(4-Chloro-2-méthylphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

67. N-(4-Ethoxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

68. N-(2-Fluorophénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

69. N-(3,4-Méthylènedioxyphénylthiocarbamoyl)-2-amino-1H-isoindole-1,3-(2H)dione.

70. Procédé de régulation de la croissance de plantes, caractérisé en ce que l'on applique sur les plantes, leurs semences ou sur la terre, une quantité efficace d'un composé tel que spécifié dans l'une quelconque des revendications 1 à 69.

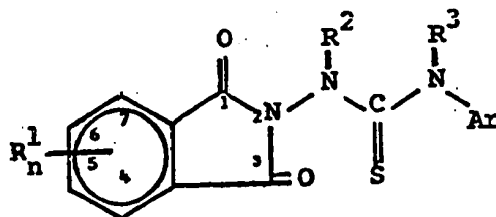
71. Procédé de régulation de la croissance de plantes suivant la revendication 70, caractérisé en ce que le développement de fruits sur des plantes vivrières est augmenté par l'application d'une quantité efficace d'un composé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 69 sur le feuillage des plantes en croissance.

72. Procédé suivant la revendication 71, caractérisé en ce que la plante est Soja max.

73. Procédé suivant la revendication 71, caractérisé en ce que la plante est Lycopersicum esculentum.

74. Composition de régulation de la croissance de plantes, caractérisée en ce qu'elle est constituée par un adjuvant acceptable en agriculture et par une quantité efficace d'un composé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 69.

75. Procédé de préparation de composés qui répondent à la formule de structure générale qui suit :



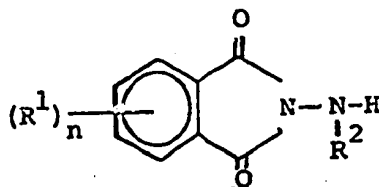
dans laquelle

R^1 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 , un groupe nitro ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4,

R^2 et R^3 représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C_1-C_4 ou benzyle et

Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C_3-C_4 , benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de 1 à 3 des substituants suivants : cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloro, trifluorométhyle et alkylamino, alkylthio, alcoxy, alcényle et alkyle en C_1-C_4 , caractérisés par l'une des étapes suivantes :

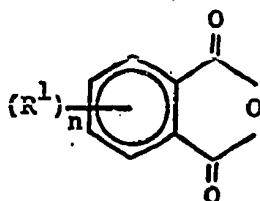
1. on fait réagir un composé de la formule



sur un composé de la formule $\text{Cl}-\overset{\text{S}}{\underset{\text{R}^3}{\underset{|}{\text{C}}}}=\text{N}-\text{Ar}$

dans un solvant mutuel, en présence d'un accepteur d'acide, ou sur un composé de la formule $\text{SCN}-\text{Ar}$,

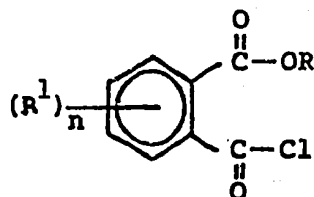
2. on fait réagir un composé de la formule



sur un composé de la formule $\text{H}_2\text{N}-\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{N}}}-\underset{\text{S}}{\underset{|}{\text{C}}}-\underset{\text{R}^3}{\underset{|}{\text{N}}}-\text{Ar}$

dans un solvant mutuel,

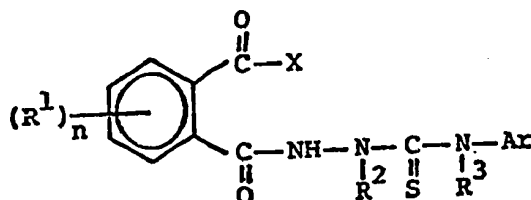
3. on fait réagir un composé de la formule



sur un composé de la formule $\text{H}_2\text{N}-\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{N}}}-\underset{\text{S}}{\underset{|}{\text{C}}}-\underset{\text{R}^3}{\underset{|}{\text{N}}}-\text{Ar}$

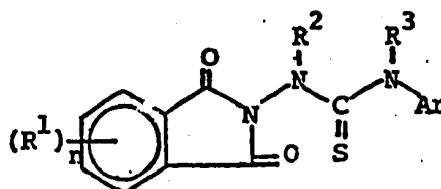
dans un solvant mutuel, en présence d'un accepteur d'acide, et

4. fermeture du cycle d'un composé répondant à la formule suivante :



dans laquelle X représente un groupe bien labile dans lequel un atome électronégatif est attaché à l'atome de carbone du groupe carbonyle, par réaction dans un solvant organique non réactif sur un agent de condensation qui peut être de la chaleur, ou un catalyseur basique ou, lorsque -X est -OH, un agent de déshydratation.

