



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1428196 A3

(51) 4 C 07 D 209/48

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К ПАТЕНТУ

(21) 3740826/23-04

(22) 15.05.84

(31) 86213/83

(32) 16.05.83

(33) (JP)

(46) 30.09.88. Бюл. № 36

(71) Сумитомо Кемикал Компани Лимитед (JP)

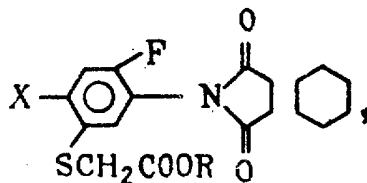
(72) Ёйки Нагано, Рио Ёсида, Хироси Мацумото, Сунити Хасимото и Кацузо Камосита (JP)

(53) 547.475.07 (088.8)

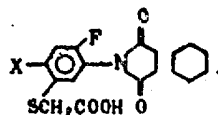
(56) Патент США № 2878224, кл. 260-326, опублик. 1975.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2-ЗАМЕЩЕННЫХ ФЕНИЛ-4,5,6,7-ТЕТРАГИДРО-2Н-ИЗОИНДОЛ-1,3-ДИОНОВ

(57) Изобретение относится к гетероциклическим соединениям, в частности к получению 2-замещенных фенил-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-дионов (изоиндолы) общей формулы



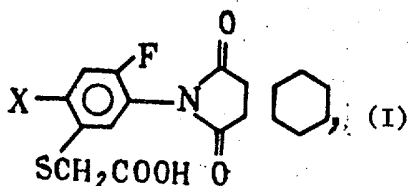
где X - хлор или бром; R - C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-алкил, C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>-циклоалкил, пропаргил, C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>-хлоралкил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксиэтил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксикарбонилметил, фенил, которые проявляют гербицидную активность. Цель изобретения - разработка способа получения новых соединений, проявляющих более высокую активность. Получение ведут из соединения формулы



где X указано, и спирта ROH, где R указано, при кипении реакционной массы в присутствии дегидрирующего агента. Процесс проводят в среде органического растворителя - ароматического углеводорода. 5 табл.

(19) SU (11) 1428196 A3

Изобретение относится к способу получения новых соединений 2-замещенных фенил-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-дионов (здесь и далее называемые как "изоиндол/ы") формулы



где X - хлор или бром;

R - C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-алкил, C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-циклоалкил, 15 пропаргил, C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>-хлоралкил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксиэтил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксикарбонилметил, фенил,

проявляющих гербицидную активность. 20

Цель изобретения - изыскание новых соединений, обладающих более высокими гербицидными свойствами.

Пример 1. К раствору 2-(4-хлор-2-фтор-5-карбоксиметилтиофенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-диона (1,2 г) и этилового спирта (1,0 г) в толуоле (20 мл) добавляют небольшое количество пара-толуолсульфо-30 фоислоты и смесь кипятят с обратным холодильником в течение 3 ч. В реакционную смесь добавляют воду. Толуольный слой отделяют, сушат и концентрируют. Остаток очищают путем хроматографирования на силикагеле, получив 0,1 г 2-(4-хлор-2-фтор-5-35 этоксикарбонилметилтиофенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-дион. п<sup>18</sup><sub>Д</sub> 1,5670.

Таким же способом были получены другие изоиндолы (I), примеры кото-40 рых приведены в табл. 1.

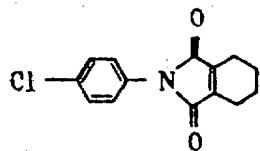
Пример 2. 2-(4-Хлор-2-фтор-45 5-карбоксиметилтиофенил) 4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-дион (2468 г), толуол (6365 мл), циклопентанол (747 г) и пара-толуолсульфо-50 новую кислоту (63,6 г) загружают в реакционный сосуд и полученную смесь нагревают при 95-120°С с обратным холодильником в течение 9 ч, в течение которых вода, получаемая как по-55 бочный продукт, отгоняется с помощью охлаждаемой глубокой ловушки. После охлаждения к реакционной смеси добавляют воду (1,59 л) и затем перемешивают. Слой толуола отделяют от водного слоя и водный слой экстрагируют

толуолом (1 л) три раза. Слой толуо- ла и толуольные экстракты соединяют, сушат над безводным сульфатом магния и концентрируют при пониженном давлении. Остаток кристаллизуют в услови-10 ях охлаждения водой и отбирают, после чего промывают холодным метанолом с получением 2-(4-хлор-2-фтор-5-циклопентилоксикарбонилметилтиофенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-15 диона (2340 г). Выход 77%.

