ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

N° 889.754

Classif. Internat.: C07C/A01N

Mis en lecture le: 16 -11- 1981

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu le procès-verbal dressé le 27 juillet *19* 81 *à* 15 *h.* 25

au Service de la Propriété industrielle ;

ARRÊTE :

Article 1. — *Il est délivré à* la Sté dite : MOBIL OIL CORPORATION, 150 East 42nd Street, City and State of New York, (Etats-Unis d'Amérique),

repr. par le Bureau Gevers S.A. à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Esters d'acides phénoxy substitué benzoïques, compositions en contenant et leur utilisation comme herbicides.

T. 39 - D

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 14 août *19* 81.

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE:

Le Directeur

L. SALPETEUR

M E M O I R E D E S C R I P T I F

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET D'INVENTION

au nom de:

MOBIL OIL CORPORATION

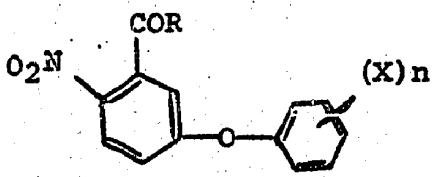
pour:

"Esters d'acides phénoxy substitué benzoïques, compositions en contenant et leur utilisation comme herbicides"

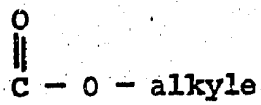
La présente invention est relative à des composés d'acides phénoxybenzoïques, aux compositions en contenant et à leur utilisation comme herbicides.

On a déjà proposé d'utiliser, comme herbicides, des acides 2-méthoxybenzoïques (brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.013.054) et des acides 4-phénoxybenzoïques (brevet français 1.502.538). Suivant la présente invention, on a découvert que des acides benzoïques comportant un substituant phénoxy dans la position 5 constituent des herbicides très efficaces.

L'invention se rapporte de façon plus précise à des composés herbicides répondant à la formule:



dans laquelle X représente de l'hydrogène, un halogène (c'est-à-dire l'iode, le fluor, le chlore et le brome), un radical nitro, trifluorométhyle, cyano, COOH,



(où l'alkyle comporte de 1 à 4 atomes de carbone), hydroxyle, alcoxy de 1 à 4 atomes de carbone, alkyle de 1 à 4 atomes de carbone,

SH, SR_1, SOR_1, SO_2R_1, SO_2NH_2 et leurs combinaisons, R_1 et R_2 sont choisis parmi les alkyles de 1 à 4 atomes de carbone, R est choisi parmi les radicaux hydroxyle, alcoxy de 1 à 5 atomes de carbone,

aryloxy, chloro, amido, alkylamido de 1 à 4 atomes de carbone, dialkylamido de 2 à 6 atomes de carbone, SH, SR_1 et OM, où M est un métal alcalin (par exemple le lithium, le sodium ou le potassium), alkylammonium de 1 à 4 atomes de carbone ou alcanolammonium de 1 à 4 atomes de carbone, n a une valeur de 1 à 5, au moins l'un des X étant différent de l'hydrogène, l'invention se rapportant également à leur utilisation comme herbicides et à des compositions herbicides comprenant au moins l'un de ces composés et un véhicule pour ce dernier.

Les composés suivant la présente invention se préparent facilement par la réaction de synthèse d'éther d'Ullmann entre le sel de métal alcalin (par exemple de Na, de K) d'un phénol substitué approprié et un acide 5-halo (par exemple F, Cl, Br)-2-nitrobenzoïque ou un ester, un amide ou un sel de celui-ci. L'acide 5-halo-2-nitrobenzoïque ou l'ester de celui-ci se prépare facilement par nitration d'un m-halotoluène, suivie par l'oxydation du groupe méthyle par des procédés bien connus. En outre, on peut procéder à la nitration directe de l'acide m-halobenzoïque ou de l'ester de celui-ci par des procédés bien connus.

