



MINISTRE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

N° 889.040

Classif. Internat.: C07D/A07N

Mis en lecture le:

01-12-1981

Le Ministre des Affaires Economiques,

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 7 juin 1981 à 15 h 50

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite : FMC CORPORATION,
2000 Market Street, Philadelphia, Pennsylvania 19103
(Etats-Unis d'Amérique),
repr. par l'Office Kirkpatrick-G.C. Plucker à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: 3-Isoxazolidinones et acides hydroxamiques
intermédiaires herbicides,

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 2 juin 1980,
n° 155.353 et le 11 mai 1981, n° 262.715 au nom de J.H.
Chang 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 1 décembre 1981

PAR DÉLÉGATION SPECIALE:

Le Directeur

L. SALPETEUR

MÉMOIRE DESCRIPTIF

DÉPOSÉ A L'APPUI D'UNE DEMANDE

DE

BREVET D'INVENTION

FORMÉE PAR

FMC CORPORATION

p o u r

3-Isoxazolidinones et acides hydroxamiques intermédiaires
herbicides.

Demands de brevets déposées aux Etats-Unis d'Amérique n° 155.353
du 2 juin 1980 et n° 262.775 du 11 mai 1981 en faveur de
J.H. CHANG.

La présente invention décrit de nouveaux herbicides,
de nouvelles compositions herbicides et de nouveaux procédés
pour empêcher la croissance de la végétation indésirable ou
pour détruire celle-ci par application en pré-levée ou en
post-levée des nouvelles et utiles compositions herbicides
à l'endroit désiré. La croissance de nombreuses variétés
herbacées et latifoliées est ainsi efficacement maîtrisée.
Aux doses qui empêchent la croissance de différentes espèces
indésirables, les composés de l'invention manifestent une

CD.MJ.PG.3F

O.L. 4430

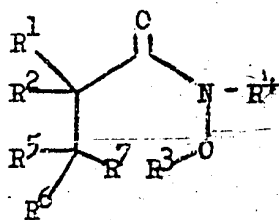
~~collectivité qui est favorable aux légumineuses et spécia-~~
lement au soya, de même qu'aux plantes propagées par voie
végétative, spécialement la pomme de terre. Les composi-
tions herbicides peuvent être appliquées et utilisées
suivant les techniques courantes.

Des oxazoles et isoxazoles portant un, deux ou
trois atomes d'oxygène de fonction carbonyle ont déjà été
décrits dans la littérature. Une activité herbicide a été
détectée chez certains de ces composés, par exemple les
isoxazolin-5-ones formant une classe limitée que décrit
le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.065.463 et les
isoxazolin-3-ones mentionnées dans Derwent Abstract
(41047X/22) de la demande de brevet japonais kokai n° 44.637/1976
(16 avril 1976). Un certain nombre d'isoxazolidine-3-ones
ont été décrites, mais sans qu'une activité herbicide leur
soit attribuée. Des isoxazolidine-3,5-diones sont décrites
dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.007.936 et
un intérêt pharmaceutique est attribué à certaines d'entre
elles. Une activité herbicide est attribuée aux oxazo-
lidine-2,4,5-triones décrites dans le brevet des Etats-Unis
d'Amérique n° 3.264.317.

Aucune référence n'a été relevée à propos des
isoxazolidin-3-ones faisant l'objet de l'invention et
aucune référence suggérant l'activité herbicide remarqua-
ble de ces composés n'a non plus été trouvée.

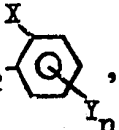
L'invention a pour objet des acides hydroxami-
ques disubstitués herbicides utilisés comme intermédiairei-
res pour la synthèse des nouvelles isoxazolidin-3-ones
faisant l'objet de l'invention. Aucune référence concer-
nant ces 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-propanamides N-
substitués n'a été trouvée et leur activité herbicide
n'avait jusqu'à présent jamais été mentionnée.

à la formule:



où R^1 et R^2 représentent des radicaux alkyle en C_1-C_4 identiques ou différents;

R^3 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle en C_1-C_4 , aralkyle en C_7-C_{14} , pyranyle, t-butyl-diméthyl-silyle ou $-C \equiv O R^8$, où R^8 représente un radical alkyle, aryle, amino, amino alkyl- ou aryl-substitué, alkoxy, phénoxy, alkylthio, arylthio, alkyle halogéno-substitué, tout radical aryle pouvant être halogéno-, méthyl-, méthoxy-, nitro-, amino- ou trifluorométhyl - substitué;

R^4 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle, phényle ou $-CH_2-$ , où X représente un atome d'hydrogène

ou d'halogène ou un radical alkyle en C_1-C_4 ou phényle et Y représente un atome d'halogène ou un radical trifluorométhyle, alkyle en C_1-C_4 , nitro, méthoxy ou méthylène-dioxy et n représente 0, 1, ou 2;

R^5 représente un atome d'hydrogène ou d'halogène ou un radical alkyle, aryle, alkoxy, aryloxy, alkylthio, arylthio, amino, amino alkyl-substitué, hydroxyle ou dérivé d'hydroxyle (notamment, mais non limitativement, acétate, benzoate, tosylate ou carbamate), ou bien forme un cycle avec R^1 ;

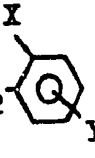
R^6 représente un atome d'hydrogène ou d'halogène ou un radical alkyle, aryle, alkoxy, aryloxy, alkylthio, arylthio, amino, amino alkyl-substitué, hydroxyle ou déri-

véritable hydroxyle (notamment, mais non limitativement, acétate, benzoate, tosylate ou carbamate);

R^7 représente un atome d'hydrogène ou d'halogène; et

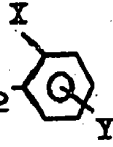
R^3 et R^7 peuvent comprendre une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle.

Les composés préférés de l'invention sont ceux dans la formule desquels R^1 et R^2 représentent des radicaux

méthyle et éthyle; R^4 représente un radical $-CH_2-$  ;

R^5 et R^6 représentent des atomes d'hydrogène, de chlore ou de brome ou radicaux méthoxy.

Des composés particulièrement préférés de l'invention dans la formule desquels R^4 représente un

radical $-CH_2-$  sont ceux dans la formule desquels X

représente un radical 2-chloro, 2-bromo ou 2-fluoro et Y représente un radical 4-chloro, 4-bromo, 4-fluoro, 5-fluoro ou 4,5-méthylènedioxy et n représente 0 ou 1.

Des composés spécialement préférés de l'invention sont ceux dans la formule desquels R^1 et R^2 représentent des radicaux méthyle et R^3 et R^7 représentent des atomes d'hydrogène ou comprennent une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle.

La préparation des composés de l'invention et des intermédiaires permettant leur synthèse est décrite dans les exemples ci-après, dans lesquels toutes les températures sont données en degrés Celsius et les pressions réduites sont exprimées en Pascals, tandis que les pressions qui ne sont pas ainsi précisées sont celles qui peuvent être normalement atteintes avec une trompe à eau.

3-Chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthyl-
propanamide

Stade A-1

Synthèse de la 2-chlorobenzaldoxime

On refroidit à 20° une solution agitée de 250 g (1,78 mole) de 2-chlorobenzaldéhyde dans 1235 ml d'éthanol et on y ajoute en une fois 146 g (2,1 moles) de chlorhydrate d'hydroxylamine. L'addition provoque l'élévation de la température du mélange de réaction jusqu'à 30°. Après l'addition du chlorhydrate d'hydroxylamine, on ajoute goutte à goutte une solution de 106,8 g (2,67 moles) d'hydroxyde de sodium dans 320 ml d'eau. L'addition de la solution d'hydroxyde de sodium exige une durée de 30 minutes au cours de laquelle la température du mélange de réaction s'élève jusqu'à 45°. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction pendant 90 minutes, puis on le verse dans 5500 ml d'eau. On agite le mélange pendant 1 heure, puis on le filtre pour recueillir un solide blanc, P.F. 72-73°.

On sèche le solide à l'étuve à vide pour obtenir 178,3 g de 2-chlorobenzaldoxime. Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade A-2

Synthèse de la N-(2-chlorophénylméthyl)-hydroxylamine

On refroidit à 20° une solution agitée de 77,8 g (0,50 mole) de 2-chlorobenzaldoxime et d'une trace de méthylorange dans 700 ml de méthanol. On ajoute goutte à goutte simultanément en 90 minutes une solution de 39 g (0,62 mole) de cyanoborohydrure de sodium dans 350 ml de méthanol et 500 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N.

Pendant l'addition, on veille à maintenir le mélange de réaction acide et à une température de 20°. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à 20° pendant 30 minutes au cours desquelles on le maintient acide par addition de petites quantités d'acide chlorhydrique méthanolique 2N (la quantité totale ajoutée est d'environ 10 ml). Ensuite, on laisse le mélange de réaction se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 90 minutes. On chasse le méthanol du mélange de réaction sous pression réduite pour obtenir un résidu solide. On dissout le solide dans 1400 ml d'eau et on alcalinise la solution avec 100 ml d'hydroxyde de potassium aqueux 6N. On recueille par filtration le solide précipité qu'on lave avec 250 ml d'eau. On obtient ainsi 66,0 g de solide séché, P.F. 70,5-72,5°.

On extrait le filtrat aqueux deux fois avec 250 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise. On combine les extraits et on les sèche sur du sulfate de magnésium, puis on les filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir 9,8 g d'un solide, P.F. 70-72°. On combine les solides et on les recristallise dans un mélange hexane:acétate d'éthyle (10:1) en utilisant du charbon décolorant pour obtenir 64,5 g de N-(2-chlorophénylméthyl)hydroxylamine, P.F. 71-73°.

Stade B

Synthèse du chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle

En atmosphère d'argon, on chauffe au reflux pendant 4 heures une solution agitée de 30,0 g (0,22 mole) d'acide 3-chloro-2,2-diméthylpropionique dans 100 ml de chlorure de thionyle. Ensuite, on laisse le mélange de réaction refroidir jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 16 heures. On chasse l'excès

de chlorure de thionyle par distillation sous pression réduite pour obtenir
l'huile résiduelle sous pression réduite pour obtenir
31,1 g de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle,
P.Eb. 88-89°/8 kPa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire
et le spectre infrarouge sont compatibles avec la struc-
ture attribuée.

Stade C

Synthèse du 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-
2,2-diméthylpropanamide

On refroidit à -10° en atmosphère d'argon une
solution agitée de 10,2 g (0,065 mole) de N-(2-chlorophé-
nylméthyl)hydroxylamine et de 6,1 g (0,077 mole) de pyri-
dine dans 80 ml de chlorure de méthylène. On ajoute goutte
à goutte une solution de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure
de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle dans 20 ml de chlorure
de méthylène à la solution d'hydroxylamine en 20 minutes.
Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction
se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle
on l'agite pendant 16 heures. On dilue le mélange de
réaction avec 100 ml de chlorure de méthylène, puis on
le lave avec 100 ml d'eau, 100 ml d'acide chlorhydrique
aqueux à 10% et enfin 100 ml d'eau. On sèche la couche
organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre.
On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir
un résidu huileux. On reprend l'huile dans 25 ml d'hexane
et on refroidit la solution au bain d'eau et de glace.
On recueille par filtration le solide précipité résultant
qu'on recristallise dans un mélange d'hexane et d'acétate
d'éthyle pour obtenir 3,7 g de 3-chloro-N-(2-chlorophényl)-
méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 106-110°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et
CD.MJ.

le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{15}Cl_2NO_2$

calculé C, 52,19; H, 5,47; N, 5,07%

trouvé C, 51,90; H, 5,18; N, 5,07%

EXEMPLE 2 -

N-(2-Chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé en opérant comme dans l'exemple 1, stade C au moyen de 6,0 g (0,05 mole) de chlorure de triméthylacétyle, de 9,5 g (0,06 mole) de N-(2-chlorophénylméthyl)hydroxylamine (préparée dans l'exemple 1, stade A) et de 14,2 g (0,18 mole) de pyridine dans 60 ml de chlorure de méthylène. On recristallise le produit brut dans l'hexane pour obtenir 3,5 g de N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 100-102°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{16}ClNO_2$

calculé C, 59,62; H, 6,67; N, 5,79%

trouvé C, 59,78; H, 6,38; N, 5,87%

EXEMPLE 3 -

3-Chloro-N-hydroxy-N-phényl-2,2-diméthylpropanamide

Stade A

Synthèse de la N-phénylhydroxylamine

On ajoute rapidement 77,5 g de poudre de zinc à une solution vivement agitée de 61,5 g (0,50 mole) de nitrobenzène et de 31,0 g (0,58 mole) de chlorure d'ammonium dans 1000 ml d'eau. La réaction exothermique résultante porte la température du mélange de réaction à 65°. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction

CD.MJ. PG.4

- 8 -

O.L. 4430

pendant 20 minutes, puis on le filtre. On lave le gâteau de filtration avec 125 ml d'eau chaude. On sature le filtrat avec du chlorure de sodium solide et on le refroidit à 0° dans un bain de glace/eau-sel. On recueille par filtration un précipité solide qu'on lave à l'hexane pour séparer le nitrobenzène qui n'a pas réagi. On disperse le solide dans de l'éther diéthylique pour séparer le produit du chlorure de sodium. On sèche le mélange sur du sulfate de magnésium et on le filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir 32,3 g de N-phénylhydroxylamine.

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-hydroxy-N-phényl-2,2-diméthylpropanamide

En atmosphère d'argon, on refroidit à -70° une solution agitée de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B) dans 70 ml de chlorure de méthylène et on y ajoute goutte à goutte 6,1 g (0,075 mole) de pyridine. On ajoute alors goutte à goutte en 20 minutes une solution de 7,0 g (0,065 mole) de N-phénylhydroxylamine dans 30 ml de chlorure de méthylène. Pendant l'addition, la température du mélange de réaction s'élève jusqu'à -55°. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à une température de -70 à -55° pendant 30 minutes, puis on le laisse se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant encore 2 heures. On dilue le mélange de réaction avec 100 ml de chlorure de méthylène et on le lave avec 100 ml d'eau, 100 ml d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 10% et finalement 100 ml d'eau. On sèche la couche organique par contact avec du sulfate de magnésium pendant 16 heures. On filtre le mélange devenu

CD.MJ.

roncé et on concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu noir. On disperse le résidu dans 15 ml d'hexane et on collecte les insolubles par filtration. On recristallise les insolubles dans un mélange hexane/acétate d'éthyle pour obtenir 3,7 g de 3-chloro-N-hydroxy-N-phényl-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 120-121°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{11}H_{14}ClNO_2$

calculé C, 58,02; H, 6,20; N, 6,15%

trouvé C, 58,30; H, 5,99; N, 6,19%

EXEMPLE 4 -

N-(2-Bromophényl)méthyl-3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

Stade A-1

Synthèse de la 2-bromobenzaldoxime

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-1 au moyen de 25,0 g (0,135 mole) de 2-bromobenzaldéhyde, de 18,8 g (0,270 mole) de chlorhydrate d'hydroxylamine et de 8,1 g (0,20 mole) d'hydroxyde de sodium dans 150 ml d'éthanol et 50 ml d'eau. On obtient 26,3 g de 2-bromobenzaldoxime, P.F. 123-124°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade A-2

Synthèse de la N-(2-bromophénylméthyl)-hydroxylamine

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-2 au moyen de 20,0 g (0,10 mole) de 2-bromobenzaldoxime, de 7,8 g (0,124 mole) de cyanoborohydrure de sodium, de 20 gouttes de méthylorange comme indicateur,

CD.MJ.PG.3

- 10 -

O.L. 4430

de 112 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N et de 170 ml de méthanol. On obtient 17,7 g de N-(2-bromophénylméthyl)hydroxylamine, P.F. 67-68°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

On sublime un petit échantillon du produit (P.F. 72-73°) à des fins analytiques.

Analyse pour C_7H_8BrNO

calculé C, 41,61; H, 3,99; N, 6,93%

trouvé C, 41,50; H, 3,93; N, 6,97%

Stade B

Synthèse du N-(2-bromophényl)méthyl-3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

En atmosphère d'argon, on refroidit à -10° une solution agitée de 8,3 g (0,044 mole) de N-(2-bromophénylméthyl)hydroxylamine et de 12,0 g (0,152 mole) de pyridine dans 200 ml de chlorure de méthylène. On adapte une membrane sur l'embouchure du récipient de réaction et on introduit dans celui-ci peu à peu, à l'aide d'une seringue hypodermique, 5,2 g (0,048 mole) de triméthylchlorosilane. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à -10° pendant 30 minutes, puis on le laisse se réchauffer jusqu'à 0°. A cette température, on ajoute goutte à goutte en 20 minutes une solution de 6,7 g (0,044 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B) dans 5 ml de chlorure de méthylène. Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 18 heures. On verse le mélange de réaction dans une ampoule à décantation et on le dilue avec 50 ml de chlorure de méthylène. On lave le

CD.MJ.