Изоиндолы (I) предлагаемого изоб- ретения могут быть использованы вместе с другими гербицидами для улучшения их активности как гербицидов. В некоторых случаях, можно ожидать синергического эффекта. Кроме того, они могут быть нанесены в сочетании с инсектицидами, аскарисидами, нематоцидами, фунгицидами, регуляторами роста растений, удобрениями, веществами, улучшающими почву. Кроме того, изоиндолы (I) могут быть нанесены как гербициды на сельскохозяйственные вспаханные поля и на рисовые поля также. Они могут быть также полезны как гербициды для фруктовых садов, пастбищ, газонов, леса, полей с не-35 сельскохозйственными культурами и т.д. Дозировка изоиндолов (I) может варьироваться в зависимости от погодных условий, способа приготовления, времени года, способа нанесения, обрабатываемой почвы, урожая и вида сорняков и т.д. Однако, в основном дозировка варьируется от 0,02 до 100 г, предпочтительно от 0,05 г до 50 г активного ингредиента на ар (на 100 м<sup>2</sup>).

Биологические свойства изоиндолов как гербицидов приведены в следующих примерах, в которых их фитотоксичность по отношению к зерновым культурам и гербицидная активность по отношению к сорнякам проверяются путем визуального наблюдения за степенью прорастания, так же, как и за степенью ингибирования роста, и обозначаются в виде индекса 0,1, 2,3, 4 или 5. Число "0" означает отсутствие различия между обработанными и необработанными растениями, а число "5" - полное ингибирование или смерть растения.

Для сравнения были использованы соединения А.



Пример испытаний 1. Чаны (33 см × 20 см × 11 см) наполняют верхним слоем полевой земли и засевают семенами кукурузы, пшеницы, сои, дурнишника утолщенного, канатника Теофраста, ипомеи пурпурной, конопли, щирыцы колосистой, мари белой. В течение 18 дн в теплице проводят культивацию. Определенное количество тестируемого соединения в виде эмульгируемого концентрата, соответствующего рецептуре примера 2 и разбавленного водой, содержащей размазывающий агент, разбрызгивают на листовую поверхность растений сверху при помощи небольшого ручного распылителя с распыляемым объемом 5 л на 100 м<sup>2</sup>. После этого тестируемые растения вновь помещают в теплицу на 20 дн, проверяют гербицидную активность и фитотоксичность. В момент нанесения размер ростков тестируемых растений изменяется в зависимости от вида, но в основном они содержат от 1 до 4 листков и высота их составляет от 2 до 12 см. Результаты приведены в табл. 2.

Пример испытаний 2. Пластмассовые горшки (диаметром 10 см, высотой 10 см) заполняют верхним слоем полевой земли и засевают семенами ипомеи пурпурной и канатника Теофраста и сверху засыпают землей. Определенное количество тестируемого соединения в виде эмульгируемого концентрата, соответствующего рецептуре примера 2 и разбавленного водой, разбрызгивают по поверхности почвы при помощи небольшого ручного распылителя с распыляемым 10 л объемом на 100 м<sup>2</sup>, после чего почву хорошо перемешивают на глубине 4 см. После этого семена сои и хлопка высевают в горшки. В течение 20 дн в теплице происходит культивация растений и исследуется гербицидная активность. Результаты приведены в табл. 3.

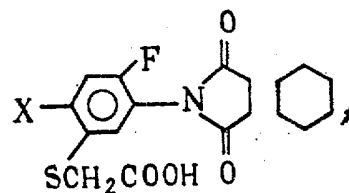
Пример испытаний 3. Цилиндрической формы пластмассовые горшки (диаметром 8 см, высотой 12 см) наполняют землей с рисовых полей и высевают в нее семена петушиного проса, широколиственных сорняков (например, воробьиного проса, крас-

ностебельника, повойничка) и почки стрелолоста на глубину 1-2 см. Заливают горшки водой для обводнения. Рассадку риса с 2 листочками пересаживают в горшки и помещают для дальнейшего роста в теплицу. После 6 дн определенное количество тестируемого соединения в виде эмульгируемого концентрата, соответствующего рецептуре примера 2 и разбавленного водой (5 мл), наносят в горшки путем полива. Тестируемые соединения оставляют для дальнейшего прорастания в теплице на 20 дн, исследуется их гербицидная активность и фитотоксичность. Результаты приведены в табл. 4.

Пример испытаний 4. Пластмассовые горшки цилиндрической формы (диаметром 10 см, высотой 10 см) наполняют верхним слоем полевой почвы, засевают семенами петушиного проса, овса, огородной редьки и канатника Теофраста и выращивают в течение 10 дн в теплице. Определенное количество тестируемого соединения в виде эмульгируемого концентрата, соответствующего рецептуре примера 2 и разбавленного водой, содержащей размазывающий агент, разбрызгивают на листовую поверхность растений сверху посредством небольшого ручного распылителя с объемом 10 л на 100 м<sup>2</sup>. Через 20 дн культивации в теплице проверяют гербицидную активность. Результаты приведены в табл. 5.