Des exemples non limitatifs des composés suivant la présente invention sont:

2-nitro-5-(2',4',6'-tribromophénoxy)benzoate de propyle

2-nitro-5-(2',4',5'-trifluorophénoxy)benzoate de phényle

acide 2-nitro-5-(2',4',6'-triiodophénoxy)benzoïque;

chlorure de 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoyle,

2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzamide;

N-éthyl 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzamide;

N-isopropyl 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzamide;

N,N-diméthyl 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzamide;

2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate d'éthylammonium;

2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate d'éthanylammonium ;

2-nitro-5-(2',3',4',5',6'-pentachlorophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de n-pentyle;

acide 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophenoxy)benzoïque;

2-nitro-5-(2'-chlorophenoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4',chloro-3'-méthylphénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(3'-methylphénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(2',6'-dichlorophénoxy)benzoate d'éthyle;

2-nitro-5-(2',4'-dichloro-6'-méthylphénoxy)benzoate d'isopropyle;

2-nitro-5-(2'-chloro-4'-fluorophénoxy)benzoate d'éthyle;

acide 2-nitro-5-(2'-chloro-4'-fluorophénoxy)benzoïque;

2-nitro-5-(2',4'-dinitrophénoxy)benzoate de méthyle;

acide 2-nitro-5-(2',4'-dinitrophénoxy)benzoïque;

acide 2-nitro-5-(2'-chloro-4'-nitrophénoxy)benzoïque;

2-nitro-5-[3'-(α, α, α-trifluorométhyl)phénoxy]benzoate d'isopropyle;

2-nitro-5-[3',5'-dicarbométhoxyphénoxy]benzoate d'isopropyle;

2-nitro-5-(2'-méthoxyphénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-chloro-2'-nitrophénoxy) benzoate de méthyle;

acide 2-nitro-5-(2',4'-dichloro-6'-fluorophénoxy)benzoïque;

2-nitro-5-(2',4'-dichloro-6'-fluorophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(2',4'-dicarbométhoxyphénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-[2'-cyano-4'-(α, α, α-trifluorométhyl)-phénoxy] benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(3'-carbométhoxy-4'-hydroxyphénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-[4'chloro-2'-(α, α, α-trifluorométhyl)-phénoxy]

benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(3'-carbométhoxy-4'-nitrophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-chloro-2',6'-dibromohénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(2',4'-dicyanophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-[2'-diméthylamino-4'-(α, α, α-trifluorométhyl)phénoxy]

benzoate de méthyle;

2-nitro-5-[2'-amino-4'-(α,α,α-trifluorométhyl)phénoxy]benzoate

d'éthyle;

2-nitro-5-[2'-méthyl-4'-méthylthiophénoxy] benzoate de méthyle;

N,N-diméthyl 2-nitro-5-[2',6'-diméthyl-4'-méthylthiophénoxy]

benzamide;

2-nitro-5-[2'-méthyl-4'-méthylsulfonylphénoxy] benzoate de méthyle;

2-nitro-5-[2'-chloro-4'-méthylsulfinylphénoxy] benzoate d'éthyle;

2-nitro-5-[4'-(N-trifluorométhylsulfonamido)phénoxy] benzoate

de méthyle;

2-nitro-5-(4'-cyanophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-carbéthoxyphénoxy)benzoate d'éthyle;

2-nitro-5-(4'-hydroxyphénoxy)benzoate de méthyle;

acide 2-nitro-5-[2'-t-butylphénoxy]benzoïque;

acide 2-nitro-5-[2'-carboxyphénoxy]benzoïque;

2-nitro-5-(4'-aminophénoxy) benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-diéthylaminophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(2'-méthylaminophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-mercaptophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5(4'-méthylthiophénoxy)benzoate d'éthyle;

2-nitro-5-(2'-sulfonamidophénoxy)benzoate de méthyle;

2-nitro-5-(4'-méthylsulfinylphénoxy)benzoate d'éthyle;

2-nitro-5-(4'-méthylsulfonylphénoxy)benzoate de méthyle; et

acide 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)thiobenzoïque.

Les Exemples suivants illustrent plus complètement encore la préparation de composés typiques suivant l'invention et présentent un procédé de récupération des produits.