000040

mélange avec 50 ml d'eau, 50 ml d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium, deux fois 100 ml d'une solution formée d'un mélange 1:1 d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium et d'une solution d'acide chlorhydrique à 10% et enfin 50 ml d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu semi-solide. On disperse le semi-solide dans 15 ml d'hexane. On recueille les insolubles par filtration et on les recristallise deux fois dans un mélange hexane/acétate d'éthyle pour obtenir 5,7 g de N-(2-bromophényl)méthyl-3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 119-121°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{15}BrClNO_2$

calculé C, 44,95; H, 4,71; N, 4,37%

trouvé C, 44,71; H, 4,44; N, 4,18%

EXEMPLE 5 -

3-Chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(2-méthylphényl)méthylpropanamide

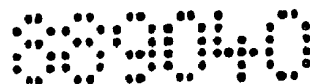
Stade A-1

Synthèse de la 2-méthylbenzaldoxime

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-1 au moyen de 50,0 g (0,416 mole) de 2-méthylbenzaldéhyde, de 57,8 g (0,832 mole) de chlorhydrate d'hydroxylamine et de 25,0 g (0,624 mole) d'hydroxyde de sodium dans 231 ml d'éthanol et 155 ml d'eau. On obtient 48,0 g de 2-méthylbenzaldoxime.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire

CD.MJ.



est compatible avec la structure attribuée.

Stade A-2

Synthèse de la N-(2-méthylphénylméthyl)-hydroxylamine

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-2 au moyen de 48,0 g (0,355 mole) de 2-méthylbenzaldoxime, de 29,0 g (0,462 mole) de cyanoborohydrure de sodium, d'une trace de méthylorange comme indicateur, de 396 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N et de 750 ml de méthanol. On obtient 20,2 g de N-(2-méthylphénylméthyl)hydroxylamine, P.F. 66-68,5°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_8H_{11}NO$

calculé C, 70,04; H, 8,08; N, 10,21%

trouvé C, 70,21; H, 8,27; N, 10,27%

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(2-méthylphényl)méthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 8,8 g (0,065 mole) de N-(2-méthylphénylméthyl)hydroxylamine, de 7,7 g (0,071 mole) de triméthylchlorosilane et de 17,8 g (0,226 mole) de pyridine dans 205 ml de chlorure de méthylène. On obtient 8,5 g de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-[(2-méthylphényl)méthyl]propanamide, P.F. 112-113°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

009040

Analyse pour $C_{13}H_{18}ClNO_2$

calculé C, 61,05; H, 7,09; N, 5,48%

trouvé C, 61,06; H, 7,00; N, 5,58%

EXEMPLE 6 -

3-Chloro-N-hydroxy-2,2-N-triméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 12,0 g (0,077 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 6,5 g (0,077 mole) de chlorhydrate de N-méthylhydroxylamine, de 8,8 g (0,081 mole) de triméthylchlorosilane et de 27,5 g (0,348 mole) de pyridine dans 130 ml de chlorure de méthylène. On obtient 5,3 g de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-N-triméthylpropanamide, P.F. 54-57°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_6H_{12}ClNO_2$

calculé C, 43,41; H, 7,31; N, 8,46%

trouvé C, 43,48; H, 7,10; N, 8,40%

EXEMPLE 7 -

3-Chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(phénylméthyl)propanamide

Stade A-1

Synthèse de la benzaldoxime

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-1 au moyen de 50,0 g (0,471 mole) de benzaldéhyde, de 65,5 g (0,942 mole) de chlorhydrate d'hydroxylamine et de 27,9 g (0,698 mole) d'hydroxyde de sodium dans 400 ml d'éthanol et 110 ml d'eau. On obtient 56,9 g de benzaldoxime sous la forme d'une huile.

Stade A-2

Synthèse de la N-phénylméthylhydroxylamine

CD.MJ.

00000

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-2 au moyen de 56,9 g (0,470 mole) de benzaldoxime, de 36,5 g (0,582 mole) de cyanoborohydrure de sodium, de 90 gouttes de bromure de 1-éthyl-2-[3-(1-éthylnaphto[1,2d]-thiazolin-2-ylidène)-2-méthylpropényl]naphto[1,2d]-thiazolium (indicateur de pH de marque déposée Stainsall), de 277 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N et de 800 ml de méthanol. On obtient 20,0 g de N-phénylméthylhydroxylamine, P.F. 54-56, 5°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(phénylméthyl)propanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 8,0 g (0,065 mole) de N-phénylméthylhydroxylamine, de 7,8 g (0,072 mole) de triméthylchlorosilane et de 17,6 g (0,223 mole) de pyridine dans 200 ml de chlorure de méthylène. On obtient 6,1 g de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(phénylméthyl)propanamide, P.F. 90-92°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}ClNO_2$

calculé C, 59,62; H, 6,67; N, 5,80%

trouvé C, 58,63; H, 5,93; N, 5,56%

EXEMPLE 8 -

3-Chloro-N-(2,4-dichlorophényl)-méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

CD.MJ.PG.3

- 15 -

O.L. 4430

Stade A-1

Synthèse de la 2,4-dichlorobenzaldoxime

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-1 au moyen de 50,0 g (0,286 mole) de 2,4-dichlorobenzaldéhyde, de 39,7 g (0,572 mole) de chlorhydrate d'hydroxylamine et de 23,0 g (0,572 mole) d'hydroxyde de sodium dans 245 ml d'éthanol et 85 ml d'eau. On obtient 51,3 g de 2,4-dichlorobenzaldoxime sous la forme d'un solide.

Stade A-2

Synthèse de la N-(2,4-dichlorophénylméthyl)hydroxylamine

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-2 au moyen de 51,3 g (0,271 mole) de 2,4-dichlorobenzaldoxime, de 21,1 g (0,336 mole) de cyanoborohydrure de sodium, de 1 ml de bromure de 1-éthyl-2-[3-(1-éthyl-naphto-[1,2d]-thiazolin-2-ylidène)-2-méthylpropényl]naphto-[1,2d]thiazolium, de 157 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N et de 885 ml de méthanol. On obtient 33,7 g de N-(2,4-dichlorophénylméthyl)hydroxylamine sous la forme d'un solide.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire est compatible avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-(2,4-dichlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 18,9 g (0,072 mole) de N-(2,4-dichlorophénylméthyl)hydroxylamine, de 11,9 g (0,107 mole) de triméthylchlorosilane et de 27,2 g (0,344 mole) de pyridine dans 200 ml de chlorure de méthylène. On obtient 6,9 g

de 3-chloro-N-(2,4-dichlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 103-105,5°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}Cl_3NO_2$

calculé C, 46,39; H, 4,54; N, 4,51%

trouvé C, 45,81; H, 4,08; N, 4,40%

EXEMPLE 9 -

3-Chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-méthoxy-2,2-diméthylpropanamide

Stade A-1

Synthèse de la N-méthoxy-(2-chlorophényl)méthanimine

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-1 au moyen de 25,0 g (0,178 mole) de 2-chlorobenzaldéhyde, de 16,4 g (0,196 mole) de chlorhydrate de méthoxyamine et de 7,8 g (0,196 mole) d'hydroxyde de sodium dans 300 ml d'éthanol. On obtient 30,8 g de N-méthoxy(2-chlorophényl)méthanimine sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour C_8H_8ClNO :

calculé C, 56,64; H, 4,76; N, 8,26%

trouvé C, 56,60; H, 4,84; N, 8,22%

Stade A-2

Synthèse de la N-méthoxy-2-chlorophénylméthylamine

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade A-2 au moyen de 15 g (0,088 mole) de N-méthoxy-(2-chlorophényl)méthanimine, de 6,8 g (0,109 mole) de cyanoborohydrure de sodium, de 2 ml de bromure de 1-éthyl-2-

CD.MJ.

[3-(1-éthylnaphto[1,2d]thiazolin-2-ylidène)-2-méthylpropényl]naphto[1,2d]thiazolium, de 51 ml d'acide chlorhydrique méthanolique 2N et de 150 ml de méthanol. On obtient 6,8 g de N-méthoxy-2-chlorophénylméthylamine, P.Eb. 70-72° sous 0,2 kPa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-(2-chlorophényl)-méthyl-N-méthoxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade C au moyen de 6,2 g (0,040 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 6,8 g (0,04 mole) de N-méthoxy-2-chlorophénylméthylamine et de 6,3 g (0,08 mole) de pyridine dans 50 ml de chlorure de méthylène. On obtient 10,3 g de 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-méthoxy-2,2-diméthylpropanamide, P.Eb. 122-127°/6,7 Pa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{13}H_{17}Cl_2NO_2$

calculé C, 53,81; H, 5,90; N, 4,83%

trouvé C, 54,09; H, 6,10; N, 4,97%

EXEMPLE 10 -

3,3-Dichloro-N-(2-chlorophényl)-méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

Stade A

Synthèse du chlorure de 3,3-dichloro-2,2-diméthylpropionyle

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1, stade B au moyen de 25,0 g (0,146 mole) d'acide 3,3-dichloro-CD.MJ.

ro-2,2-diméthylpropionique et de 100 ml de chlorure de thionyle. On obtient 23,4 g de chlorure de 3,3-dichloro-2,2-diméthylpropionyle, P.Eb. 64-66°/1,6 kPa.

Le spectre infrarouge est compatible avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse du 3,3-dichloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 10,0 g (0,053 mole) de chlorure de 3,3-dichloro-2,2-diméthylpropionyle, de 8,3 g (0,053 mole) de N-(2-chlorophénylméthyl)hydroxylamine, de 6,3 g (0,058 mole) de triméthylchlorosilane et de 14,6 g (0,185 mole) de pyridine dans 205 ml de chlorure de méthylène. On obtient 9,5 g de 3,3-dichloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 136-138°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}Cl_3NO_2$

calculé C, 46,40; H, 4,54; N, 4,51%

trouvé C, 46,21; H, 4,68; N, 4,55%

EXEMPLE 11 -

3-Chloro-N-(2-fluorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 10,0 g (0,065 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (préparé comme dans l'exemple 1, stade B), de 9,1 g (0,0645 mole) de N-(2-fluorophénylméthyl)hydroxylamine (acquise dans le commerce), de 7,7 g (0,071 mole) de triméthylchlorosilane et de 17,8 g CD.MJ.



(0,226 mole) de pyridine dans 200 ml de chlorure de méthylène. On obtient 8,0 g de 3-chloro-N-(2-fluorophényl)-méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 110-112°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{15}ClFNO_2$

calculé C, 55,50; H, 5,82; N, 5,39%

trouvé C, 55,51; H, 5,86; N, 5,42%

EXEMPLE 12 -

3-Bromo-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

Stade A

Synthèse de l'acide 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionique

On ajoute 10,0 g (0,073 mole) d'acide 3-chloro-2,2-diméthylpropionique à une solution agitée de 8,8 g (0,219 mole) d'hydroxyde de sodium dans 50 ml d'eau.

On chauffe la solution résultante au reflux pendant 2 heures. On refroidit le mélange de réaction jusqu'à la température ambiante et on l'acidifie à l'acide chlorhydrique concentré. On sature le mélange au moyen de chlorure de sodium solide, puis on l'extrait trois fois avec 50 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise, puis trois fois avec 50 ml d'éther diéthylique à chaque reprise. On combine les extraits et on les sèche sur du sulfate de sodium, puis on les filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir 5,9 g d'acide 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionique, P.F. 123-124°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

000040

Analyse pour $C_5H_{10}O_3$

calculé C, 50,84; H, 8,53%

trouvé C, 50,40; H, 8,26%

Stade B

Synthèse de l'acide 3-bromo-2,2-diméthylpropionique

On chauffe au reflux pendant 24 heures une solution agitée de 4,5 g (0,038 mole) d'acide 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionique dans 45,0 g d'acide bromhydrique aqueux à 48%. On refroidit le mélange de réaction jusqu'à la température ambiante et on le dilue avec 100 ml d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium. On extrait le mélange quatre fois avec 50 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise et quatre fois avec 50 ml d'éther diéthylique à chaque reprise. On combine les extraits et on les lave deux fois avec 50 ml d'eau distillée à chaque reprise, puis on les sèche sur du sulfate de sodium. On filtre le mélange et on concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un solide résiduel. On recristallise le solide deux fois dans du pentane froid pour obtenir 4,0 g d'acide 3-bromo-2,2-diméthylpropionique, P.F. 46-48°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_5H_9BrO_2$

calculé C, 33,17; H, 5,01%

trouvé C, 34,68; H, 4,93%

Stade C

Synthèse du chlorure de 3-bromo-2,2-diméthylpropionyle

On prépare ce composé comme dans l'exemple 1,

stade B.

Stade D

Synthèse du 3-bromo-N-(2-chlorophényl)-méthyl-N-hydroxy-2,2-

CD.MJ.

diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B. On obtient un solide, P.F. 102-105°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{15}BrClNO_2$

calculé C, 44,95; H, 4,72; N, 4,37%

trouvé C, 45,64; H, 4,76; N, 4,46%

EXEMPLE 13 -

N-Benzoyloxy-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide

On amène en atmosphère d'argon et on refroidit à 0° une solution agitée de 2,0 g (0,007 mole) de 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 1) dans 25 ml de chlorure de méthylène. On ajoute à cette solution 0,98 g (0,007 mole) de chlorure de benzoyle dans 5 ml de chlorure de méthylène, puis 0,63 g (0,008 mole) de pyridine. Au terme de l'addition, on chauffe le mélange de réaction pendant 16 heures au reflux. On dilue le mélange de réaction au chlorure de méthylène et on le lave avec 100 ml d'eau, 100 ml d'acide chlorhydrique aqueux à 10% et enfin 100 ml d'une solution aqueuse saturée de bicarbonate de sodium. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir une huile résiduelle. On chromatographie l'huile sur une colonne de gel de silice. On concentre la fraction appropriée sous pression réduite pour obtenir 4,1 g de solide. On recristallise ce solide dans un mélange acétate d'éthyle/cyclohexane. On recueille par filtration un précipité, P.F. 117-120°. Le spectre de CD.MJ.

000040

résonance magnétique nucléaire indique que le précipité est formé par de l'acide benzoïque. On concentre la liqueur mère sous pression réduite et on dissout le résidu dans 60 ml de chlorure de méthylène. On lave la solution cinq fois avec, à chaque reprise, 20 ml d'une solution aqueuse saturée de bicarbonate de sodium. On sèche la couche organique sur du sulfate de sodium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir une huile résiduelle. On chasse les constituants volatils de l'huile sous pression réduite dans un appareil à distiller à trajet court. On obtient comme résidu 1,0 g de N-benzoyloxy-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{19}H_{19}NCl_2O_3$.

calculé C, 60,01; H, 5,04; N, 3,68%

trouvé C, 60,01; H, 4,76; N, 3,92%

EXEMPLE 14 -

N-Acétoxy-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 13 au moyen de 0,86 g (0,011 mole) de chlorure d'acétyle. On obtient un liquide, P.Eb. 70-74° / 7 Pa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{14}H_{17}Cl_2NO_3$

calculé C, 52,85; H, 5,38; N, 4,40%

trouvé C, 52,99; H, 5,31; N, 4,20%

SECRET

EXEMPLE 15 -

N-(Chloroacétoxy)-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 13 au moyen de 4,0 g (0,014 mole) de 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 1), de 1,6 g (0,014 mole) de chlorure de chloroacétyle et de 1,2 g (0,015 mole) de pyridine dans 50 ml de toluène. Le produit est un liquide dont le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{14}H_{16}NCl_3O_3$

calculé C, 47,68; H, 4,57; N, 3,97%

trouvé C, 47,85; H, 4,30; N, 3,86%

EXEMPLE 16 -

2-(2-Chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte une solution de 1,5 g (0,023 mole) d'hydroxyde de potassium (d'un titre de 85%) dans 25 ml de méthanol à une solution agitée de 6,3 g (0,023 mole) de 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 1) dans 45 ml de méthanol. On effectue cette addition en une durée de 15 minutes au cours de laquelle la température du mélange de réaction s'élève de 24 jusqu'à 32°. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction pendant 18 heures à la température ambiante. On filtre le mélange de réaction pour en séparer le chlorure de potassium qui est un sous-produit. On verse le filtrat dans 500 ml d'eau glacée. On extrait le mélange deux fois avec 250 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise. On sèche les extraits combinés sur du sulfate de magnésium et on les filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir CD.MJ.