76. Procédé de préparation de composés qui répondent à la formule de structure générale qui suit :



dans laquelle

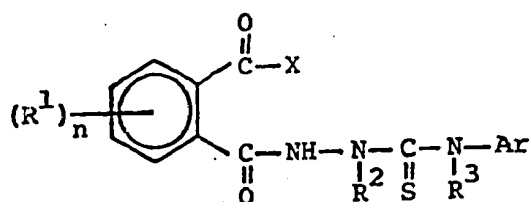
R^1 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 , un groupe nitro ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4,

R^2 et R^3 représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C_1-C_4 ou benzyle et

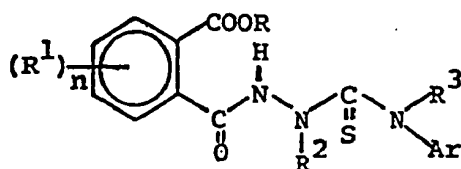
Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C_3-C_4 , benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de 1 à 3 des substituants suivants :

cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloro, trifluorométhyle et alkylamino, alkylthio, alcoxy, alcényne et alkyle en C_1-C_4 ,

par cyclisation d'un composé répondant à la formule de structure générale correspondante qui suit :



dans laquelle X représente un groupe bien labile dans lequel un atome électronégatif est attaché à l'atome de carbone du groupe carbonyle, caractérisé en ce que l'on effectue la cyclisation d'un composé de la formule de structure générale suivante :



par réaction dans des conditions modérément basiques, à une température inférieure à 50°C, en présence d'un solvant organique polaire non réactif et d'une amine aliphatique empêchée.

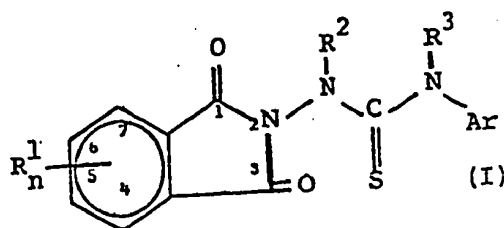
77. Procédé suivant la revendication 76, caractérisé en ce que R représente un groupe méthyle, le solvant est l'acétone, l'acétate d'éthyle ou le tétrahydrofuranne, l'amine est la tert.-butylamine et la cyclisation s'effectue à la température ambiante.

78. Procédé suivant la revendication 76, caractérisé en ce que R représente un groupe méthyle ou éthyle, le solvant est le tétrahydrofuranne, l'amine est la tert.-butylamine et la cyclisation se réalise à la température ambiante.

79. Procédé suivant la revendication 76, caractérisé en ce que R représente le groupe méthyle, le solvant est l'acétone, l'amine est la tert.-butylamine et la cyclisation se réalise à la température ambiante.

80. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 75 à 79, appliqué à la préparation d'un composé suivant l'une quelconque des revendications 2 à 69 inclusivement.

81. Composition utilisable en agriculture, caractérisée en ce qu'elle contient, à titre d'ingrédient actif, de 0,1 à 95 % en poids d'un composé qui répond à la formule de structure générale suivante :



dans laquelle

R^1 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 , un groupe nitro ou un halogène et n est égal à zéro ou représente un nombre entier dont la valeur varie de 1 à 4, R^2 et R^3 représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C_1-C_4 ou benzyle et



Ar représente un groupe adamantyle, alcényle ou alkyle en C_3-C_4 , benzyle, halobenzyle, naphtyle, phényle ou phényle portant de 1 à 3 des substituants suivants : cyano, benzyloxy, nitro, bromo, chloro, trifluorométhyle et alkylamino, alkylthio, alcoxy, alcényle et alkyle en C_1-C_4 .

82. Composés de la formule générale (I), en substance, tels que décrits dans l'un quelconque des exemples 1 à 8 ou dans le tableau I.

83. Procédé de préparation d'un composé de la formule générale (I), en substance, tel que décrit dans l'un quelconque des exemples 1 à 8.

84. Composés de la formule (I) lorsqu'ils ont été préparés par mise en oeuvre du procédé suivant l'une quelconque des revendications 75 à 79.

85. Procédé de régulation de la croissance de plantes, en substance, tel que décrit en référence aux tableaux I et II.

BRUXELLES, le - 5 MAI 1980

P. Pon

Gulf Oil Corporation

P. Pon BUREAU VANDER HAEGHEN

[Signature]