Exemple 1

2-Nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle

On chauffe à 90°C pendant 17 heures, une solution agitée de 5-chloro-2-nitrobenzoate de méthyle (17,0 g; 0,079 mole) et du sel potassique de 2,4,6-trichlorophénol (18,6 g; 0,079 mole) dans du sulfoxyde de diméthyle (100 ml). On dilue le mélange de réaction refroidi avec de l'eau (500 ml) et on extrait ensuite avec de l'éther (3x100ml). Les fractions éthérées combinées sont lavées avec une solution aqueuse à 10% d'hydroxyde de sodium (2x30 ml) et ensuite avec une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium. La solution éthérée est séchée (Na_2SO_4) et le solvant est évaporé pour donner une huile sombre. Deux cristallisations (éther de pétrole) donnent 1,91 g d'une matière solide jaune pâle, d'un point de fusion de 101-103°C.

IR(Nujol):C=O 1723, C-O 1240, et 1260 cm-1

RMN ($CDCl_3$): méthyl 3,91 ppm (3H), quartet: 6,96 ppm (1H, J=2,5 et 8 c.p.s.), doublet: 7,05 ppm (1H, J=2,5 c.p.s.), singlet large: 7,05 ppm (2H), et doublet 8,01 ppm (1H, J=8 c.p.s.).

Exemples 2 à 24

En utilisant des procédés semblables à celui décrit dans l'Exemple 1, on a préparé vingt-trois autres composés se situant dans le cadre de l'invention. Il s'agit des composés suivants:

(2) acide 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoïque, P.F. 184°-189° C.

(3) 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de sodium, P.F. > 300° C.

(4) 2-nitro-5-(2',4',5'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle P.F. 100°-103° C.

(5) 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoate de méthyle P.F. 84°-86° C.

(6) 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate d'éthyle P.F. 60°-64° C.

(7) 2-nitro-5-(2',4'-dibromophénoxy) benzoate de méthyle P.F. 98°-100° C.

(8) 2-nitro-5-(4'-chloro-2'-méthylphénoxy)benzoate de méthyle P.F. 70°-72° C.

(9) 2-nitro-5-(2',4'-diméthylphénoxy)benzoate de méthyle, huile.

(10) 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzamide, P.F.: 130°-133° C.

(11) 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate d'isopropyle, P.F. 71°-74° C.

(12) 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoate d'éthyle P.F. 83°-85° C.

(13) 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoate d'isopropyle, P.F. 59°-62° C.

(14) 2-nitro-5-(2',4',5'-trichlorophénoxy) thiobenzoate de méthyle, P.F. 96°-100° C.

(15) 2-nitro-5-(2',4'-dichloro-6'-methylphénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 85°-89° C.

(16) 2-nitro-5-(2'-chloro-4'-fluorophénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 67°-70° C.

(17) 2-nitro-5-(2'-chloro-4'-fluorophénoxy)benzoate d'isopropyle, P.F. 48°-51° C.

(18) N-méthyl 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzamide, P.F. 137° C.

(19) 2-nitro-5-(4'-nitrophénoxy)benzoate d'éthyle, P.F. 75°-82° C.

(20) 2-nitro-5-(3'-méthyl-4'-nitrophénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 75°-82° C.

(21) 2-nitro-5-[2'-nitro-4'-(α,α,α-trifluorométhyl)phénoxy] benzoate d'isopropyle, huile.

(22) 2-nitro-5-[2'-nitro-4'-(α,α,α-trifluorométhyl)phénoxy] benzoate d'éthyle, huile.

(23) 2-nitro-5-[2'-chloro-4'-nitrophénoxy]benzoate de méthyle, P.F. 97°-102° C.

(24) acide 2-nitro-5-(2'-chloro-4'-nitrophénoxy) benzoïque, P.F. 185° C.