- 24 -

5,2 g de 2-(2-chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}ClNO_2$

calculé C, 60,13; H, 5,89; N, 5,84%

trouvé C, 60,01; H, 5,60; N, 6,09%

EXEMPLE 17 -

4,4-Diméthyl-2-phényl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 2,5 g (0,011 mole) de 3-chloro-N-hydroxy-N-phényl-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 3) et de 0,62 g (0,011 mole) d'hydroxyde de potassium dans 40 ml de méthanol. On obtient 1,2 g de 4,4-diméthyl-2-phényl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{11}H_{13}NO_2$

calculé C, 69,09; H, 6,85; N, 7,33%

trouvé C, 68,80; H, 6,72; N, 7,26%

EXEMPLE 18 -

2-(2-Bromophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 3,7 g (0,012 mole) de N-(2-bromophényl)-méthyl-3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 4) et de 0,75 g (0,012 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 40 ml de méthanol. On obtient 3,0 g de 2-(2-bromophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire

et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}BrNO_2$

calculé C, 50,72; H, 4,97; N, 4,93%

trouvé C, 51,01; H, 4,68; N, 5,16%

EXEMPLE 19 -

4,4-Diméthyl-2-(2-méthylphényl)méthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 5,1 g (0,020 mole) de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(2-méthylphényl)méthylpropanamide (préparé dans l'exemple 5) et de 1,3 g (0,020 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 60 ml de méthanol. On obtient 3,9 g de 4,4-diméthyl-2-(2-méthylphényl)méthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{13}H_{17}NO_2$

calculé C, 71,20; H, 7,82; N, 6,39%

trouvé C, 71,10; H, 7,55; N, 6,31%

EXEMPLE 20 -

2,4,4-Triméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 3,0 g (0,018 mole) de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-N-triméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 6) et de 1,2 g (0,018 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 60 ml de méthanol. On obtient 2,2 g de 2,4,4-triméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_8H_{11}NO_2$

calculé C, 55,79; H, 8,59; N, 10,85%

trouvé C, 54,70; H, 8,28; N, 10,87%

EXEMPLE 21 -

4,4-Diméthyl-2-phénylméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 3,0 g (0,013 mole) de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthyl-N-(phénylméthyl)propanamide (préparé dans l'exemple 7) et de 0,8 g (0,013 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 60 ml de méthanol. On obtient 1,7 g de 4,4-diméthyl-2-phénylméthyl-3-isoxazolidinone, P.Eb. 64° sous 7 Pa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{15}NO_2$

calculé C, 70,22; H, 7,34; N, 6,83%

trouvé C, 70,38; H, 7,60; N, 7,05%

EXEMPLE 22 -

2-(2,4-Dichlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 4,0 g (0,013 mole) de 3-chloro-N-(2,4-dichlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 8) et de 0,86 g (0,013 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 80 ml de méthanol. On obtient 2,4 g de 2-(2,4-dichlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{13}Cl_2NO_2$

calculé C, 52,55; H, 4,78; N, 5,14%

CD.MJ.

- 27 -

88940

trouvé C, 52,56; H, 4,80; N, 5,01%

EXEMPLE 23 -

- (A) 5-Chloro-2-(2-chlorophényl)méthyl-
4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone et
(B) 2-(2-chlorophényl)méthyl-5-méthoxy-
4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ces composés comme dans l'exemple 16 au moyen de 7,7 g (0,025 mole) de 3,3-dichloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 10) et de 1,6 g (0,025 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 70 ml de méthanol. L'analyse par chromatographie en couche mince de ce mélange de réaction sur du gel de silice qu'on élue avec 20% d'acétate d'éthyle dans l'hexane indique que le mélange de réaction comprend deux constituants. On soumet le mélange de réaction brut à la chromatographie sur une colonne de gel de silice au moyen de 15% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les premières fractions chromatographiques pour obtenir 1,7 g de 5-chloro-2-(2-chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{13}Cl_2NO_2$

calculé C, 52,57; H, 4,78; N, 5,11%

trouvé C, 52,39; H, 4,56; N, 5,20%

On combine les dernières fractions chromatographiques pour obtenir 1,2 g de 2-(2-chlorophényl)méthyl-5-méthoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire

009040

et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{13}H_{16}ClNO_3$

calculé C, 57,89; H, 5,98; N, 5,19%

trouvé C, 57,64; H, 6,13; N, 5,04%

EXEMPLE 24 -

2-(2-Fluorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 16 au moyen de 5,0 g (0,019 mole) de 3-chloro-N-(2-fluorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (préparé dans l'exemple 11) et de 1,3 g (0,019 mole) d'hydroxyde de potassium à titre de 85% dans 65 ml de méthanol. On obtient 3,9 g de 2-(2-fluorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}FNO_2$

calculé C, 64,56; H, 6,32; N, 6,27%

trouvé C, 64,41; H, 6,17; N, 6,37%

EXEMPLE 25 -

N-[(2-Chlorophényl)méthyl]-N,3-dihydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On ajoute goutte à goutte une solution de 5,2 g (0,025 mole) de dicyclohexylcarbodiimide dans 25 ml de chloroforme à une solution agitée de 3,0 g (0,025 mole) d'acide 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionique (exemple 12, stade A) et de 3,9 g (0,025 mole) de N-(2-chlorophényl)-méthylhydroxylamine (exemple 1, stade A-2) dans 65 ml d'éthanol. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à la température ambiante pendant 60 heures. On concentre le mélange de réaction sous pression réduite

000040

pour obtenir un solide résiduel. On recristallise le solide dans l'éthanol, puis dans un mélange éthanol-eau pour obtenir un solide, P.F. 229-230°. On combine les filtrats des cristallisations et on les concentre sous vide poussé pour obtenir une huile résiduelle. On soumet celle-ci à la chromatographie sur colonne. On exécute l'élution avec un mélange 4:1 de cyclohexane et d'acétate d'éthyle. On concentre les fractions convenables sous pression réduite pour obtenir un solide. On recristallise le solide dans un mélange acétate d'éthyle-hexane pour obtenir 0,51 g de N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-3-dihydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 130-132°. On recristallise le solide une deuxième fois dans un mélange acétate d'éthyle-cyclohexane pour porter le point de fusion à 131-132°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire est compatible avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{16}ClNO_3$

calculé C, 55,93; H, 6,26; N, 5,43%

trouvé C, 58,84; H, 6,90; N, 6,68%

EXEMPLE 26 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-(méthylaminocarbonyloxy)-propanamide

On prépare en atmosphère d'argon une solution de 4,5 g (0,016 mole) de 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (exemple 1) et de 1,3 g (0,016 mole) de pyridine dans 5 ml de tétrahydrofurane anhydre. On ajoute goutte à goutte 4,6 g (0,082 mole) d'isocyanate de méthyle à cette solution agitée. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction pendant 60 heures à la température ambiante. On dilue le mélange de réaction avec 100 ml d'éther diéthylique et on le lave trois fois avec 50 ml d'eau à chaque reprise, puis deux CD.MJ.

00000

fois, à chaque reprise, avec 50 ml d'une solution aqueuse saturée de bicarbonate de sodium. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu solide. On recristallise le solide dans un mélange d'hexane et d'acétate d'éthyle pour obtenir 3,5 g de 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-(méthylaminocarbonyloxy)propanamide, P.F. 91-93°

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{14}H_{18}Cl_2N_2O_3$

calculé C, 50,46; H, 5,44; N, 8,41%

trouvé C, 50,70; H, 5,40; N, 8,36%

EXEMPLE 27 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(2-tétrahydropyranyloxy)-2,2-diméthylpropanamide

On agite à la température ambiante une suspension de 6,0 g (0,022 mole) de 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide (exemple 1) et d'une quantité catalytique d'acide p-toluènesulfonique dans 30 ml de chlorure de méthylène tandis qu'on y ajoute goutte à goutte en 5 minutes une solution de 3,7 g (0,043 mole) de dihydropyranne dans 5 ml de chlorure de méthylène. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction pendant 2 heures à la température ambiante. L'analyse par chromatographie gazeuse du mélange de réaction indique la présence de propanamide qui n'a pas réagi et on ajoute un supplément d'acide p-toluènesulfonique, puis on agite le mélange de réaction pendant encore 18 heures. Une seconde analyse par chromatographie gazeuse du mélange de réaction indique que celui-ci contient encore du propanamide.

mide qui n'a pas réagi. On dilue le mélange avec 100 ml de chlorure de méthylène, puis on le lave trois fois avec 100 ml d'eau à chaque reprise. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On reprend un échantillon de l'huile dans de l'hexane chaud et on laisse la solution refroidir. La solution dépose une huile noire. On sépare l'hexane par décantation de l'huile noire. La solution dépose une nouvelle quantité d'huile et on sépare à nouveau l'hexane par décantation. On refroidit l'hexane et on recueille par filtration une petite quantité d'un précipité solide blanc. Ce solide est du propanamide qui n'a pas réagi. On concentre le filtrat contenant l'hexane pour obtenir comme résidu une huile visqueuse. On dissout le reste de l'huile provenant du mélange de réaction initial dans du chlorure de méthylène, puis on disperse la solution dans 12 g de gel de silice. On dépose le mélange sur une colonne chromatographique de gel de silice qu'on élue avec 20% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les fractions appropriées pour obtenir 2,7 g d'un résidu huileux limpide. On dissout l'huile dans 10 ml d'acétate d'éthyle à 15% dans l'heptane et on dépose la solution sur une seconde colonne chromatographique de gel de silice. On exécute l'élution avec 15% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les fractions convenables et on les concentre sous pression réduite pour obtenir 0,6 g de 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(2-tétrahydropyranyl)oxy]-2,2-diméthylpropanamide sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire est compatible avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{17}H_{23}Cl_2NO_3$

calculé C, 56,67; H, 6,43; N, 3,89%

trouvé C, 55,86; H, 6,26; N, 3,55%

EXEMPLE 28 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]propanamide

Stade A

Synthèse de la [(2-chlorophényl)méthyl]-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]-amine

On refroidit au bain d'eau glacée une solution agitée de 10,0 g (0,063 mole) de N-(2-chlorophényl)méthylhydroxylamine (exemple 1, stade A-2) et de 12,9 g (0,19 mole) d'imidazole dans 50 ml de diméthylformamide sec. On ajoute goutte à goutte en 20 minutes 10,6 g (0,07 mole) de chlorure de t-butyldiméthylsilyle dans 25 ml de diméthylformamide sec à cette solution agitée. Pendant l'addition, on maintient la température du mélange de réaction à 5°. Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 18 heures. On sépare la majeure partie du diméthylformamide du mélange de réaction sous la pression de la trompe à eau. On reprend le résidu dans 300 ml de chlorure de méthylène et on lave la solution trois fois avec 100 ml d'eau à chaque reprise. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir par refroidissement un résidu semi-solide. On disperse un échantillon du semi-solide dans de l'hexane et on sépare les insolubles par filtration. On concentre le filtrat pour obtenir un résidu huileux. On répète l'opération ci-dessus sur le reste du semi-solide en utilisant 75 ml d'hexane. On concentre le filtrat contenant

CD.MJ.

l'hexane sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On distille l'huile sous pression réduite pour recueillir 10,2 g de [(2-chlorophényl)méthyl]-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]amine, P.Eb. 88-89°/0,7 Pa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{13}H_{22}ClNOSi$

calculé C, 57,43; H, 8,16; N, 5,15%

trouvé C, 57,57; H, 7,90; N, 5,30%

Stade B

Synthèse du 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]propanamide

On refroidit au bain d'eau glacée une solution agitée de 6,5 g (0,024 mole) de [(2-chlorophényl)méthyl]-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]amine et de 3,8 g (0,048 mole) de pyridine dans 60 ml de chlorure de méthylène sec et on y ajoute goutte à goutte en 10 minutes 3,7 g (0,024 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle (exemple 1, stade B) dans 5 ml de chlorure de méthylène sec tandis qu'on maintient la température du mélange de réaction au-dessous de 5°. Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 18 heures. On dilue le mélange de réaction avec 100 ml de chlorure de méthylène et on le lave deux fois avec 75 ml d'eau à chaque reprise. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On évapore le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On chasse les constituants volatils de l'huile par distillation à 50-70°/0,7 Pa dans un appareil à distiller à trajet court. On disperse le contenu du ballon dans 10 g de gel de silice et on dépose le mélange

sur une colonne chromatographique de gel de silice. On exécute l'élution avec 10% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les fractions convenables et on les concentre sous pression réduite pour recueillir 1,6 g de 3-chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[diméthyl-(1,1-diméthyléthyl)silyloxy]propanamide sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{18}H_{29}Cl_2NO_2Si$

calculé C, 55,37; H, 7,49; N, 3,59%

trouvé C, 56,06; H, 7,55; N, 3,55%

EXEMPLE 29 -

3-Acétoxy-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

Stade A

Synthèse du 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle

On ajoute goutte à goutte 35,6 g (0,66 mole) de méthylate de sodium en solution méthanolique à 25% à une solution agitée de 30,0 g (0,22 mole) d'acide 3-chloro-2,2-diméthylpropionique dans 100 ml de méthanol absolu. La réaction exothermique porte la température du mélange de réaction à 40°. Au terme de l'addition, on chauffe le mélange de réaction au reflux pendant 4 heures, puis on le refroidit jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 1 heure. On acidifie le mélange de réaction à l'acide chlorhydrique concentré et on ajoute 150 ml d'eau. On extrait le mélange quatre fois avec 100 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise. On combine les extraits et on les sèche sur du sulfate de magnésium, puis on les filtre. On concentre le filtrat CD.MJ.

000040

sous pression réduite pour recueillir 20,8 g de 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse du 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle comme composé intermédiaire

En atmosphère d'argon, on refroidit à 0° une solution agitée de 10,0 g (0,076 mole) de 3-hydroxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle et de 6,6 g (0,083 mole) de pyridine dans 40 ml de chlorure de méthylène sec. On y ajoute goutte à goutte 6,0 g (0,076 mole) de chlorure d'acétyle. Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 18 heures. On lave le mélange de réaction avec 50 ml d'eau, deux fois avec, à chaque reprise, 50 ml d'une solution aqueuse à 5% d'acide chlorhydrique et enfin avec 50 ml d'eau. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On distille l'huile sous pression réduite pour recueillir 8,0 g de 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle, P.Eb. 85-90°/33 Pa.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_8H_{14}O$

calculé C, 55,16; H, 8,10%

trouvé C, 55,17; H, 7,92%

Stade C

000040

Synthèse de l'acide 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionique.

On ajoute lentement au moyen d'une seringue 9,2 g (0,046 mole) d'iodotriméthylsilane à une solution agitée de 4,0 g (0,023 mole) de 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionate de méthyle dans 50 ml de tétrachlorure de carbone en atmosphère d'argon. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction pendant 60 heures à la température ambiante. On chauffe le mélange de réaction ensuite à 50° pendant 90 minutes, puis à 65° pendant 18 heures. La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire indique que la réaction n'a pas atteint son terme. On chauffe le mélange de réaction à 65° pendant 6 jours, puis on le verse dans 100 ml d'eau. On agite le mélange pendant 20 minutes et on sépare la couche formée par le tétrachlorure de carbone. On extrait la couche aqueuse trois fois avec 50 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise. On combine les extraits dans le chlorure de méthylène et la couche de tétrachlorure de carbone. On sèche le mélange sur du sulfate de magnésium et on le filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu semi-solide. On dissout le semi-solide dans de l'acétate d'éthyle chaud et on y ajoute du charbon décolorant. On filtre le mélange et on concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu solide. On recristallise le solide dans l'hexane pour recueillir 1,5 g d'acide 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionique, P.F. 56-59°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_7H_{12}O_4$

calculé C, 62,59; H, 7,55%

trouvé C, 62,45; H, 7,66%

Stade D

Synthèse du chlorure de 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionyle

On chauffe à 80° en atmosphère d'argon une solution agitée de 1,2 g (0,008 mole) d'acide 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionique dans 30 ml de toluène et on y ajoute goutte à goutte une solution de 1,9 g (0,015 mole) de chlorure d'oxalyle dans 20 ml de toluène. Au terme de l'addition, on chauffe le mélange de réaction à 80° pendant 18 heures. On concentre le mélange de réaction sous pression réduite pour obtenir 1,3 g de chlorure de 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionyle sous la forme d'une huile.