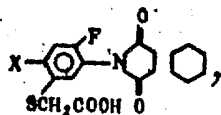
#### Формула изобретения

Способ получения 2-замещенных фенил-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-изоиндол-1,3-дионов общей формулы



где X — хлор или бром;  
R — C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-алкил, C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-циклоалкил, пропаргил, C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>-хлоралкил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксизтил, низший C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкоксикарбонилметил, фенил,

отличающийся тем, что тетрагидрофталимид формулы

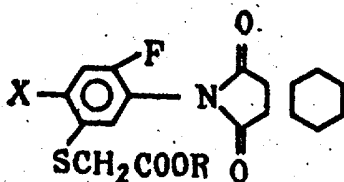


где X имеет указанные значения, обрабатывают спиртом ROH, где R име-

ет указанные значения, при кипении реакционной массы в присутствии дегидратирующего агента в среде органического растворителя - ароматического углеводорода.

5

Т а б л и ц а 1



Соединение	X	R	Физическая константа	Выход, %
1	Cl	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	$n_D^{16}$ 1,5670	8
2	Cl	-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	$n_D^{18,5}$ 1,5590	39
3	Cl	-CH <sub>2</sub> C≡CH	$n_D^{20}$ 1,5570	10
4	Cl	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>3</sub>	$n_D^{18,5}$ 1,5695	20
5	Cl	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl	$n_D^{21}$ 1,5740	22
6	Cl	-CH <sub>2</sub> $\begin{array}{c} \text{CH} \\   \\ \text{Cl} \end{array}$ -CH <sub>2</sub> Cl	$n_D^{18,5}$ 1,5705	13
7	Cl		$n_D^{13,5}$ 1,5640	77
8	Cl	-CH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	$n_D^{18,5}$ 1,5420	14
9	Br	-CH <sub>3</sub>	$n_D^{23,5}$ 1,5863	22
10	Br	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl	Стеклообразная масса	20
11	Br		-"-	25
12	Br		-"-	13

Т а б л и ц а 2

Соединение	Дозировка г/100 м <sup>2</sup> (ар)	Фитотоксичность					Гербицидная активность				
		Кукуруза	Пшеница	Соя	Дурнишник	Канатник Теофраста	Вьюнок ипомея пурпурная	Конопля	Ширшца колосистая	Марь белая	Паслен черный
1	0,63	2	2	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	1	0	1	5	5	5	4	5	4	3
2	0,63	2	2	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	2	1	0	5	5	5	5	4	4	4
3	0,63	2	2	1	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	0	0	0	5	5	5	5	5	4	5
4	0,63	2	1	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	1	1	1	5	5	5	4	4	4	3
6	0,63	2	2	1	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	1	1	0	5	5	5	5	5	5	4
7	0,63	2	2	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	1	0	0	5	5	5	5	5	5	5
8	0,63	1	1	1	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	0	0	1	5	5	5	4	5	4	4
9	0,63	1	0	1	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	0	0	0	5	5	5	4	5	5	4
A	0,63	0	0	1	1	4	2	2	4	3	3
	0,16	0	0	0	0	2	0	1	1	1	0
10	0,63	2	1	1	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	1	0	0	0	0	0	4	5	4	5
11	0,63	1	1	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	0	0	1	5	5	5	4	5	4	5
12	0,63	2	1	2	5	5	5	5	5	5	5
	0,16	0	0	0	4	5	4	3	4	3	4

Т а б л и ц а 3

Соединение	Дозировка, г/100 м <sup>2</sup>	Фитотоксичность		Гербицидная активность	
		соя	кукуруза	вьюнок ипомея пурпурная	канатник Теофраста
1	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5
2	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5
3	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5
4	20	0	0	5	5
	5	0	0	5	5
6	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5
7	20	0	0	5	5
	5	0	0	5	5
8	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5
9	20	0	0	5	5
	5	0	0	4	5

Т а б л и ц а 4

Соединение	Дозировка, г/100 м <sup>2</sup>	Фитотоксичность	Гербицидная активность		
			Рисовая рассада	Петушиное просо	Широколиственный сорняк
1	10	1	4	5	5
2	10	-	5	5	5
3	10	1	4	5	5

Продолжение табл.4

Соединение	Дозировка, г/100 м <sup>2</sup>	Фитотоксичность	Гербицидная активность		
			Рисовая рассада	Петушиное просо	Широколиственный сорняк
4	10	-	4	5	5
7	10	1	5	5	5
9	10	0	4	5	5

Т а б л и ц а 5

Соединение	Дозировка, г/100 м <sup>2</sup>	Гербицидная активность			
		Петушиное просо	Овес	Редька огородная	Канатник Теофраста
1	20	5	5	5	5
2	10	5	3	5	5
3	10	5	4	5	5
4	10	5	4	5	5
6	10	5	3	5	5
7	10	5	5	5	5
8	10	4	3	5	5
9	10	5	4	5	5

Составитель Н.Гозалова  
 Редактор И.Касарда      Техред А.Кравчук      Корректор Н.Король

Заказ 4870/59

Тираж 370

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
 по делам изобретений и открытий  
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4.