Exemple 25

Acide 2-nitro-5-[2'-nitro-4'-(α,α,α-trifluorométhyl)phénoxy]benzoïque

Une solution agitée de 4-chloro-3-nitrobenzotrifluorure (22,55 g; 0,1 mole) et du sel potassique de 3-méthyl-4-nitrophénol (19,12 g; 0,1 mole) dans du diméthylacétamide (75 ml) est chauffée à 150°C pendant 4 heures. La solution de réaction refroidie est diluée avec de l'eau (300 ml) pour provoquer la précipitation d'un solide brun qui est filtré et séché pour donner 28,9 g (85%) d'éther 4-nitro-3-tolyl-2'-nitro-α,α,α-trifluoro-4'-tolylique, qui a un point de fusion de 82-85°C. A une solution agitée de l'éther diphénylique précédent (25,0 g; 0,073 mole) et de dichromate de sodium (35,8 g; 0,12 mole) dans de l'acide acétique glacial (200 ml), on ajoute de l'acide sulfurique concentré (60 ml; 1,15 mole) sur une période d'environ 30 minutes. La température est maintenue en dessous de 70°C durant l'addition et elle est ensuite élevée à 110°C pendant 15 heures. La solution de réaction est refroidie à 60°C et elle est extraite avec du chloroforme chaud. L'extrait est évaporé jusqu'à siccité pour donner une matière solide huileuse qui est lavée pour la libérer de la matière de départ, avec un mélange d'éther-ligroïne. L'acide solide résultant, d'une couleur blanc sale, pèse 13,6 g (51%), point de fusion de 185-187°C.

Exemple 26

Ester méthylique d'acide 2-nitro-5-[2'-nitro-4'-(α,α,α-trifluorométhyl)phénoxy]benzoïque

Une solution agitée de l'acide provenant de l'Exemple 25 (3,5 g; 0,0094 mole) dans une solution à 25% en volume/volume de trifluorure de bore dans du méthanol (50 ml) est traitée au reflux

pendant 10 heures. La solution refroidie est versée sur de l'eau (250 ml) et l'huile résultante est séparée et séchée pour donner 3,4 g (93,5%) du produit désiré.

Exemple 27

2-Nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)thiobenzoate de méthyle

Dans une solution de chlorure de 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoyle (4,16 g; 0,012 mole), préparée au départ de l'acide correspondant, dans 40 ml de benzène, on fait barboter du méthanethiol gazeux pendant 1/2 heure à la température ambiante. On arrête le barbotage de gaz et on traite le mélange de réaction au reflux pendant 15 minutes, puis on le refroidit. Le mélange est dilué avec de l'éther diéthylique, lavé deux fois avec une solution aqueuse à 10% de NaOH, une fois avec une solution de NaCl, puis on le dessèche et on l'évapore jusqu'à siccité pour obtenir 4,3 g d'une huile. L'analyse dans l'infrarouge montre qu'une quantité importante du chlorure de benzoyle initial n'a pas réagi. L'huile est dissoute dans 100 ml de benzène et on ajoute 1,5 g de triéthylamine. Le mélange de réaction est chauffé à 65-70°C et on y fait barboter le méthanethiol. Il se produit un précipité immédiat. Après 1,5 heure, le mélange de réaction est refroidi, filtré et évaporé jusqu'à siccité pour donner 4,6 g du produit désiré.

Exemple 28

2-Nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)thiobenzoate d'éthyle

Un mélange de chlorure de 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoyle (4,16 g; 0,012 mole) et d'éthanethiol (2,24 g; 0,036 mole) dans 40 ml de benzène est chauffé au reflux pendant 2 heures cinquante minutes, puis on le refroidit. Ce mélange est

dilué avec de l'éther diéthylique, lavé deux fois avec une solution aqueuse à 10% de NaOH, une fois avec une solution de NaCl, puis il est desséché et évaporé jusqu'à siccité pour donner 4,2 g d'une huile. Une analyse dans l'infrarouge montre une quantité importante du chlorure de benzoyle de départ et une certaine quantité du produit désiré. L'huile est dissoute dans 100 ml de benzène et on ajoute 3,0 g d'éthanethiol et environ 1,2 g de triéthylamine. Il se forme immédiatement un précipité. Le mélange de réaction est traité au reflux pendant 1,5 heure, refroidi, filtré et évaporé jusqu'à siccité pour donner 4,65 g du produit désiré.

Exemples comparatifs

On a préparé une série de composés qui sont des isomères de position des composés de l'Exemple 1 à 4. Chaque composé est désigné par le numéro du composé isomère correspondant des Exemples 1 à 4, suivi par "a" ou "b". Ces composés sont les suivants:

(1a) 5-nitro-2-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 128°-133°C.

(2a) acide 5-nitro-2-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoïque P.F. 175°-177°C.