Le spectre infrarouge est compatible avec la structure attribuée.

Stade E

Synthèse du 3-acétoxy-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide

On prépare ce composé comme dans l'exemple 4, stade B au moyen de 1,3 g (0,008 mole) de chlorure de 3-acétoxy-2,2-diméthylpropionyle, de 1,8 g (0,011 mole) de N-(2-chlorophényl)méthylhydroxylamine, de 1,4 g (0,012 mole) de triméthylchlorosilane et de 2,7 g (0,034 mole) de pyridine dans 100 ml de chlorure de méthylène. On obtient 1,1 g de 3-acétoxy-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 78-80°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{14}H_{18}ClNO_4$:

calculé C, 56,10; H, 6,05; N, 4,67%

trouvé C, 56,08; H, 6,17; N, 4,93%

EXEMPLE 30 -

2-[(2-Chloro-4-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazo-

CD.MJ.

lidinone

Stade A

Synthèse du 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

On refroidit à 0° une solution agitée de 28,0 g (0,40 mole) de chlorhydrate d'hydroxylamine dans 60 ml d'eau et on y ajoute goutte à goutte une solution de 16,0 g (0,40 mole) d'hydroxyde de sodium dans 40 ml d'eau tandis qu'on maintient la température du mélange de réaction à 0-5°. Au terme de l'addition, on ajoute goutte à goutte en 45 minutes 31,0 g (0,20 mole) de chlorure de 3-chloro-2,2-diméthylpropionyle tandis qu'on maintient la température du mélange de réaction de -3 à -5°. Au terme de l'addition, on maintient le mélange de réaction à 5° pendant 1 heure, puis on le laisse se réchauffer jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 16 heures. On recueille un précipité solide blanc par filtration et on le sèche à l'air. On recristallise le solide dans un mélange d'éthanol et d'eau pour recueillir 12,4 g de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 148-151° avec décomposition.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Stade B

Synthèse de la 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte une solution de 3,4 g (0,062 mole) d'hydroxyde de potassium d'un titre de 85% dans 15 ml de méthanol à une solution agitée de 3,9 g (0,026 mole) de 3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide dans 35 ml de méthanol. La réaction résultante est faiblement exothermique. Au terme de l'addition, on laisse le mélange de réaction se refroidir jusqu'à la température CD.MJ.

1000 900 800 700 600 500 400 300 200 100

ambiante, à laquelle on l'agite pendant 5 heures. On dilue le mélange de réaction avec 50 ml d'eau et on l'extrait avec 30 ml de chlorure de méthylène. On acidifie la couche aqueuse, puis on la refroidit au bain de glace. On extrait le mélange huit fois avec 50 ml de chlorure de méthylène à chaque reprise. On sèche les extraits combinés sur du sulfate de magnésium et on les filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir 2,7 g de 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

Le spectre infrarouge est compatible avec la structure attribuée.

Stade C

Synthèse de la 2-[(2-chloro-4-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On agite pendant 18 heures à la température ambiante une solution de 0,52 g (0,005 mole) de 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, de 1,0 g (0,005 mole) de bromure de (2-chloro-4-fluorophényl)méthyle et de 0,62 g (0,005 mole) de carbonate de potassium dans 40 ml de diméthylformamide. On chasse le diméthylformamide sous vide poussé avec chauffage modéré. On extrait le résidu au chlorure de méthylène. On filtre l'extrait et on le sèche sur du sulfate de sodium. On filtre le mélange à nouveau et on concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On disperse le résidu dans de l'hexane chaud et on recueille un solide par filtration. On concentre le filtrat sous pression réduite pour recueillir 0,39 g de 2-[(2-chloro-4-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire est compatible avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{13}ClFNO_2$

calculé C, 55,93; H, 5,08; N, 5,44%

trouvé C, 55,55; H, 5,04; N, 5,33%

EXEMPLE 31 -

2-[(2-Chloro-5-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On prépare ce composé comme dans l'exemple 30 au moyen de 1,16 g (0,01 mole) de 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, de 2,26 g (0,01 mole) de bromure de (2-chloro-5-fluorophényl)méthyle et de 1,40 g (0,01 mole) de carbonate de potassium dans 30 ml d'acétonitrile. On obtient 0,4 g de 2-[(2-chloro-5-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Analyse pour $C_{12}H_{13}ClFNO_3$

calculé C, 55,93; H, 5,08; N, 5,44%

trouvé C, 55,89; H, 4,92; N, 5,37%

EXEMPLE 32 -

2-[(2,4,5-Trichlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte une solution de 3,0 g (0,026 mole) de 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone (exemple 30, stade B) et de 7,1 g (0,026 mole) de bromure de (2,4,5-trichlorophényl)méthyle dans 50 ml de tétrahydrofurane à une suspension agitée de 1,9 g (0,029 mole) d'hydroxyde de potassium concassé d'un titre de 85% et de 1,7 g (0,005 mole) de bromure de tétrabutylammonium dans 20 ml de tétrahydrofurane. On effectue l'addition en 1 heure. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à la température ambiante pendant 90 minutes, puis on le filtre. On dilue le filtrat avec 150 ml de chlorure de méthylène et on le lave trois fois avec 75 ml d'eau à chaque reprise. On sèche la couche organique sur du

sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On soumet l'huile à la chromatographie sur une colonne de gel de silice. On exécute l'élution avec 10% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les fractions appropriées et on les concentre sous pression réduite pour recueillir 1,6 g de 2-[(2,4,5-trichlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{12}Cl_3NO_2$

calculé C, 46,70; H, 3,92; N, 4,54%

trouvé C, 46,86; H, 3,86; N, 4,59%

EXEMPLE 33 -

2-[(2-Chloro-6-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte une solution de 3,0 g (0,026 mole) de 4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone (exemple 30, stade B) et de 4,7 g (0,025 mole) de chlorure de (2-chloro-6-fluorophényl)méthyle dans 25 ml d'acétonitrile à une suspension agitée de 3,6 g (0,026 mole) de carbonate de potassium et de 0,14 g (0,0005 mole) de 1,4,7,10,13,16-hexaoxacyclooctadécane dans 50 ml d'acétonitrile. On effectue l'addition en 30 minutes. Au terme de l'addition, on agite le mélange de réaction à la température ambiante pendant 18 heures, puis on le filtre. On dilue le filtrat avec 200 ml de chlorure de méthylène et on le lave trois fois avec 100 ml d'eau à chaque reprise. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite.

CD.MJ.

pour obtenir un résidu huileux. L'huile se solidifie et on la recristallise dans l'éther de pétrole pour recueillir 3,0 g de 2-[(2-chloro-6-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 49-51°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{13}ClFNO_3$

calculé C, 55,93; H, 5,08; N, 5,44%

trouvé C, 55,65; H, 5,17; N, 5,25%

EXEMPLE 34 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-éthoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte 1,2 g (0,012 mole) de triéthylamine à une solution agitée de 3,0 g (0,011 mole) de 5-chloro-2-[(2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone (exemple 23, stade A) dans 30 ml d'éthanol absolu. Au terme de l'addition, on chauffe le mélange de réaction au reflux pendant 18 heures au terme desquelles la chromatographie en couche mince du mélange de réaction indique que la réaction n'a pas eu lieu. On refroidit le mélange de réaction et on y ajoute 0,74 g (1 équivalent) d'éthylate de sodium, puis on agite le nouveau mélange de réaction à la température ambiante pendant 2 heures, au terme desquelles la chromatographie en couche mince indique à nouveau que la réaction n'a pas eu lieu. On filtre le mélange de réaction et on le dilue avec 150 ml de chlorure de méthylène. On lave le mélange deux fois avec 100 ml d'eau. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous pression réduite pour obtenir un résidu huileux. On distille l'huile à 80°/3,3 Pa dans un appareil à distiller

à trajet court. La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire indique que le distillat est formé pour 83% par le produit recherché. On soumet le distillat à la chromatographie sur une colonne de gel de silice qu'on élue avec 20% d'acétate d'éthyle dans de l'heptane. On combine les fractions convenables et on les concentre sous pression réduite pour recueillir 1,3 g de 2-[(2-chlorophényl)méthyl]-5-éthoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone sous la forme d'une huile.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{14}H_{18}ClNO_3$

calculé C, 59,26; H, 6,39; N, 4,94%

trouvé C, 59,61; H, 6,57; N, 4,72%

EXEMPLE 35 -

(A) 2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-phénylamino-3-isoxazolidinone

(B) 2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-hydroxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone

On ajoute goutte à goutte une solution de 1,8 g (0,019 mole) d'aniline dans 5 ml de tétrahydrofurane à une solution agitée de 2,6 g (0,009 mole) de 5-chloro-2-[(2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone (exemple 23, stade A) dans 25 ml de tétrahydrofurane. Après avoir achevé l'addition, on chauffe le mélange de réaction au reflux pendant 4 heures, au terme desquelles la chromatographie en couche mince indique la présence du composé 5-chloré de départ. On chauffe le mélange de réaction au reflux pendant encore 60 heures au terme desquelles la chromatographie en couche mince indique à nouveau du composé 5-chloré de départ. On chasse le

tétrahydrofuranne par évaporation sous vide et on ajoute 0,9 g (1 équivalent) d'aniline dans 20 ml de diméthylformamide. On chauffe la solution à 110-120° pendant 6 heures et on la laisse refroidir jusqu'à la température ambiante, à laquelle on l'agite pendant 18 heures. On verse le mélange de réaction dans 100 ml d'eau et on l'extrait trois fois avec 50 ml de chlorure de méthylène. On lave les extraits combinés deux fois avec 50 ml d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 5%. On sèche la couche organique sur du sulfate de magnésium et on la filtre. On concentre le filtrat sous vide pour obtenir un résidu huileux qu'on chromatographie avec 30% d'acétate d'éthyle dans l'heptane sur une colonne de gel de silice. On combine les fractions convenables et on les concentre sous vide pour isoler 1,8 g de 2-[(2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-phénylamino-3-isoxazolidinone, P.F. 99-101°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire est compatible avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{18}H_{19}ClN_2O_2$

calculé C, 65,35; H, 5,79; N, 8,47%

trouvé C, 65,63; H, 5,93; N, 8,43%

On combine d'autres fractions et on les concentre sous pression réduite pour recueillir 0,2 g de 2-[(2-chlorophényl)méthyl]-5-hydroxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 122-126°.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire et le spectre infrarouge sont compatibles avec la structure attribuée.

Analyse pour $C_{12}H_{14}ClNO_3$

calculé C, 57,47; H, 5,84; N, 5,38%

trouvé C, 57,29; H, 5,71; N, 5,56%

On applique les procédés décrits ci-dessus pour

préparer les autres composés ci-après conformes à l'invention. On confirme la structure de chacun de ces composés au moyen du spectre de résonance magnétique nucléaire et/ou du spectre infrarouge, les analyses élémentaires du carbone, de l'hydrogène et de l'azote étant en accord satisfaisant avec les valeurs prévues.

EXEMPLE 36 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(phénylamino)carbonyloxy]-propanamide, P.F. 166-169°.

EXEMPLE 37 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-(phénoxy-carbonyloxy)propanamide, P.F. 105-107°.

EXEMPLE 38 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-éthoxycarbonyloxy-2,2-diméthylpropanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 51,48; H, 5,49; N, 4,31%

EXEMPLE 39 -

N-Benzoyloxy-3,3-dichloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 93-94°.

EXEMPLE 40 -

N-[(2-Bromophényl)méthyl]-3,3-dichloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 147-149°.

EXEMPLE 41 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-(4-nitrobenzoyloxy)-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 103-106°.

EXEMPLE 42 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(2-méthylphényl)carbonyloxy]propanamide, liquide,

analyse, trouvé : C, 61,49; H, 5,35; N, 3,12%

EXEMPLE 43 -

3-Chloro-N-dichloroacétoxy-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 73-76°.

EXEMPLE 44 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(4-méthylphényl)sulfonyloxy]propanamide, P.F. 66-68°.

EXEMPLE 45 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(1,1-diméthyléthyl)carbonyloxy]propanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 56,57; H, 6,31; N, 3,74%

EXEMPLE 46 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-(éthylthiocarbonyloxy)propanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 53,24; H, 4,70; N, 6,37%

EXEMPLE 47 -

3-Chloro-N-[(2,2,2-trichloroéthoxy)carbonyloxy]-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 89-91°.

EXEMPLE 48 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)aminocarbonyloxy]-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 115-117°.

EXEMPLE 49 -

3-Chloro-N-[(4-chlorophényl)aminocarbonyloxy]-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, F.F. 180-182°.

EXEMPLE 50 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl N (phénylméthoxy)propanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 53,17; H, 4,44; N, 6,51%

EXEMPLE 51 -

3-Chloro-N-(2-chloro-1-oxopropoxy)-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 62,27; H, 5,50; N, 3,84%

EXEMPLE 52 -

3-Chloro-N-[(2,4-dichlorophénoxy)acétoxy]-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 50,96; H, 4,31; N, 2,77%

EXEMPLE 53 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(3-trifluorométhyl)benzoyloxy]propanamide, liquide,
analyse, trouvé: C, 53,37; H, 4,05; N, 2,98%

EXEMPLE 54 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthyl-N-[(4-méthylphényl)aminocarbonyloxy]propanamide, P.F. 177-180°.

EXEMPLE 55 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(3,4-dichlorophényl)aminocarbonyloxy]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 153-155°.

EXEMPLE 56 -

3-Chloro-N-(3-chloro-2,2-diméthyl-1-oxopropoxy)-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, liquide,
analyse, trouvé: C, 51,71; H, 5,43; N, 3,48%

EXEMPLE 57 -

3-Bromo-N-[(2-bromophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 108-110°.

EXEMPLE 58 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(2-fluorophényl)aminocarbonyloxy]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 121-123°.

EXEMPLE 59 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(4-méthoxyphényl)aminocarbonyloxy]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 139-141°.

EXEMPLE 60 -

3-Chloro-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-[(3-trifluorométhylphényl)aminocarbonyloxy]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 120-123°.

EXEMPLE 61 -

3-Bromo-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-N-(méthylaminocarbonyloxy)-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 79-82°.

EXEMPLE 62 -

3-Bromo-N-(chloroacétoxy)-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-

CD.MJ.

- 48 -

diméthylpropanamide, liquide,

analyse, trouvé: C, 42,50; H, 4,07; N, 3,56%

EXEMPLE 63 -

3-Chloro-N-[(2,5-dichloro-3-formylamino)-benzoyl]oxy-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 118-122°.

EXEMPLE 64 -

3-Bromo-N-[(2-bromophényl)méthyl]-N-chloroacétoxy-2,2-diméthylpropanamide, liquide,
analyse, trouvé: C, 37,80; H, 3,60; N, 3,10%

EXEMPLE 65 -

3-Bromo-N-[(2-bromophényl)méthyl]-N-(méthylaminocarbonyloxy)-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 98-100°.

EXEMPLE 66 -

3-Bromo-N-[(2-bromophényl)méthyl]-N-[(2-chlorophényl)aminocarbonyloxy]-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 112-114°.

EXEMPLE 67 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthyl-3-méthylthiopropamide, liquide,
analyse, trouvé: C, 54,42; H, 6,32; N, 4,69%

EXEMPLE 68 -

3-(Phénylcarbonyloxy)-N-[(2-chlorophényl)-méthyl]-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide, P.F. 101-103°.

EXEMPLE 69 -

2-[(4-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 78-81°.

EXEMPLE 70 -

2-[(3,4-Dichlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 68-69°.

EXEMPLE 71 -

Acétate de 2-[(2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone-5-yle, liquide,

analyse, trouvé: C, 56,27; H, 5,18; N, 4,61%

EXEMPLE 72 -

Benzoate de 2-[2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone-5-yle, liquide,

analyse, trouvé: C, 65,17; H, 4,99; N, 3,53%

EXEMPLE 73 -

Dichloroacétate de 2-[2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone-5-yle, P.F. 67-70°.

