

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 12518

(54) Composition herbicide et procédé d'inhibition de la croissance des mauvaises herbes.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). A 01 N 37/18.

(22) Date de dépôt..... 25 juin 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : Japon, 26 juin 1980, n° 87135/80.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 53 du 31-12-1981.

(71) Déposant : Société dite : KUREHA KAGAKU KOGYO KK, résidant au Japon.

(72) Invention de : Katsumichi Aoki, Hideo Arabori, Keigo Satake et Hiroyasu Shinkawa.

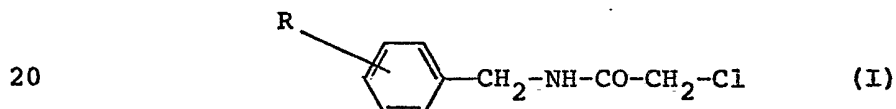
(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Société de protection des inventions,
25, rue de Ponthieu, 75008 Paris.

La présente invention concerne des compositions herbicides et des procédés pour les utiliser.

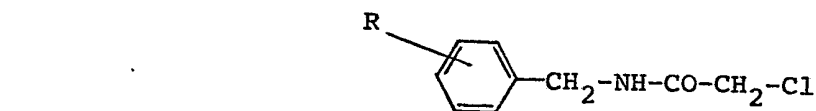
De nombreux dérivés du 2-chloroacétamide ont été jusqu'à présent préparés par synthèse, et plusieurs
5 d'entre-eux, par exemple le N-benzyl-2-chloroacétamide (voir brevet des Etats Unis d'Amérique n° 2.864.679) et le N,N-diallyl-2-chloroacétamide (voir brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2.864.683) sont connus pour présenter une activité herbicide. Cependant, les dérivés du
10 2-chloroacétamide connus jusqu'à présent ont l'inconvénient d'une action herbicide insuffisante, d'un manque de sélectivité dans la lutte contre les plantes nuisibles et les mauvaises herbes et de leur action irritante sur la peau humaine lors de leur application.

15 A la suite d'une étude sur l'action herbicide des dérivés du 2-chloroacétamide, la demanderesse a trouvé que les composés répondant à la formule :



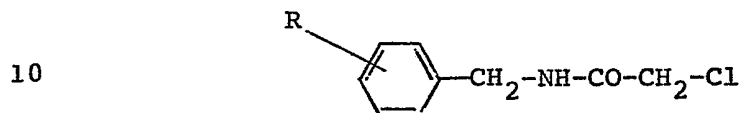
dans laquelle R représente un radical méthoxy, éthoxy, propoxy, isopropoxy ou allyloxy, présentaient d'excellentes propriétés herbicides et est parvenue à la présente
25 invention.

Un des buts de l'invention est de fournir une composition herbicide comprenant une quantité efficace comme herbicide d'un composé répondant à la formule :
30



dans laquelle R est un groupe méthoxy, éthoxy, propoxy, isopropoxy ou allyloxy et un support acceptable en agriculture.

Un autre but de l'invention est de fournir un
5 procédé pour inhiber la croissance de mauvaises herbes, consistant à appliquer une quantité efficace comme herbicide d'un composé répondant à la formule :



dans laquelle R est un radical méthoxy, éthoxy, propoxy, isopropoxy ou allyloxy

15 au sol sur lequel cette croissance de mauvaises herbes doit être inhibée.

Lorsqu'ils sont appliqués à des champs de plantes à feuilles obtuses comme des plants de coton et des plants de soja ou à des champs d'autres plantes
20 cultivées telles que le riz, le blé, l'orge et le maïs, ces composés présentent une excellente activité herbicide pour les mauvaises herbes graminacées telles que *Digitaria sanguinalis* (L.), *Scopoli*, *Setaria viridis* (L.) P. Beauv. var. minor, *Poa annua* L., *Echinochloa Crus-*
25 *galli* P. Beauv. var. *hispidula* Honda, *Echinochloa Crus-* *galli* P. Beauve. etc. et à des mauvaises herbes portulacacées telles que *Portulaca oleracea* L. avant la germination ou à un stade précoce de la croissance des mauvaises herbes dans le sol des champs.

30 La gamme des applications du composé en tant que constituant de la composition herbicide comprend les champs de plantes cultivées, les champs de riz inondés, les vergers et les champs non arables tels que les terrains de jeux, les emplacements d'usines etc.