(2b) acide 4-nitro-2-(2',4',5'-trichlorophénoxy)benzoïque P.F. 190°-193°C.

(3a) 5-nitro-2-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de sodium, P.F. 300°C.

(4a) 5-nitro-2-(2',4',5'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 104°-106°C.

(4b) 4-nitro-2-(2',4',5'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle, P.F. 127°-131°C.

Comme cela apparaît des résultats présentés par le Tableau suivant, les composés suivant l'invention, dans lesquels le

groupe nitro se trouve dans la position 2 et le groupe phénoxy substitué se trouve dans la position 5 montrent une efficacité nettement plus élevée comme herbicides que les composés comparables dans lesquels le groupe nitro et le groupe phénoxy substitué sont dans des positions différentes.

On peut appliquer les composés de la présente invention de diverses manières pour atteindre une action herbicide. On peut les appliquer eux-mêmes sous forme de matières solides ou sous une forme vaporisée, mais on préfère les appliquer à titre de composants toxiques de compositions pesticides comprenant un ou des composés suivant l'invention et un véhicule approprié. Ces compositions peuvent s'appliquer sous forme de poudres, de pulvérisations liquides ou de pulvérisations propulsées par un gaz, et elles peuvent contenir, en plus du véhicule, des additifs tels que des agents émulsionnants, des agents liants, des gaz comprimés à l'état liquide, des agents odorants, des stabilisateurs, etc. On peut utiliser une large variété de véhicules liquides et solides. Des exemples non limitatifs de véhicules solides sont le talc, la bentonite, les terres à diatomées, la pyrophyllite, les terres à foulon, le gypse, les farines dérivant de semences de coton et d'écailles de noix, et diverses terres naturelles et synthétiques ayant un pH ne dépassant pas environ 9,5. Des exemples non limitatifs de véhicules liquides sont l'eau, des solvants organiques comme les alcools, les cétones, les amides et les esters, des huiles minérales, comme le kérosène, des huiles légères et des huiles moyennes, ainsi que les huiles végérales, telles que l'huile de coton.

En pratique, on mesure l'application herbicide en kg/Ha. Les composés suivant la présente invention sont des herbicides

de

efficaces lorsqu'on les applique en des quantités herbicides, c'est-à-dire à des taux compris entre environ 0,224 et environ 11,208 kg/Ha.

Efficacité herbicide

Méthode de propagation de l'espèce essayée

Panic sanguin	Digitaria sanguinalis
Vulpin jaune	Setaria glauca
Sorgho d'Alep	Sorgum Halepense
Millet des marais	Echinochloa crus-galli
Amarante réfléchie	Amaranthus retroflexus
Betterave	Brassica sp.
Coton	Gossypium hirsutum var. DPL smooth leaf
Maïs	Zea Mays var. Golden Bantam
Haricot	Phaseolus vulgaris var. Black Valentine

Toutes les espèces pour récoltes et les espèces de mauvaises herbes ont été plantées individuellement dans des pots en matière plastique de 7,5 cm, contenant un sol pour empotage. Quatre semences de maïs, de coton et de haricot sont plantées à une profondeur égale au diamètre de la semence. Toutes les espèces sont ensemencées en surface et garnies d'un sol tamisé en une quantité suffisante pour recouvrir les semences. Immédiatement après la plantation, tous les pots sont arrosés par irrigation inférieure dans des bacs de serre. Tous les pots pour la phase de pré-émergence sont ensemencés 1 jour avant le traitement.

Les dates de plantation pour la phase de post-émergence sont variables de manière que tous les jeunes plants atteignent l'état désiré de développement simultanément. L'état approprié de

développement des jeunes plants pour le traitement dans la phase de post-émergence est le suivant:

Herbes: hauteur d'environ 5 cm

Amarante et betterave: 1 ou 2 feuilles réelles visibles au-dessus des cotylédons

Coton: première feuille réelle d'une longueur de 2,5 cm environ; cotylédons développés

Maïs: hauteur de 7,5 à 10 cm

Haricot: feuilles primaires développées, point de croissance au noeud des feuilles primaires

Procédé de traitement

On a procédé à des applications par pulvérisation dans une cloche contenant une courroie mobile et un ajutage fixe de pulvérisation. Pour le passage à travers la cloche de pulvérisation, un pot de chaque espèce (phase de pré-émergence) est placé sur la moitié avant d'un châssis en bois et un pot de plants déjà bien établis (phase de post-émergence) est placé sur la moitié arrière. Les traitements sont ensuite continués en serre après la pulvérisation. L'humidification durant la période d'observation ne se fait que par irrigation inférieure.