EXEMPLE 74 -

Phénylcarbamate de 2-[2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone-5-yle, P.F. 147-150°.

EXEMPLE 75 -

Méthylcarbamate de 2-[2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone-5-yle, P.F. 135-138°.

EXEMPLE 76 -

2-[(2-Chloro-4-cyanophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 160-162°.

EXEMPLE 77 -

2-[(2-Chloro-5-méthoxyphényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 57,75; H, 5,63; N, 4,98%

EXEMPLE 78 -

2-[(2-Chloro-4-méthoxyphényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 57,21; H, 5,95; N, 5,03%

EXEMPLE 79 -

2-[(2,4-Difluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 58,80; H, 5,64; N, 5,93%

EXEMPLE 80 -

2-[(4-Bromo-2-chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 73-76°.

EXEMPLE 81 -

2-[(2-Bromo-4-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 47,05; H, 4,35; N, 4,48%

EXEMPLE 82 -

2-[(6-Chloro-1,3-benzodioxol-5-yl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.F. 88-90°.

EXEMPLE 83 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-phénoxy-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 65,09; H, 5,70; N, 4,08%

EXEMPLE 84 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(1-méthyléthoxy)-3-isoxazolidinone, P.Eb. 90°/0,67 Pa.

EXEMPLE 85 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(phénylméthoxy)-3-isoxazolidinone, P.F. 80-82°.

EXEMPLE 86 -

2-[(2-Bromophényl)méthyl]-5-chloro-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, P.Eb. 80-85°/0,67 Pa.

EXEMPLE 87 -

2-[(2,5-Dichlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 54,79; H, 4,51; N, 3,20%

EXEMPLE 88 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-propoxy-3-isoxazolidinone, P.Eb. 80°/3,3 Pa.

EXEMPLE 89 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(2-propényloxy)-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 60,86; H, 6,35; N, 4,49%

CD.MJ.

- 51 -

EXEMPLE 90 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(2-propynyloxy)-
3-isoxazolidinone, P.F. 75-76°.

EXEMPLE 91 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(2-méthoxyéthoxy)-
3-isoxazolidinone, liquide,
analyse, trouvé: C, 57,70; H, 6,43; N, 4,15%

EXEMPLE 92 -

2-[(4-Fluoro-2-iodophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazo-
lidinone, liquide,
analyse, trouvé: C, 41,40; H, 3,70; N, 3,92%

EXEMPLE 93 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-cyclopentoxy-4,4-diméthyl-3-
isoxazolidinone, P.F. 39-43°.

EXEMPLE 94 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(4-nitrophénoxy)-3-
isoxazolidinone, P.F. 95-98°.

EXEMPLE 95 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-cyclopropylméthoxy-4,4-dimé-
thyl-3-isoxazolidinone, liquide,
analyse, trouvé: C, 61,47; H, 6,57; N, 4,44%

EXEMPLE 96 -

2-[(2-Bromophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-5-(2-propynoxy)-3-
isoxazolidinone, liquide,
analyse, trouvé: C, 53,70; H, 4,85; N, 3,94%

EXEMPLE 97 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-(3-butynoxy)-4,4-diméthyl-3-
isoxazolidinone, P.F. 52,5-54°.

EXEMPLE 98 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-(2-butynoxy)-4,4-diméthyl-3-
isoxazolidinone, liquide,
analyse, trouvé: C, 62,15; H, 5,79; N, 4,46%

EXEMPLE 99 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-(2-buténoxy)-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 61,97; H, 6,31; N, 4,41%

EXEMPLE 100 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-pentoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 62,90; H, 7,81; N, 4,58%

EXEMPLE 101 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-hexoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 63,33; H, 7,90; N, 4,22%

EXEMPLE 102 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-(1-méthylpropoxy)-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 61,39; H, 7,27; N, 4,70%

EXEMPLE 103 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-(3-méthyl-3-buténoxy)-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 63,18; H, 7,09; N, 4,05%

EXEMPLE 104 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-5-butoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 61,64; H, 7,13; N, 4,53%

EXEMPLE 105 -

2-[(2-Bromo-5-fluorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, liquide,

analyse, trouvé: C, 47,51; H, 4,15; N, 4,50%

EXEMPLE 106 -

2-[(2-Chlorophényl)méthyl]-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone,
P.F. 55-57°.

Evaluation biologique

Les espèces utilisées pour mettre en évidence l'activité herbicide des composés de l'invention sont le haricot de Lima (Phaseolus limensis), la folle avoine (Avena fatua), le panic pied de coq (Echinochloa crusgalli), la séttaire verte (Setaria viridis), l'abutilon (Abutilon theophrasti), la tomate (Lycopersicon esculentum), le liseron des champs (Convolvulus arvensis), le soya (Glycine max), le sorgho (Sorghum vulgare), la moutarde sauvage (Brassica kaber), le sorgho d'Alep (Sorghum halepense), la lampourde (Xanthium pensylvanicum), la petite ipomée blanche (Ipomoea lacunosa), le souchet rond (Cyperus rotundus), l'arachide (Arachis hypogaea), le cotonnier (Gossypium hirsutum), la renouée liseron (Polygonum convolvulus), le sesbania (Sesbania exaltata) et le souchet comestible (Cyperus esculentus).

Pour les essais en pré-levée, on plante des semences des espèces en question dans des caisses de 15 cm x 20 cm x 8 cm contenant une couche d'environ 5 cm de limon sablonneux. Avant le semis, on marque les rangées en pressant un gabarit en bois sur la surface de la terre. Après le semis, on pulvérise un fongicide sur les semences et on répand à la surface de la couche de terre dans la caisse une mince couche de terre (environ 1,0 cm). On applique ensuite par pulvérisation les composés de l'invention directement sur la terre sous la forme de solutions aquo-acétoniques à des doses correspondant à 4,00 kg de constituant actif par hectare et à des sous-multiples de cette quantité (2,00 kg/ha, 1,00 kg/ha, 0,50 kg/ha), en un volume équivalant à 750 litres/hectare.

On cultive des plants de souchet pour ces expériences dans des pots contenant des tubercules viables



de souchet rond ou de souchet comestible enfoncés à une profondeur de 2,5 cm. On traite ces plants également au moyen des herbicides de l'invention.

On conserve les plantes dans une serre et on les irrigue régulièrement à la surface de la terre pendant 2 à 3 semaines au terme desquelles on observe la phytotoxicité dont on note l'importance. Les résultats sont rassemblés au tableau I et au tableau III.

Pour les essais de post-levée, on sème des semences des espèces en question dans des caisses comme pour les essais de pré-levée, on les recouvre d'une mince couche (environ 1,0 cm) de terre et on conserve les caisses dans la serre. On les irrigue ensuite régulièrement jusqu'à déploiement des premières feuilles trifoliées du haricot de Lima (10 à 14 jours), après quoi on applique les composés de l'invention sur les plants par pulvérisation de solutions aquo-acétoniques en une dose correspondant à 8,00 kg de constituant actif par hectare. On conserve les plants traités dans la serre et on les irrigue régulièrement pendant encore 10 à 14 jours au terme desquels on observe la phytotoxicité et on note son intensité. Les résultats sont rassemblés au tableau II.

Les effets phytotoxiques caractéristiques des composés sont la chlorose et le rabougrissement. Dans les conditions d'évaluation mentionnées au tableau I, la croissance d'une grande variété de plantes herbacées et latifoliées indésirables est maîtrisée à la dose de 1,0 kg/ha, à laquelle la survie d'une culture est bonne pour le soya. La survie d'une culture de soya est bonne à la dose de 2,0 kg/ha qui permet de combattre fort efficacement beaucoup des plantes indésirables essayées. Les résultats obtenus sur le soya et des plantes indésirables représenta-

tives, qui sont rassemblés au tableau III, illustrent davantage cette sélectivité.

On plante des pommes de terre (Solanum tuberosum) sous forme de fragments de tubercules dans des pots à une profondeur d'environ 1,5 cm et on traite la terre, après la plantation, au moyen du composé de l'exemple 1 aux doses de 0,25, de 0,50, de 1,0, de 2,0 et de 4,0 kg/ha. On conserve les plants dans une serre et on irrigue régulièrement la surface de la terre. On ne constate pas de réduction sensible de la vigueur ni d'effet notable sur la croissance des racines 6 semaines après l'application. On observe des signes mineurs de chlorose et de rabougrissement aux doses de 2,0 et de 4,0 kg/ha et des signes de chlorose aux doses de 0,50 et de 1,0 kg/ha, observés 2 à 3 semaines après l'application, sont disparus après 4 semaines. Ces résultats montrent que la pomme de terre peut constituer une culture tolérante.

Pour une application herbicide, les 3-isoxazolidinones et acides hydroxamiques intermédiaires actifs de l'invention ne sont d'ordinaire pas appliqués à l'état non dilué, mais sont dilués ou étendus avec une matière relativement inerte acceptable du point de vue agricole, dite ici excipient, qui peut être liquide ou solide. Par conséquent, les composés de l'invention peuvent être utilisés en association avec divers adjuvants agricoles et excipients agricoles pour donner les compositions herbicides faisant l'objet de l'invention. Les compositions herbicides contiennent environ 0,01 à 95% de constituant actif et environ 4 à 98,5% d'un excipient acceptable du point de vue agricole, outre environ 1 à 15% d'agent tensio-actif, sur base pondérale. La constitution et le mode d'application d'un agent toxique peuvent, comme on le sait, influencer le pouvoir

SECRET

du constituant actif pour une certaine application. Par conséquent, un composé de l'invention peut être présenté sous forme de concentré émulsionnable, de granules relativement gros, de poudres mouillables, de solutions ou de toute autre composition classique suivant le mode d'application envisagé.

Les concentrés émulsionnables sont des compositions liquides ou pâteuses homogènes qui peuvent être dispersées dans de l'eau ou un autre milieu dispersant et peuvent consister uniquement en un composé de l'invention avec un agent émulsionnant liquide ou solide, ou qui peuvent contenir aussi un excipient liquide acceptable du point de vue agricole, par exemple du xylène, un naphtha aromatique lourd, de l'isophorone ou un autre solvant organique non volatil. Par exemple, un concentré émulsionnable utile appelé "4EC", d'une teneur en constituant actif de 0,479 kg/litre, contient 53,01 parties de 2-(2-chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone, 6,0 parties d'un mélange d'alkylnaphtalènesulfonate et d'éthers polyoxyéthyléniques comme émulsionnants, 1,0 partie d'huile de soya époxydée comme stabilisant et 39,99 parties d'une fraction de distillation du pétrole à haut point d'éclair comme solvant.

Les compositions en granules sont particulièrement utiles pour la distribution par voie aérienne. Les compositions granulaires utiles peuvent être de divers types. Les granules imprégnés sont ceux dont le constituant actif est appliqué, normalement sous forme de solution dans un solvant convenable, sur de grosses particules d'un excipient absorbant comme l'attapulgite ou le kaolin, des rafles d'épis de maïs ou du mica expansé. Des granules enrobés peuvent être produits par pulvérisation du consti-

Agriculture

tuant actif fondu sur la surface de particules généralement non absorbantes ou par pulvérisation d'une solution du constituant actif dans un solvant approprié. Le noyau des granules peut être soluble dans l'eau, comme dans le cas d'un engrais grenailié, ou insoluble, comme dans le cas du sable, du marbre en éclats et du talc grossier. Des granules particulièrement utiles sont formés d'une poudre mouillable appliquée en enrobage sur du sable ou d'autres particules insolubles de façon que la poudre mouillable puisse se disperser par contact des granules avec de l'humidité. Les granules peuvent être façonnés par agglomération de poussières ou de poudres au moyen de cylindres compacteurs, par extrusion à la filière ou par granulation au disque. Les granules peuvent varier beaucoup par la concentration, qui peut s'échelonner d'à peine 0,5% jusqu'à 95% de constituant actif.

Les poudres mouillables, qui sont également des compositions utiles comme herbicides de pré-levée, se présentent sous forme de particules finement divisées qui se dispersent aisément dans l'eau ou d'autres milieux dispersants. La poudre mouillable est finalement appliquée sur la terre à l'état de matière sèche finement divisée ou à l'état d'émulsion dans de l'eau ou un autre liquide. Des excipients typiques pour les poudres mouillables sont la terre à foulon, le kaolin, les silices et les autres diluants inorganiques très absorbants facilement mouillés. Les poudres mouillables sont normalement préparées de façon à contenir environ 5 à 80% de constituant actif, suivant la tendance à l'absorption du constituant actif et le pouvoir absorbant de l'excipient et contiennent d'habitude aussi une petite quantité d'un agent mouillant, dispersant ou émulsionnant facilitant la mise en dispersion.

Des agents mouillants, dispersants ou émulsionnants typiques pour compositions à usage agricole sont notamment, par exemple, les alkyl- et alkylaryl-sulfonates et -sulfates et leurs sels de sodium, les polymères d'oxyde d'éthylène, les huiles sulfonées, les esters d'acides gras de polyols et d'autres agents tensio-actifs dont beaucoup sont disponibles dans le commerce.

L'agent tensio-actif éventuellement utilisé forme normalement 1 à 15% du poids de la composition herbicide.

Ces compositions peuvent également être appliquées sans autre dilution ou à l'état de solutions, émulsions ou suspensions diluées dans de l'eau ou un autre diluant approprié. Les compositions peuvent être appliquées à l'endroit où il faut combattre la végétation indésirable par pulvérisation à la surface du sol dans le cas des compositions liquides ou par distribution avec un appareil mécanique dans le cas des compositions solides. La matière répandue peut également être incorporée à la couche supérieure du sol à l'aide d'un appareil aratoire ou laissée en place telle quelle suivant la technique qui conduit aux meilleurs résultats pour le traitement particulier.

Les composés herbicides de l'invention peuvent être mis en composition et/ou appliqués avec des insecticides, fongicides, nématocides, régulateurs de développement des plantes, engrais et autres agents chimiques à usage agricole. Il est évident qu'il faut appliquer les composés actifs de l'invention, tant isolément qu'avec d'autres agents chimiques à usage agricole, en quantité et en concentration efficace. La quantité efficace varie avec un certain nombre de facteurs, comme la nature du

terrain, l'irrigation ou les pluies prévisibles, la nature des plantes à combattre et la nature éventuelle de la culture à établir. En règle générale, on réalise une application uniforme de 0,1 à 9 kg/ha, par exemple de 0,25 à 4,00 kg/ha.

Il est évident que la mise en composition et l'application des nouveaux composés de l'invention est susceptible de différentes variantes et modifications sans sortir du cadre de l'invention.

Notes explicatives des tableaux

Système de cotation

V = vigueur; M = pourcentage de mortalité, N = note

Vigueur: 5. Pas d'effets

4. Dégâts légers. Les plantes sont guéries ou il est à prévoir qu'elles guérissent complètement.
3. Dégâts modérés à graves. Il est à prévoir que les plantes guérissent avec le temps.
2. Dégâts modérés à graves. Il est à prévoir que les plantes ne guérissent pas.
1. Dégâts graves. Il est à prévoir que les plantes ne guérissent pas.

Notes: 1 = Nécrose

2 = Rabougrissement

3 = Dessiccation

4 = Stimulation de la croissance auxiliaire

5 = Vilain aspect

6 = Taches de nécrose

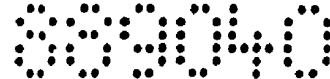
7 = Stimulation de croissance

8 = Défoliation

9 = Chlorose

10 = Intumescence

11 = Absence de germination à prévoir



12 = Etat éventuellement influencé par des facteurs
non chimiques

Dans les tableaux, la colonne intitulée Ex. indique
l'exemple dont on utilise le composé.