En outre, les composés de l'invention possèdent la propriété particulière de ne pas présenter d'action irritante pour la peau humaine lorsque celle-ci vient en contact avec le composé lors de son application.

5 Les composés répondant à la formule (I) peuvent se préparer par un procédé connu consistant à chlorométhyliser un alcoxybenzène ou un allyloxybenzène pour donner un chlorométhylalcoxybenzène ou un chlorométhylallyloxy-benzène, et à soumettre l'intermédiaire ainsi
10 obtenu à une amination pour donner une alcoxybenzylamine ou une allyloxybenzylamine, puis à faire réagir le composé aminé avec du chlorure de chloracétyle. Cependant, conformément aux études de la demanderesse, on a trouvé que le composé pouvait être obtenu de façon simple,
15 avec un fort rendement, par amidométhylation d'un alcoxybenzène ou d'un allyloxybenzène avec du N-hydroxyméthyl-2-chloracétamide.

Des exemples concrets des composés représentés par la formule générale (I) et leurs formules développées respectives sont donnés dans le tableau I.
20

Dans les cas où le composé répondant à la formule (I) conforme à l'invention peut être utilisé comme herbicide, le composé est appliqué seul ou après dilution par un diluant, comme pour un produit agrochimique ordinaire, à une concentration appropriée, et si
25 nécessaire, après addition d'un adjuvant approprié tel qu'un agent d'épandage, un agent mouillant, un agent collant etc.

En outre, lorsqu'il n'y a pas de risques de
30 décomposition du composé par mélange avec un autre composé physiologiquement actif, et qu'on ne craint pas de décomposer ou de dégrader le composé mélangé, il est avantageux d'effectuer une combinaison avec d'autres produits chimiques physiologiquement actifs tels que
35 des herbicides, des régulateurs de la croissance des plantes, des fongicides, des bactéricides, des insecticides etc. ou avec des engrais (on entend par combinaison

l'application parallèle et l'utilisation sous forme de mélange avec ces produits chimiques).

Comme exemples de synthèses des composés utilisés comme ingrédients actifs dans l'invention, on citera les suivants :

EXEMPLE DE SYNTHESE 1 :

Synthèse du N-(4-méthoxyphénylméthyl)-2-chloracétamide (composé N° 3 du tableau 1).

Dans un mélange refroidi à la glace de 80 ml d'acide acétique et 20 ml d'acide sulfurique à 95 %, on ajoute en agitant 16 g d'anisole et 12,4 g de N-hydroxyméthyl-2-chloracétamide (voir Beilsteins, Handbuch der organischen Chemie, vol. 2, 200), et après avoir agité le mélange réactionnel pendant 30 minutes, on le laisse reposer pendant 2 jours. Puis on verse le mélange réactionnel dans de l'eau glacée et on recueille par filtration les cristaux blancs qui se déposent. On fait recristalliser les cristaux dans une solution eau-éthanol et l'on obtient 8,7 g du produit désiré avec un rendement de 41 %. Le produit fond à 101-102°C et présente des pics d'absorption infrarouge à 3320 cm^{-1} (dû à NH), 1640 cm^{-1} (dû à C = O), et 1260 cm^{-1} (dû à -O-), respectivement.

Des exemples de la composition herbicide de l'invention sont donnés ci-après, le support (diluant), l'adjuvant et leurs rapports à l'ingrédient actif variant dans de larges limites.

EXEMPLE I : Poudre mouillable.

On mélange 50 parties en poids du composé n° 5 du tableau 1, 5 parties en poids de lignosulfonate de sodium, 3 parties en poids d'alkylsulfonate de sodium et 42 parties en poids de terre de diatomées et on les soumet à une pulvérisation suivie d'un tamisage. On obtient une composition herbicide sous forme de poudre mouillable, applicable après dilution à l'eau.

EXEMPLE 2 : Concentré émulsionnable.

On mélange dans un homogénéiseur 25 parties en poids du composé n° 7 du tableau 1, 65 parties en poids de xylène et 10 parties en poids d'éther polyoxyéthylène alkylique allylique. On obtient un concentré émulsionnable que l'on applique après dilution à l'eau.

EXEMPLE 3 : Composition herbicide granulée.