Les composés sont examinés au départ à un taux d'application équivalant à 4,48-8,96 kg/Ha. Deux semaines après le traitement, l'efficacité en pourcentage de pré-émergence et de post-émergence est cotée à la vue. L'essai suivant est réalisé à raison de 2,35 à 0,56 kg/Ha.

L'essai du point de vue herbicide des composés des Exemples 1 à 28 et des composés comparatifs donne les résultats présentés par le Tableau suivant. Les plantes sont désignées dans ce Tableau en utilisant les abréviations suivantes:

Vulpin jaune: VF

Sorgho d'Alep: JG

Millet des marais: DG

Haricot: BN

Amarante: PW

Betterave: TP

Coton: CT

Maïs: CN

TABLEAU

Activité herbicide (*) de pré/post-émergence de certains acides phénoxybenzoïques substitués et de leurs dérivés

Composé de l'Exemple	Composé Concentration Kg/Ha	CG	YF	JG	BG	PW	TP	CT	CN	BN
1	4,48	100/100	100/100	60/50	60/70	100/100	80/100	0/100	0/40	30/100
	2,24	100/100	80/100	30/70	20/80	100/100	0/100	90/100	30/20	70/100
	1,12	100/90	80/100	20/60	0/60	100/100	30/90	0/100	0/20	80/100
	0,56	40/50	60/80	30/60	0/40	100/70	0/80	40/20	0/20	30/70
1a (Comparatif)	4,48	20/20	0/20	0/20	0/20	20/0	0/30	100/0	50/0	20/80
2	4,48	70/70	-/-	70/90	60/70	-/-	100/100	0/100	0/70	80/70
2a (Comparatif)	4,48	20/30	0/20	20/30	0/20	-/20	30/90	50/20	0/0	50/70
2b (Comparatif)	4,48	0/30	40/0	50/30	20/20	20/20	0/50	40/20	30/30	80/0
3	4,48	50/80	-/-	30/60	40/60	-/-	95/100	50/100	0/40	50/100
3a (Comparatif)	4,48	0/20	0/20	0/20	0/20	50/50	0/60	100/0	30/0	50/40
4	4,48	90/60	-/-	80/90	50/50	-/-	40/70	80/70	0/50	80/80
4a (Comparatif)	8,96	30/30	0/20	20/30	0/20	30/30	40/0	0/30	0/0	60/0
4b (Comparatif)	4,48	20/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/60	30/50	0/30	0/60
5	4,48	100/95	-/-	90/90	90/90	-/-	80/100	50/80	0/40	50/100
6	4,48	100/80	-/-	80/50	50/70	100/100	40/90	30/100	0/100	100/100
7	8,96	80/60	-/-	50/40	60/50	100/100	20/100	30/90	0/50	100/100
8	8,96	50/60	-/-	20/30	0/20	100/100	0/40	0/40	0/30	100/100
9	8,96	30/30	-/-	0/40	20/20	90/90	20/50	0/70	0/40	100/90
10	4,48	80/70	-/-	40/40	40/30	100/100	20/70	100/40	0/20	100/100
11	4,48	60/70	-/-	30/60	20/50	90/100	0/50	30/70	0/30	80/60
12	8,96	90/90	-/-	90/90	60/90	100/100	0/100	0/100	0/70	0/100
	4,48	100/90	-/-	90/100	60/60	100/100	0/100	30/90	0/70	30/100
	2,24	100/100	100/-	40/60	80/70	-/100	30/100	80/70	0/70	100/100
	1,12	100/100	-/-	40/90	50/80	-/-	30/100	20/80	0/20	50/80
13	8,96	70/90	-/-	30/90	20/80	90/100	0/30	30/70	0/20	100/100
14	4,48	70/80	-/-	20/90	0/40	100/100	70/100	90/90	20/20	0/80
15	8,96	100/100	100/-	50/70	50/-	-/100	70/90	0/90	0/30	50/100
	4,48	90/90	0/-	40/60	0/60	-/-	60/90	100/60	0/40	0/100
	2,24	90/70	-/-	30/40	20/70	-/-	70/60	0/60	0/50	0/100
16	8,96	100/90	100/100	80/100	100/90	100/100	100/100	40/100	80/40	80/100
	4,48	100/100	100/100	100/100	80/80	100/100	70/100	40/90	20/80	80/100