Les abréviations désignant les espèces sont :

Har.Lima	Haricot de lima
Fol.av.	folle avoine
Panic pde	panic pied de coq
Sét.ver.	sétaire verte
Abutilon	abutilon
Tomate	tomate
Lis.ch.	liseron des champs
Soya	soya
Sorgho	sorgho
Mout.s.	moutarde sauvage
Sorgho A	sorgho d'Alep
Lamp.	lampourde
P.ip.bl	petite ipomée blanche
Souch.r.	souchet rond
Arach.	arachide
Coton.	cotonnier
Ren.lis	renouée liseron
Sesbanie	sesbania
Souch.c.	souchet comestible

TABLEAU I

Activité herbicide en pré-levée de certains
dérivés d'acide hydroxamique
Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
1	Har.Lima	3	0	2	3	0	9	2	20	9	1	80	9
	Fol. av.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Tomate	2	0	9	2	70	9	1	95	9	0	100	0
	Lis.ch.	0	100	0	3	90	2	0	100	0	0	100	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	4	0	9	3	0	9
	Sorgho	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Mout.s.	2	60	9	2	90	9	0	100	0	0	100	0
	Sorgho A.	2	95	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lamp.	3	30	9	2	20	9	2	70	9	1	80	9
	P.ip.bl.	4	20	9	3	20	9	3	95	9	1	95	9
	Souch.r.	3	0	9	2	0	9	0	100	0	0	100	0
2	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Fol. av.	5	0	0	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Panic pdc	4	0	2	4	0	2	4	30	2	3	90	2
	Set.ver.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Abutilon	4	0	9	4	0	9	4	0	9	3	0	9
	Tomate	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Lis.ch.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Sorgho	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Mout.s.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Sorgho A.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	2
	Lamp.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	P.ip.bl.	4	0	9	4	0	9	4	0	2	4	0	9
	Souch.r.										5	0	0

00000

TABLEAU I (suite)

Ex.	Espèce	Dose (kg/ha)											
		0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
3	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Fol.av.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Panic pdc	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Sét.ver.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Abutilon	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Tomate	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lis.ch.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Sorgho	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Sorgho A.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Lamp.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	5	0	0	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Souch.r.										5	0	0
4	Har.Lima	4	0	2	0	100	11	3	60	9	3	60	9
	Soya	5	0	0	4	0	9	3	0	9	2	20	9
	Lamp.	3	0	9	2	20	9	2	80	9	0	100	0
	Arach.	4	80	2	4	60	9	2	50	9	2	60	9
	Coton.	4	30	9	3	40	9	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	3	95	9	2	70	9
	Tomate	3	0	9	3	40	9	2	90	9	2	95	9
	Mout.s.	3	0	9	3	0	9	3	0	9	1	95	9
	P.ip.bl.	3	80	9	1	90	9	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Fol.av.	2	90	9	2	95	9	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Ren.lis.	2	90	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sorgho A.	1	95	9	1	90	9	1	95	9	1	95	9

00000000

TABLEAU I (suite)
Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
5	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	4	0	9	3	0	9	3	0	9
	Lamp.	5	0	0	4	0	9	4	30	2	5	0	0
	Arach.	3	80	11	4	80	11	4	20	0	5	0	0
	Coton.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Sét.ver.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Tomate	3	95	12	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	4	20	9	3	0	9	3	0	9	1	95	9
	Panic pdc	4	10	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Fol.av.	4	0	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	50	9
	Ren.lis.	3	0	9	3	0	9	2	0	9	2	0	9
	Sorgho A.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
6	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	4	0	9	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Arach.	5	0	0	5	0	0	4	40	11	4	80	11
	Coton.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	1
	Sét.ver.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Tomate	4	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Panic pdc	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Fol.av.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9
	Ren.lis.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Sorgho A.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0

TABLEAU I (suite)

Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
		4	0	2	4	0	5	4	0	9	4	0	9
7	Har.Lima	4	0	2	4	0	5	4	0	9	4	0	9
	Soya	5	0	0	5	0	0	4	0	9	5	0	0
	Lamp.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	2	20	9
	Arach.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Coton.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Sét.ver.	5	0	0	4	0	9	4	0	9	3	0	9
	Lis. ch.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Tomate	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Mout.s.	4	0	9	5	0	0	4	0	9	5	0	0
	P.ip.bl.	4	0	9	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Panic pdc	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	40	9
	Fol.av.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9
	Ren.lis.	3	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9
	Sorgho A.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
8	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Lamp.	4	0	9	3	0	9	2	70	9	2	10	9
	Souch.r.	5	0	0	4	0	9	3	0	9	2	20	9
	Arach.	5	0	0	5	0	0	4	0	0	4	0	0
	Coton.	5	0	0	4	0	9	4	10	9	2	95	9
	Sét.ver.	3	75	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lis. ch.	3	0	9	2	80	9	2	85	9	0	100	0
	Tomate	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Mout.s.	4	0	9	3	20	9	2	75	9	0	100	0
	P.ip.bl.	3	0	9	4	80	9	2	90	9	2	95	9
	Fol.av.	3	65	9	3	85	9	2	95	9	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	3	70	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Ren.lis.	3	10	9	3	0	9	2	40	9	2	40	9
	Sorgho A.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0

TABLEAU I (suite)

Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
9	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Arach.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Coton.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Sét.ver.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Lis.ch.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Tomate	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	20	9
	Panic pdc	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	10	9
	Fol.av.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Abutilon	5	0	0	4	0	9	4	0	9	3	30	9
	Ren.lis.	5	0	0	4	0	2	4	0	9	3	0	9
	Sorgho A.	5	0	0	4	10	9	4	20	9	2	90	9
10	Har.Lima	5	0	0	4	0	9	4	0	9	3	60	9
	Fol.av.	4	90	9	4	90	9	0	100	0	2	95	9
	Panic pdc	3	95	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	4	0	9	4	80	2	3	70	9	3	95	9
	Abutilon	3	95	9	3	70	9	2	80	9	2	90	9
	Tomate	4	0	9	4	30	9	3	0	9	2	50	9
	Lis.ch.	4	50	9	3	80	9	3	90	2	0	100	0
	Mout.s.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	P.ip.bl.	3	0	9	3	60	2	3	30	9	3	80	9
	Soya	0	100	11	5	0	0	5	0	0	0	100	11
	Lamp.	4	0	9	3	0	9	3	20	9	3	80	9
	Ren.lis.	4	0	9	4	70	9	2	95	9	2	70	9
	Sorgho A.	3	20	9	4	10	9	1	95	9	3	90	9
	Souch.r.										4	0	9

TABLEAU I (suite)

		Dose (kg/ha)											
		0,500			1,000			2,000			4,000		
Ex.	Espèce	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
11	Har.Lima	4	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9
	Fol.av.	4	0	9	3	30	9	2	95	9	0	100	0
	Panic pdc	3	80	9	2	95	9	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	4	0	9	4	0	9	3	50	9	3	80	9
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	2	70	9	2	80	9
	Tomate	5	0	0	4	0	9	4	0	9	3	80	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	0	9
	Mout.s.	5	0	0	3	0	9	3	0	2	2	0	9
	P.ip.bl.	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	60	9
	Soya	5	0	0	0	100	11	0	100	11	0	100	11
	Lamp.	3	0	9	2	0	9	2	20	9	2	60	9
	Ren.lis.	2	0	9	2	0	9	2	30	9	2	80	9
	Sorgho A.	3	20	9	2	90	9	1	70	9	1	20	9
	Souch.r.										2	20	9
12	Har.Lima	3	0	9	3	0	9				3	40	9
	Fol.av.	2	90	9	0	100	0				0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0				0	100	0
	Sét.ver.	2	95	9	2	95	9				0	100	0
	Abutilon	1	95	9	0	100	0				0	100	0
	Soya	5	0	0	5	0	0				3	0	9
	Sesbania	4	0	9	3	0	9				3	70	9
	P.ip.bl.	0	100	0	0	100	0				0	100	0
	Lamp.	3	0	9	3	80	9				3	50	9
	Lis.ch.	3	0	9	3	0	9				2	95	9
	Tomate	3	60	9	3	60	9				2	90	9
	Mout.s.	0	100	0	2	95	9				0	100	0
	Sorgho A.	1	95	9	0	100	0				0	100	0
	Souch.c.	4	0	9	4	0	9				3	20	9

TABLEAU I (suite)

		Dose (kg/ha)											
Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
		4	0	9	3	0	9	3	0	9	2	80	9
13	Har.Lima												
	Fol.av.	3	70	9	2	95	9	1	95	9	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	3	95	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	2	95	9	1	95	9	1	95	9	0	100	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	3	0	9	3	0	9
	Sesbania	5	0	0	4	0	9	3	10	9	3	70	9
	P.ip.bl.	2	80	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lamp.	3	20	9	3	80	9	0	100	0	0	100	0
	Lis.ch.	3	0	9	3	95	2	2	90	9	0	100	0
	Tomate	3	0	9	3	80	9	2	30	9	2	90	9
	Mout.s.	3	60	9	2	60	9	0	100	0	0	100	0
	Sorgho A.	0	100	0	0	100	0	1	80	9	1	20	9
	Souch.c.	5	0	0	4	0	9	3	0	9	2	0	9
14	Har.Lima	4	0	9	4	0	9	3	20	9	2	60	9
	Fol.av.	3	30	9	3	90	9	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	4	0	9	3	10	9	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	3	10	9	2	10	9	0	100	0	0	100	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Sesbania	5	0	0	4	0	2	3	0	9	3	0	9
	P.ip.bl.	2	0	9	3	0	9	2	90	9	1	90	9
	Lamp.	3	0	9	3	0	9	3	40	9	0	100	0
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	3	20	9	2	95	9
	Tomate	3	0	9	3	0	9	3	0	9	2	60	9
	Mout.s.	4	0	9	3	0	9	3	30	9	0	100	0
	Sorgho A.	3	80	9	0	100	0	0	100	0	1	95	9
	Souch.c.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	3	40	9

889040

TABLEAU I (suite)

Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
		4	0	2	3	40	9	2	0	9	1	60	9
16	Har.Lima	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Fol.av.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Tomate	2	0	9	1	30	9	0	100	0	0	100	0
	Lis.ch.	3	30	9	3	90	2	0	100	0	0	100	0
	Soya	5	0	0	4	0	2	4	0	9	3	0	9
	Sorgho	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Mout.s.	2	50	9	2	95	9	0	100	0	0	100	0
	Sorgho A.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lamp.	2	20	9	2	60	9	0	100	0	0	100	0
	P.ip.bl.	4	20	9	4	80	9	1	20	9	0	100	0
	Souch.r.	4	10	9	2	0	9	0	100	0	1	0	9
17	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	60	1
	Fol.av.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	2
	Panic pdc	5	0	0	5	0	0	5	0	0	3	95	9
	Sét.ver.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Abutilon	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Tomate	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lis.ch.	4	0	9	5	0	0	5	0	0	4	0	2
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Sorgho	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9
	Sorgho A.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	P.ip.bl.	5	0	0	5	0	0				0	100	11
	Souch.r.												

TABLEAU I (suite)

Dose (kg/ha)

Ex.	Espèce	0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
18	Har. Lima	4	0	0	3	0	9	2	0	9	2	50	9
	Soya	4	0	9	4	0	9	2	0	9	2	20	9
	Lamp.	3	0	9	3	20	9	2	90	9	0	100	0
	Arach.	3	50	2	3	0	9	2	0	9	3	80	9
	Coton.	4	20	9	2	70	9	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	3	90	9	2	90	9	0	100	0	1	95	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	20	9	3	40	9	2	80	9
	Tomate	3	0	9	2	0	9	2	70	9	1	90	9
	Mout.s.	3	0	9	3	0	9	3	0	9	2	50	9
	P.ip.bl.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Fol.av.	3	40	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Ren.lis.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sorgho A.	1	95	9	1	95	9	1	95	9	1	60	9
19	Har. Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	20	9
	Arach.	4	80	11	4	0	2	4	0	2	4	50	2
	Coton.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	1
	Sét.ver.	4	0	9	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	2	4	0	9	4	0	9
	Tomate	4	0	9	5	0	0	4	0	9	3	95	2
	Mout.s.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	3	0	9	3	60	9	3	70	9	0	100	0
	Panic pdc	5	0	0	4	0	9	4	0	9	3	0	9
	Fol.av.	4	0	9	4	0	9	5	0	0	4	0	1
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	3	0	9	2	0	9
	Ren.lis.	3	0	9	3	0	9	2	0	9	2	0	9
	Sorgho A.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9

889040

TABLEAU I (suite)

		Dose (kg/ha)											
		0,500			1,000			2,000			4,000		
Ex.	Espèce	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
20	Har.Lima	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Arach.	5	0	0	3	80	11	5	0	0	5	0	0
	Coton.	5	0	0	5	0	0	4	60	11	5	0	0
	Sét.ver.	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	5	0	0	4	0	9
	Tomate	4	0	9	4	0	9	5	0	0	4	0	9
	Mout.s.	5	0	0	4	0	9	5	0	0	5	0	0
	P.ip.bl.	5	0	0	4	0	9	5	0	0	4	0	9
	Panic pdc	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Fol.av.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Abutilon	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9
	Ren.lis.	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9
	Sorgho A.	4	0	9	4	0	9	5	0	0	4	0	9
21	Har.Lima	5	0	0	4	0	9	4	0	2	4	0	9
	Soya	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	Lamp.	3	0	9	3	0	9	2	0	9	2	0	9
	Arach.	5	0	0	5	0	0	3	80	11	4	0	9
	Coton.	5	0	0	4	0	9	4	0	0	4	0	9
	Sét.ver.	4	0	9	4	0	9	4	20	9	4	0	9
	Lis.ch.	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9
	Tomate	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9
	Mout.s.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	0	9
	P.ip.bl.	4	0	9	4	0	9	3	30	2	3	50	9
	Panic pdc	4	0	9	3	0	9	3	20	9	2	30	9
	Fol.av.	3	0	9	2	0	9	2	0	9	2	10	9
	Abutilon	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9
	Ren.lis.	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9
	Sorgho A.	3	0	9	3	40	9	2	10	9	2	20	9

TABLEAU I (suite)

Ex.	Espèce	Dose (kg/ha)											
		0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
22	Har.Lima	5	0	0	4	0	0	4	0	9	4	0	0
	Soya	5	0	0	4	0	0	5	0	0	4	0	9
	Lamp.	4	0	9	3	60	9	2	0	9	2	0	9
	Souch.r.	4	0	9	3	0	9	2	0	9	2	0	9
	Arach.	5	0	0	4	0	0	5	0	0	4	0	9
	Coton.	5	0	0	4	0	9	4	0	9	2	90	9
	Sét.ver.	3	40	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Lis.ch.	3	10	9	3	20	9	2	95	9	0	100	0
	Tomate	2	70	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Mout.s.	4	0	9	3	0	9	2	90	9	0	100	0
	P.ip.bl.	4	0	9	3	20	9	0	100	0	0	100	0
	Fol.av.	4	0	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Abutilon	3	0	9	2	85	9	0	100	0	0	100	0
	Ren.lis.	3	0	9	3	0	9	2	85	9	2	95	9
	Sorgho A.	2	95	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
22(A)	Har.Lima	4	60	11	4	0	0	4	0	0	0	100	11
	Fol.av.	4	70	9	3	90	9	3	95	9	0	100	0
	Panic pdc	3	90	9	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	4	30	9	3	30	9	3	90	9	3	90	2
	Abutilon	3	60	9	3	90	9	3	90	2	2	90	1
	Tomate	4	0	9	3	0	9	2	80	9	2	30	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	80	9	4	95	2	3	40	9
	Mout.s.	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	P.ip.bl.	3	0	9	3	0	2	3	80	9	2	0	9
	Soya	0	100	11	0	100	11	5	0	0	0	100	11
	Lamp.	4	0	9	3	40	9	2	50	9	0	100	0
	Ren.lis.	4	0	9	4	0	9	4	20	9	2	90	9
	Sorgho A.	4	0	9	3	0	9	3	20	9	3	30	9
	Souch.r.										5	0	0

TABLEAU I (suite)

Ex.	Espèce	Dose (kg/ha)											
		0,500			1,000			2,000			4,000		
		V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
23(B)	Har.Lima	2	0	9	2	0	9	1	0	9	1	20	9
	Fol.av.	2	95	9	0	100	0	1	95	9	0	100	0
	Panic pdc	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	Sét.ver.	4	30	9	3	70	9	3	95	9	2	95	9
	Abutilon	0	100	0	1	95	9	1	90	9	1	95	9
	Tomate	2	50	9	2	90	9	2	95	9	0	100	0
	Lis.ch.	2	50	9	2	95	9	2	95	9	0	100	0
	Mout.s.	2	80	9	2	90	9	2	90	9	0	100	0
	P.ip.bl.	2	0	9	2	40	9	1	20	9	1	50	9
	Soya	0	100	11	0	100	11	0	100	11	0	100	11
	Lamp.	3	0	9	3	0	9	2	20	9	2	60	9
	Ren.lis.	3	0	9	3	0	9	2	0	9	2	30	9
	Sorgho A.	3	90	9	1	90	9	1	90	9	1	90	9
	Souch.r.										1	0	9
24	Har.Lima	3	0	9	2	0	9	2	0	9	1	20	9
	Fol.av.	4	70	9	4	80	9	2	90	9	2	95	9
	Panic pdc	3	80	9	3	60	9	2	95	9	0	100	0
	Sét.ver.	4	0	9	4	10	9	3	20	9	3	80	9
	Abutilon	3	0	9	2	10	9	2	30	9	2	80	9
	Tomate	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	0	9
	Lis.ch.	4	0	9	4	0	9	3	0	9	3	0	9
	Mout.s.	4	0	9	4	0	9	2	0	9	2	0	9
	P.ip.bl.	3	0	9	2	0	9	2	20	9	1	30	9
	Soya	0	100	11	0	100	11	5	0	0	0	100	11
	Lamp.	3	0	9	2	60	9	2	70	9	2	70	9
	Ren.lis.	2	0	9	2	10	9	2	30	9	2	90	9
	Sorgho A.	2	30	9	2	90	9	2	90	9	1	90	9
	Souch.r.										2	0	9