Composé de l'Exemple	Composé Concentration Kg/Ha	CG	YF	JG	BG	PW	TP	CT	CN	BN
	2,24	100/100	100/100	90/100	80/90	100/100	80/100	30/90	0/80	0/90
	0,89	90/60	100/80	70/50	40/50	100/100	40/100	80/60	30/20	50/100
17	8,96	100/40	90/40	70/40	50/30	100/100	0/60	0/80	0/30	0/90
	4,48	100/90	100/100	80/90	50/70	100/100	0/40	0/50	0/30	0/90
	2,24	100/90	100/90	30/90	30/90	100/100	20/30	0/50	0/30	0/90
	1,12	60/50	100/80	90/60	20/30	100/100	0/40	90/30	30/0	80/80
18	8,96	90/80	-/-	60/80	70/40	-/-	90/100	30/80	0/80	0/100
19	11,2	40/30	-/-	90/-	-/-	-/-	0/90	-/60	-/-	-/60
20	11,2	50/20	-/-	90/-	-/-	-/-	20/20	-/30	-/-	-/40
21	3,36	100/-	100/-	100/-	30/-	-/-	50/-	30/-	0/-	0/-
22	1,12	90/-	100/-	100/-	30/-	-/-	30/-	50/-	60/-	0/-
23	11,20	80/-	100/-	100/-	30/-	-/-	80/-	-/-	-/-	-/-
24	11,20	100/-	-/-	30/-	-/-	-/-	100/-	-/-	-/-	-/-
25	8,96	80/60	90/100	50/40	30/60	100/100	100/100	30/50	0/30	30/90
26	8,96	100/80	100/90	40/20	90/60	100/100	90/90	0/50	0/20	70/90
	4,48	100/90	100/100	70/90	80/50	100/100	100/100	0/50	0/20	0/90
	2,24	90/70	100/100	60/60	40/70	100/100	90/90	0/50	0/30	0/90
27	8,96	20/30	80/-	-/-	-/-	-/-	100/100	-/100	-/-	-/100
28	8,96	0/30	-/-	-/-	-/-	-/-	100/100	-/100	-/-	-/100

: Activité herbicide mesurée en % d'efficacité

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'un ester d'acide phénoxy substitué benzoïque herbicide, qui comprend la réaction d'un sel de métal alcalin d'un phénol halo-substitué avec un ester d'acide 5-halo-2-nitrobenzoïque dans un solvant.

2. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le produit est le 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle.

3. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le produit est le 2-nitro-5-(2',4',5'-trichlorophénoxy)benzoate de méthyle.

4. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le produit est le 2-nitro-5-(2',4'-dichlorophénoxy)benzoate de méthyle.

5. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le produit est le 2-nitro-5-(2',4',6'-trichlorophénoxy)benzoate d'éthyle.

6. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le produit est le 2-nitro-5-(2',4'-dibromophénoxy)benzoate de méthyle.

7. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le phénol halo-substitué est un phénol chloro-substitué.

8. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel le phénol halo-substitué est un phénol fluoro-substitué.

9. Composition herbicide comprenant un véhicule et une quantité herbicide d'un composé produit par le procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8.

10. Procédé pour contrôler la croissance des plantes, qui comprend l'application d'une quantité herbicide d'un composé produit suivant le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 8 ou d'une composition suivant la revendication 9.

11. Composition herbicide suivant la revendication 9, dans laquelle le véhicule est de l'eau ou un solvant organique.

Bruxelles, le 27 juillet 1981

P.Pon de MOBIL OIL CORPORATION

P.Pon du Bureau GEVERS, société anonyme.