TABLEAU II

Activité herbicide en post-levée de certains
dérivés d'acide hydroxamique

Dose 8 kg/ha

Ex.	Har. Lima			Fol. Av.			Panic pdc			Sét. ver.			Abuti- lon			Tomate			Lis. ch.		
	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
1	2	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9	2	0	9	3	0	9	3	0	9
2	4	0	5	5	0	0	4	0	1	4	0	1	3	0	9	4	0	9	3	0	9
3	4	0	2	5	0	0	5	0	0	4	0	9	3	0	9	5	0	0	4	0	9
4	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	60	9	2	20	9	2	20	9	2	0	9
5	4	0	6	4	0	9	4	0	9	4	0	9	2	20	9	4	0	9	3	0	9
6	5	0	0	4	0	1	4	0	1	4	0	1	3	0	9	5	0	0	4	0	9
7	4	0	6	4	0	9	3	0	9	3	0	9	3	30	9	4	0	9	3	0	9
8	3	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9	3	30	9	3	20	9
9	4	0	2	5	0	0	4	0	3	4	0	3	4	0	9	5	0	0	3	0	9
10	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	90	9	2	0	9	2	0	9	2	70	9
11	2	0	9	2	0	9	2	0	9	3	20	9	2	0	9	4	0	9	3	40	9
12	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9	2	70	9	3	0	9			-
13	3	0	9	3	0	9	3	0	9	4	0	9	2	90	9	3	0	9			-
14	3	0	9	3	0	9	3	0	9	4	0	9	2	80	9	3	0	9			-
16	2	0	9	3	0	9	3	0	9	3	0	9	3	50	9	2	60	9	3	0	9
17	4	0	1	4	0	1	4	0	1	4	0	1	3	0	9	4	0	1	4	0	1
18	1	40	9	0	100	0	2	20	9	0	100	0	2	30	9	2	60	9	2	0	9
19	4	0	1	4	0	1	4	0	1	4	0	1	3	20	9	4	0	9	3	0	9
20	4	0	0	4	0	9	5	0	0	3	20	2	3	0	9	5	0	0	5	0	0
21	3	0	9	4	0	1	3	0	9	3	0	9	3	0	9	4	0	9	3	0	9
22	3	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	10	9	2	0	9
23(A)	2	0	9	2	0	9	2	0	9	3	40	9	2	30	9	2	80	9	3	20	9
23(B)	2	0	9	2	0	9	2	0	9	2	0	9	1	50	9	2	20	9	3	60	1
24	3	0	9	3	0	9	2	0	9	3	0	9	2	0	9	4	0	9	3	0	9

TABLEAU III

Activité herbicide en pré-levée de certains dérivés
d'acide hydroxamique

Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)

4,00 kg/ha (2e ligne)

Ex.	Panic pdc			Lis. ch.			Sét. ver.			Har. Lima			Soya			Abuti- lon			Fol. av.		
	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
15*	0	100	0	2	20	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	3	50	9	3	40	9	0	100	0	0	100	0
25	0	100	0	4	0	9	4	80	9	4	0	0	5	0	0	3	80	9	3	80	9
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	20	9	5	0	0	2	95	9	3	95	9
26	0	100	0	3	60	9	0	100	0	3	0	9	4	0	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	2	80	9	3	0	9	0	100	0	1	95	9
27	0	100	0	3	50	9	3	80	9	4	0	2	0	100	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	90	9	0	100	0	3	60	9	4	0	9	0	100	0	2	95	9
28	0	100	0	3	0	1	0	100	0	3	0	9,4	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	60	1	0	100	0	3	60	9,2	4	0	9	0	100	0	0	100	0
29	2	95	9,2	4	0	9	3	40	9,2	4	0	0	5	0	0	0	100	0	2	60	9,2
	0	100	0	4	0	9	2	95	9,2	4	0	9,2	5	0	0	0	100	0	0	100	0
30	0	100	0	2	95	9	0	100	0	4	0	2,9	4	0	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	1	95	9	0	100	0	3	0	2,9	3	20	2,9	0	100	0	0	100	0
31	0	100	0	3	50	9,2	0	100	0	2	0	9,2	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	2	95	9,2	0	100	0	0	100	0	4	0	9	0	100	0	0	100	0
32	0	100	0	4	50	9	0	100	0	3	0	2,9	5	0	0	4	90	9	3	80	9
	0	100	0	3	95	2,9	0	100	0	3	0	2,9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
33	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	1	5	0	0
34	1	95	9	3	70	9	0	100	0	3	40	9	4	0	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0	3	0	9	0	100	0	0	100	0
35A	3	40	9	4	0	9	3	95	9	4	0	9	5	0	0	3	0	9	2	60	9
	2	95	9	3	0	9	3	95	9	4	0	9	5	0	0	3	10	9	2	80	9

* Dose: 1,00 kg/ha (1e ligne)

2,00 kg/ha (2e ligne)

00000

TABLEAU III (suite)

Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)
4,00 kg/ha (2e ligne)

Ex.	Panic pdc			Lis. ch.			Sét. ver.			Har. Lima			Soya			Abuti- lon			Fol. av.		
	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
35B	0	100	0	3	40	9	3	95	9	4	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	3	20	2	4	10	9	0	100	0	0	100	0
36	0	100	0	2	90	9	0	100	0	2	80	11	0	100	11	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	1	90	9	0	100	0	0	100	0	3	90	11	0	100	0	0	100	0
37	0	100	0	3	90	9	0	100	0	0	100	11	0	100	11	0	100	0	1	95	9
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	3	80	11	0	100	11	0	100	0	1	95	9
38	0	100	0	3	90	9	0	100	0	1	80	11	4	80	11	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	3	80	11	0	100	11	0	100	0	1	95	9
39	0	100	0	4	0	9	3	95	9	4	60	11	0	100	11	3	30	9	4	95	9
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	3	0	9	0	100	11	2	95	9	2	95	9
40	3	90	9	5	0	0	4	30	9	4	0	9	5	0	0	3	20	9	3	90	9
	0	100	0	4	0	9	4	60	9	3	60	9	0	100	11	3	80	9	3	90	9
41	0	100	0	3	0	9	3	80	9	3	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	0	9	2	95	9	3	80	9	4	0	9	2	95	9	1	95	9
42	4	0	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9	5	0	0
	4	0	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	0	100	11	3	0	9	5	0	0
43	0	100	0	3	20	9	0	100	0	2	60	9	0	100	11	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	1	80	9	0	100	11	0	100	0	0	100	0
44	3	90	9	5	0	0	4	0	9	5	0	0	0	100	11	3	0	9	4	0	9
	3	90	9	4	0	9	4	0	9	4	0	2	0	100	11	3	20	9	3	80	9
45	0	100	0	5	0	0	4	0	9	5	0	0	5	0	0	3	50	9	3	0	9
	0	100	0	4	0	9	1	90	9	5	0	0	5	0	0	2	50	9	3	20	9
46	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	3	60	9	2	90	9
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	2	95	9	0	100	0
47	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	0	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
48	0	100	0	3	0	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	2	90	9	0	100	0	3	80	9	4	0	9	0	100	0	0	100	0
49	0	100	0	3	50	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	0	100	0	2	80	9
	0	100	0	3	0	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	0	100	0	1	90	9

000040

TABLEAU III (suite)

Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)

4,00 kg/ha (2e ligne)

	Panic pdc			Lis. ch.			Sét. ver.			Har. Lima			Soya			Abuti- lon			Fol. av.		
Ex.	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
50	4 0	9		4 0	9		5 0	0		5 0	0		5 0	0		3 0	9		4 0	9	
	3 0	9		4 0	9		4 0	9		5 0	0		5 0	0		3 10	9		4 0	9	
51	0 100	0		3 60	9		3 90	9		3 0	9,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
	0 100	0		0 100	0		0 100	0		2 50	9,2	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
52	0 100	0		0 100	0		3 70	9		3 0	2,9	4 50	2		0 100	0		2 95	1		
	0 100	0		0 100	0		0 100	0		0 100	0		3 60	2		0 100	0		0 100	0	
53	0 100	0		4 0	9		3 90	9		4 0	9,4	5 0	0		3 40	9		3 60	9		
	0 100	0		4 20	9		0 100	0		3 30	9,4	5 0	0		1 90	9		0 100	0		
54	0 100	0		4 0	9		3 80	9		3 0	9,4	5 0	0		0 100	0		3 40	9		
	0 100	0		4 0	9		0 100	0		0 100	11	5 0	0		0 100	0		2 90	9		
55	0 100	0		4 20	9		0 100	0		3 60	9,2	5 0	0		3 90	9		0 100	0		
	0 100	0		3 0	9		0 100	0		3 0	9,2	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
56	0 100	0		4 0	9		0 100	0		4 0	0	-			2 90	9		2 80	9		
	0 100	0		4 0	9		0 100	0		4 0	9	-			0 100	0		3 70	9		
57	0 100	0		4 20	2,9	4 90	0		4 0	2,4	4 0	2		0 100	0		2 90	9			
	0 100	0		3 80	2,9	0 100	0		3 40	2,4	4 20	2,9	2 95	9		0 100	0		0 100	0	
58	0 100	0		3 70	2,9	0 100	0		3 0	2,4	4 0	0		0 100	0		0 100	0			
	0 100	0		0 100	0		0 100	0		3 40	2,4	4 0	9		0 100	0		0 100	0		
59	0 100	0		3 90	2,9	0 100	0		3 0	2,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0			
	0 100	0		0 100	0		0 100	0		3 0	2,4	4 0	9		0 100	0		0 100	0		
60	0 100	0		3 95	9		0 100	0		3 50	2,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
	0 100	0		3 95	2,9	0 100	0		3 50	2,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0			
61	0 100	0		0 100	0		0 100	0		3 30	2,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
	0 100	0		2 95	9		0 100	0		3 30	2,4	4 0	9		0 100	0		0 100	0		
62	0 100	0		0 100	0		0 100	0		3 20	2,4	5 0	0		0 100	0		0 100	0		
	0 100	0		2 90	2,9	0 100	0		2 30	2,4	3 0	9		0 100	0		0 100	0			
63	4 0	2,9	5 0	0	4 0	9	4 0	0	5 0	0	3 30	9	-								
	3 0	2,9	4 0	9	4 0	2,9	4 0	0	5 0	0	3 60	2,9	-								
64	0 100	0		3 0	9		3 95	2	4 0	9	4 0	9		0 100	0		3 95	9			
	0 100	0		0 100	0		0 100	0	3 0	2,4	3 0	9		0 100	0		0 100	0			

000000

TABLEAU III (suite)

Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)
4,00 kg/ha (2e ligne)

Ex.	Panic pdc			Lis. ch.			Sét. ver.			Har. Lima			Soya			Abuti- lon			Fol. av.		
	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
65	0	100	0	3	80	9	3	95	2,9	4	0	2,4	4	0	9	0	100	0	3	95	9
	0	100	0	3	80	2,9	3	95	2,9	3	0	2,4	3	0	9	0	100	0	0	100	0
66	0	100	0	3	50	9	0	100	0	4	0	2,4	5	0	0	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	60	9	0	100	0	3	0	2,4	3	0	9	0	100	0	0	100	0
67	4	0	9	4	0	9	4	0	9	4	0	0	5	0	0	3	30	9	5	0	0
	3	80	2,9	3	0	9	4	0	2,9	4	0	6	5	0	0	2	80	9	4	0	9
68	2	95	2,9	4	0	9	3	90	2,9	5	0	0	5	0	0	3	95	9	3	70	9
	0	100	0	4	0	9	3	95	2,9	4	0	9	5	0	0	2	95	9	2	95	9
69	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	95	11
	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	95	11
70	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0
71	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	0	100	0	3	30	9
	0	100	0	4	90	9	0	100	0	3	20	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
72	0	100	0	4	0	9	3	95	2	4	0	9	5	0	0	3	40	9	3	80	9
	0	100	0	4	60	9	3	95	2	3	0	9	5	0	0	3	90	2	3	95	2
73	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	3	90	9	3	90	9
	0	100	0	4	20	9	0	100	0	4	0	2,9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
74	0	100	0	4	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0	3	0	9	4	40	9
	0	100	0	4	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0	3	0	9	3	40	9
75	3	95	9	4	0	9	4	0	9	3	0	2,4	5	0	0	3	0	9	3	20	9
	3	95	9	3	0	9	4	20	9	3	0	2,4	4	0	9	3	90	9	3	60	9
76	0	100	0	4	0	9	3	95	2,9	3	0	2,4	5	0	0	3	90	2,9	3	20	9
	0	100	0	3	0	9	0	100	0	3	0	2,4	3	0	2,9	2	90	2	3	40	9
77	0	100	0	4	0	9	0	100	0	5	0	0	5	0	0	3	80	2,9	5	0	0
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	0	5	0	0	0	100	0	4	0	9
78	0	100	0	4	0	9	0	100	0	5	0	0	5	0	0	0	100	0	5	0	0
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
79	4	0	1	5	0	0	4	0	1	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	1
	3	10	9	4	0	9	3	0	9	4	0	9	5	0	0	4	0	9	4	0	9

000040

TABLEAU III (suite)

Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)
4,00 kg/ha (2e ligne)

Ex.	Panic pdc			Lis. ch.		Sét. ver.			Har. Lima		Soya			Abuti- lon			Fol. av.				
	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N			
80	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	0	5	0	0	1	95	9	3	40	2,9
	0	100	0	3	30	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
81	0	100	0	3	0	2,9	0	100	0	5	0	0	5	0	0	4	0	2,9	3	80	2,9
	0	100	0	2	20	2,9	0	100	0	4	0	0	3	0	2,9	0	100	0	2	90	2,9
82	0	100	0	4	0	9	3	95	9	5	0	0	5	0	0	3	40	9	4	0	9
	0	100	0	4	0	9	0	100	9	5	0	0	5	0	0	0	100	0	4	0	9
83	4	10	9	4	0	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	3	0	9	4	0	9
	3	90	9	3	0	9	4	0	9	5	0	0	5	0	0	3	0	9	4	0	9
84	0	100	0	3	50	9	0	100	0	3	80	9	0	100	11	0	100	0	1	95	9
	0	100	0	3	80	9	0	100	0	1	50	9	2	0	9	0	100	0	1	95	9
85	0	100	0	5	0	0	4	40	9	4	0	2	5	0	0	3	0	9	1	95	9
	0	100	0	4	40	9	4	80	9	4	80	11	5	0	0	3	30	9	0	100	0
86	0	100	0	4	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0	4	20	9	3	80	9
	4	95	9	4	0	9	4	20	9	3	20	9	4	0	9	0	100	0	3	90	9
87	0	100	0	3	50	9	0	100	0	3	0	9	5	0	0	2	0	9	3	10	9
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	2	70	1	4	0	1	1	95	9	0	100	0
88	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	2,4	4	0	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	0	2,9	0	100	0	1	80	1	4	0	9	0	100	0	0	100	0
89	0	100	0	4	60	2,9	0	100	0	3	50	2,4	4	0	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	3	90	2,9	0	100	0	2	50	2,4	2	0	2,9	0	100	0	0	100	0
90	0	100	0	0	100	0	0	100	0	2	20	2,4	3	10	9	0	100	0	0	100	0
	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0	2	30	2,9	0	100	0	0	100	0
91	4	70	9	4	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0	3	95	9	4	0	9
	3	95	2,9	5	0	0	4	30	2,9	3	0	2,9	5	0	0	2	90	9	3	0	9
92	5	0	0	4	0	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	3	0	9	4	0	9	4	0	9	5	0	0	5	0	0	3	0	9	4	0	9
93	0	100	0	5	0	0	3	60	9,2	4	0	9	5	0	0	3	60	9,2	4	65	9
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
94	4	25	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	0	9
	2	95	9,2	4	0	9	4	10	9,2	5	0	0	5	0	0	3	25	9,2	3	65	9,2

TABLEAU III (suite)

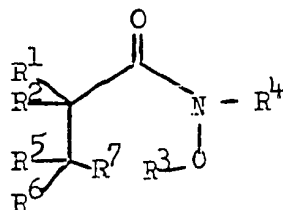
Dose: 2,00 kg/ha (1e ligne)

4,00 kg/ha (2e ligne)

	Panic pdc			Lis. ch.			Sét. ver.			Har. Lima			Soya			Abuti- lon			Fol. av.		
Ex.	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N	V	M	N
95	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	2	95	9	0	100	0
	0	100	0	3	0	9,2	0	100	0	2	95	9,2	4	0	9	0	100	0	0	100	0
96	0	100	0	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	3	0	9	0	100	0
	0	100	0	4	0	9	0	100	0	3	0	9,2	4	0	9	3	0	9	0	100	0
97	2	95	9,2	5	0	0	3	0	9,2	4	0	2	5	0	0	4	10	9,2	4	0	9
	2	95	9,2	5	0	0	2	60	9,2	4	0	2	5	0	0	3	20	9,2	3	50	9,2
98	3	85	9,2	5	0	0	0	100	0	4	0	0	5	0	0	4	0	9	4	85	9
	2	95	9,2	4	0	9	0	100	0	3	0	9,2	5	0	0	4	50	9,2	2	95	9,2
99	0	100	0	4	0	9	3	70	9,2	4	0	9	5	0	0	4	20	9,2	3	60	9,2
	3	75	9,2	4	0	9	0	100	0	4	0	9	5	0	0	0	100	0	0	100	0
100	4	50	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	3	40	9,2	3	75	9,2
	0	100	0	5	0	0	4	0	2	5	0	0	5	0	0	2	95	9,2	3	95	9
101	4	40	9,2	5	0	0	4	20	9,2	4	0	2	5	0	0	2	60	9,2	4	50	9,2
	2	90	9,2	4	0	9	2	95	9,2	4	0	9,2	5	0	0	2	80	9,2	4	75	9,2
102	0	100	0	4	0	9	0	100	0	5	0	0	5	0	0	2	95	9,2	2	90	9,2
	0	100	0	3	0	9,2	0	100	0	3	0	9	4	0	9	0	100	0	0	100	0
103	4	20	9	5	0	0	5	0	0	5	0	0	5	0	0	4	0	9	4	30	1
	0	100	0	5	0	0	4	0	9,2	5	0	0	5	0	0	3	60	9,2	4	50	1
104	0	100	0	4	0	9	4	80	9	5	0	0	5	0	0	3	0	9	3	75	9
	0	100	0	4	0	0	0	100	9	5	0	0	5	0	0	3	0	9	2	95	9
105	0	100	0	4	50	9	0	100	0	4	0	2,9	5	0	0	2	90	9	-	-	-
	0	100	0	3	80	2,9	0	100	0	3	20	2,9	3	0	9	0	100	0	-	-	-
106	0	100	0	4	30	9	0	100	0	3	0	9,2	5	0	0	2	40	9	3	90	9
	0	100	0	4	50	9	3	95	9	3	60	9,4	5	0	0	3	95	9	0	100	0

REVENDICATIONS

1 - Composé de formule:



où R^1 et R^2 représentent indépendamment des radicaux méthyle ou éthyle;

R^3 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle en C_1-C_4 , aralkyle en C_7-C_{14} , tétrahydropyrannyle, t-butyl-diméthylsilyle, arylsulfonyle ou $-C(=O)R^8$, où R^8 représente un radical alkyle en C_1-C_6 éventuellement halogéno-substitué, aryle, alkylamino, arylamino, alkoxy éventuellement halogéno-substitué, phénoxy, phénoxyalkyle, alkylthio ou arylthio, tout radical aryle pouvant être halogéno-, méthyl-, méthoxy-, nitro-, amino- ou trifluorométhyl-substitué ou bien

R^3 et R^7 comprennent ensemble une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle;

R^4 représente un radical alkyle en C_1-C_4 , phényle ou

$-CH_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Y}_n$, où X représente un atome d'hydrogène, de chlore, de brome, de fluor ou d'iode ou un radical méthyle, Y représente un atome de chlore, de brome ou de fluor ou un radical cyano, méthoxy ou 4,5-méthylènedioxy et n représente 0, 1 ou 2;

R^5 représente un atome d'hydrogène, de chlore ou de brome ou un radical phénylamino ou OR^9 , où R^9 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle, alkényle, alkynyle, alkoxyalkyle comptant jusqu'à 6 atomes de carbone, benzyle, phényle éventuellement nitro-substitué,

acyle en C_2-C_4 éventuellement halogéno-substitué, benzoyle, alkylcarbamoyle ou phénylcarbamoyle ;

R^6 représente un atome d'hydrogène ;

R^7 représente un atome d'hydrogène, de chlore ou de brome ou un radical hydroxyle, méthylthio, acétoxy ou benzyloxy ou bien

R^7 et R^3 comprennent ensemble une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle.

2 - Composé suivant la revendication 1, dans la formule duquel

R^1 et R^2 représentent des radicaux méthyle ;

R^4 représente un radical $-CH_2-\text{C}_6\text{H}_4$ où X représente

un atome de chlore, de brome ou de fluor et Y représente un atome de chlore ou de fluor en position 4 ou 5 ou de brome en position 4 lorsque n représente 1 et représente des atomes de chlore en position 4 et 5 ou des atomes de fluor en positions 4 et 5 lorsque n représente 2.

3 - Composé suivant la revendication 2, dans la formule duquel

R^3 représente un atome d'hydrogène ou un radical tétrahydropyrannyle, t-butyldiméthylsilyle ou $-C \equiv O R^8$, où R^8 représente un radical alkyle en C_1-C_3 , chlorométhyle, 1-chloroéthyle, phényle éventuellement trifluorométhyl-substitué, méthylamino, phénylamino éventuellement chloro-, fluoro-, méthoxy- ou trifluorométhyl-substitué, alkoxy en C_1-C_2 éventuellement chloro-substitué, phénoxy, phénoxy-méthyle éventuellement chloro-substitué et R^7 représente un atome de chlore ou de brome ou un radical benzyloxy.

4 - Composé suivant la revendication 3, dans la formule duquel

R^5 représente un atome d'hydrogène ou de chlore.

5 - Composé suivant la revendication 3, dans la formule duquel

R^5 représente un radical OR^9 , où R^9 représente un atome d'hydrogène ou un radical méthyle, éthyle, isopropyle, s-butyle, cyclopropylméthyle, 2-propényle, 2-butényle, 2-propynyle, acétyl éventuellement chloro-substitué ou benzoyle.

6 - Composé suivant la revendication 2, dans la formule duquel

R^3 et R^7 comprennent ensemble une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle.

7 - Composé suivant la revendication 6, dans la formule duquel

R^5 représente un atome d'hydrogène ou de chlore ou un radical OR^9 , où R^9 représente un atome d'hydrogène ou un radical méthyle, éthyle, isopropyle, s-butyle, cyclopropylméthyle, 2-propényle, 2-butényle, 2-propynyle, acétyl éventuellement chloro-substitué ou benzoyle.

8 - Composé suivant la revendication 1, qui est le 3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

9 - Composé suivant la revendication 1, qui est le N-(2-bromophényl)méthyl-3-chloro-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

10 - Composé suivant la revendication 1, qui est le 3-chloro-N-(2,4-dichlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

11 - Composé suivant la revendication 1, qui est le 3-bromo-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

12 - Composé suivant la revendication 1, qui est

889040

le N-benzoyloxy-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide.

13 - Composé suivant la revendication 1, qui est le N-acétoxy-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide.

14 - Composé suivant la revendication 1, qui est le N-(chloroacétoxy)-3-chloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-2,2-diméthylpropanamide.

15 - Composé suivant la revendication 1, qui est le 3,3-dichloro-N-(2-chlorophényl)méthyl-N-hydroxy-2,2-diméthylpropanamide.

16 - Composé suivant la revendication 1, qui est le 3-chloro-N-[(2,4-dichlorophénoxy)acétoxy]-N-[(2-chlorophényl)méthyl]-2,2-diméthylpropanamide.

17 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

18 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-bromophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

19 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2,4-dichlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

20 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 5-chloro-2-(2-chlorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

21 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chlorophényl)méthyl-5-méthoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

22 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chlorophényl)méthyl-5-éthoxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

23 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chlorophényl)méthyl-5-hydroxy-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

889040

xazolidinone.

24 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chloro-4-fluorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

25 - Composé suivant la revendication 1, qui est la 2-(2-chloro-5-fluorophényl)méthyl-4,4-diméthyl-3-isoxazolidinone.

26 - Composition herbicide, caractérisée en ce qu'elle comprend une quantité herbicide efficace d'un composé suivant la revendication 1 en mélange avec au moins un excipient acceptable en agriculture et au moins un agent tensio-actif.

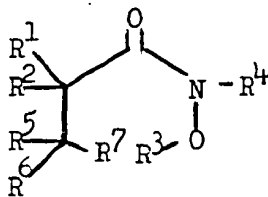
27 - Procédé pour combattre le développement de la végétation indésirable, caractérisé en ce qu'on applique à l'endroit à protéger une quantité herbicide efficace d'un composé suivant la revendication 1.

28 - Procédé suivant la revendication 27, caractérisé en ce que l'endroit à protéger est planté ou sera planté de soya.

29 - Procédé suivant la revendication 27, caractérisé en ce que l'endroit à protéger est planté ou sera planté de pommes de terre.

30 - Procédé suivant la revendication 27, caractérisé en ce que le composé est un composé suivant l'une quelconque des revendications 8 à 25.

31 - Procédé de préparation d'un composé de formule:

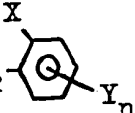


où R^1 et R^2 représentent indépendamment des radicaux méthyle

ou éthyle,

R^3 représente un atome d'hydrogène ou un radical tétrahydropyrannyle ou $-C \equiv O R^8$, où R^8 représente un radical alkyle en C_1-C_6 éventuellement halogéno-substitué, aryle, alkylamino, arylamino, alkoxy éventuellement halogéno-substitué, phénoxy, phénoxyméthyle et tout radical aryle peut être halogéno-, méthyl-, méthoxy-, nitro-, amino ou trifluorométhyl-substitué, ou bien

R^3 et R^7 comprennent ensemble une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle;

R^4 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle en C_1-C_4 , phényle, $-CH_2-$  où X représente un atome

d'hydrogène, de chlore, de brome, de fluor ou d'iode ou un radical méthyle, Y représente un atome de chlore, de brome ou de fluor ou un radical cyano, méthoxy ou 4,5-méthylènedioxy et n représente 0, 1 ou 2;

R^5 représente un atome d'hydrogène, de chlore ou de brome ou un radical phénylamino ou OR^9 , où R^9 représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle, alkényle, alkynyle, alkoxyalkyle comptant jusqu'à 6 atomes de carbone, benzyle, phényle éventuellement nitro-substitué, acyle en C_2-C_4 éventuellement halogéno-substitué, benzoyle, alkylcarbamoyle ou phénylcarbamoyle;

R^6 représente un atome d'hydrogène;

R^7 représente un atome d'hydrogène, de chlore ou de brome ou un radical hydroxyle, acétoxy, benzyloxy ou bien

R^7 et R^3 comprennent ensemble une liaison carbone-oxygène simple formant un cycle,

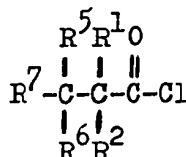
caractérisé en ce que

(1) on fait réagir une hydroxylamine de formule:

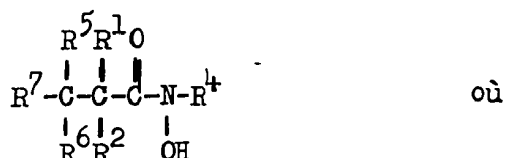
889040



dans un solvant inerte, qui peut contenir éventuellement un éther triméthylsilylique de formule $R^4NHOSi(CH_3)_3$, en présence d'un accepteur d'acide, avec un chlorure de propionyle de formule:



ou éventuellement l'ester éthylique ou méthylique de l'acide propionique substitué correspondant, pour former un propanamide de formule:



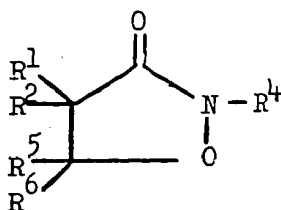
(2) on peut faire réagir le radical N-hydroxyle

avec

(a) le dihydropyranne en présence d'un catalyseur acide pour former un éther, ou

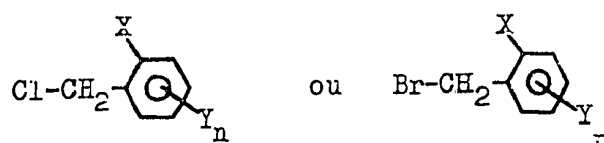
(b) avec un composé de formule $R^8-\overset{O}{\parallel}C-Cl$ en présence d'un accepteur d'acide pour former un ester, ou

(c) avec du chlore ou du brome comme radical R^7 en milieu basique pour la cyclisation en une isoxazolidinone de formule:

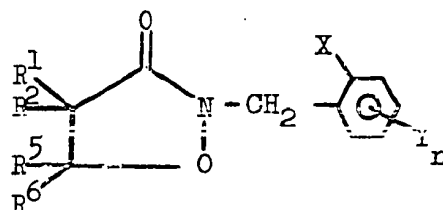


qui

(3) lorsque R^4 représente un atome d'hydrogène forme dans ce milieu basique un sel de métal alcalin qu'on fait réagir avec un halogénure de benzyle substitué,



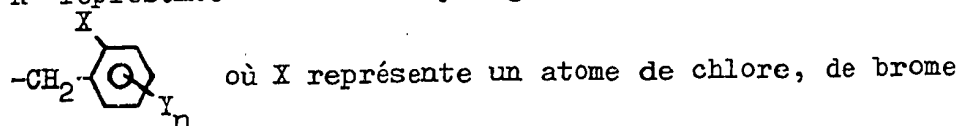
éventuellement en présence d'un catalyseur par transfert de phase, pour former une isoxazolidinone de formule:



que

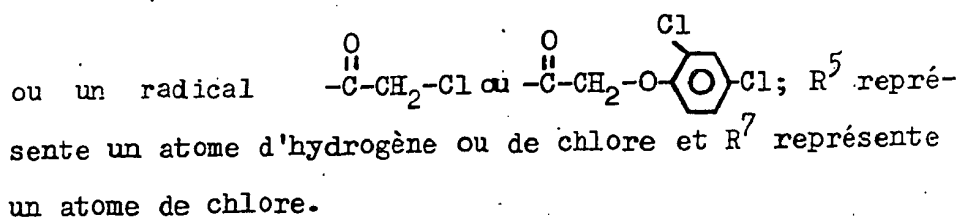
(4) on peut faire réagir encore avec un composé de formule HOR^9 lorsque R^5 représente un atome de chlore ou de brome.

32- Procédé suivant la revendication 31, caractérisé en ce que R^1 et R^2 représentent des radicaux méthyle, R^4 représente un atome d'hydrogène ou un radical



ou de fluor et Y représente un atome de chlore ou de fluor en position 4 ou 5 ou de brome en position 4 lorsque n représente 1 ou représente des atomes de chlore en positions 4 et 5 ou des atomes de fluor en positions 4 et 5 lorsque n représente 2.

33 - Procédé suivant la revendication 32, caractérisé en ce que R^3 représente un atome d'hydrogène



34 - Procédé suivant la revendication 32, caractérisé en ce que R^3 et R^7 comprennent une liaison carbone-

oxygène simple formant un cycle.

35 - Procédé suivant la revendication 34, caractérisé en ce que R^5 représente un atome d'hydrogène ou de chlore ou un radical hydroxyle, méthoxy ou éthoxy.

Bruxelles, le 1er juin 1981

P.Pon.de FMC CORPORATION

OFFICE KIRKPATRICK - G.C. PLUCKER.