On mélange intimement 8 parties en poids du composé n° 7 du tableau 1, 40 parties en poids de bentonite, 45 parties en poids d'argile et 7 parties en poids de lignosulfonate de sodium, et après avoir ajouté de l'eau au mélange on malaxe soigneusement le mélange en bouillie et on le transforme en granules humides dans une extrudeuse. Les granules ainsi extrudés sont séchés et l'on obtient une composition herbicide granulaire.

Pour montrer l'efficacité du composé de l'invention, on donnera ci-après quelques exemples d'essai du pouvoir herbicide.

EXEMPLE D'ESSAI 1 :

Effet herbicide du traitement du sol par la composition herbicide avant germination des mauvaises herbes dans un champ en région montagneuse.

Dans une planteuse de 650 x 210 x 200 mm remplie de terre dans un état semblable à celle d'un champ de montagne, on répand en surface une quantité déterminée des plantes cultivées suivantes : maïs, soja, coton et blé et des mauvaises herbes suivantes : *Echinochloa*, *Crus-galli* P. Beauv. *Digitaria sanguinalis* (L.) Scopoli, *Setaria viridis* (L.) P. Beauv. var. *minor*, *Poa annua* L., *Cyperus microiria* Steudel, *Portulaca oleracea* L., *Chenopodium album* L., *Polygonum lapathifolium* L. subsp. *nodosum* et *Cardamine flexuosa* With. et après avoir recouvert les graines d'une faible quantité de terre, on pulvérise uniformément sur la surface de la terre une certaine quantité des suspensions aqueuses diluées des composés respectifs de façon que la quanti-

té de composé par are de la surface du sol soit de 50 g.
On conserve les planteuses ainsi traitées dans une serre,
dans les conditions habituelles de croissance des plantes.

- 5 Au 25^e jour du traitement, on étudie les
effets herbicides et la phytotoxicité pour les plantes
cultivées, les observations étant classées en fonction
des normes d'évaluation suivantes. Les résultats sont
donnés dans le tableau 2.

Normes d'évaluation :

10	Effet herbicide	Phytotoxicité pour les plantes cultivées.
	0 = aucun effet	- : aucune lésion
	1 = 20 % tués	+ : lésion légère
	2 = 40 % tués	+ : lésion relativement légère
15	3 = 60 % tués	++ : lésion modérée
	4 = 80 % tués	+++ : lésion grave
	5 = 100 % tués	++++ : flétrissement

EXEMPLE D'ESSAI 2 :

- 20 Effet herbicide du traitement des mauvaises herbes
par la composition herbicide à leur stade de germination.

- 25 Dans une planteuse similaire à celle de l'exem-
ple d'essai 1, remplie du même type de terre, on sème
les mêmes graines de mauvaises herbes et de plantes
cultivées ; au moment où les plantes cultivées et les
mauvaises herbes ont une à deux feuilles, on pulvérise
sur les parties aériennes de toutes les plantes, et
uniformément sur la surface du sol, une suspension aqueu-
se d'herbicide et on conserve la planteuse dans une
serre dans les mêmes conditions que dans l'exemple d'essai
30 1, la concentration de la composition herbicide dans
la solution aqueuse étant ajustée de telle façon que la
quantité de composé calculée en ingrédient actif, pul-
vérisée sur une unité de surface d'un are, soit de 50 g.
Au 25^e jour du traitement, on étudie les résultats

obtenus qui sont donnés dans le tableau 3 en utilisant la même norme d'évaluation que dans l'exemple d'essai 1.

EXEMPLE D'ESSAI 3 :

Essai herbicide sur les mauvaises herbes dans un champ de riz inondé simulé.

- 5
- Dans des pots de 1/5000 are, avec une terre semblable à celle d'un champ de riz inondé, on fait pousser les deux espèces de mauvaise herbe *Echinochloa Crusgalli* et *Cyperus microiria* aux stades respectifs de 3
- 10 feuilles, 2 feuilles et juste avant la levée. On injecte sur la surface d'eau dans les pots une suspension aqueuse des compositions herbicides candidates, dans une quantité correspondant à 15 g du composé par g de surface du pot.
- 15
- Trois jours après l'injection, on transplante dans les pots les plants de riz au stade de 2,5 feuilles et on étudie l'effet herbicide et la phytotoxicité des composés en utilisant les mêmes normes d'évaluation que dans l'exemple d'essai 1. Les résultats sont donnés
- 20 dans le tableau 4.

TABLEAU 1

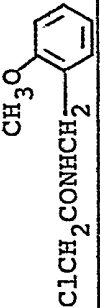
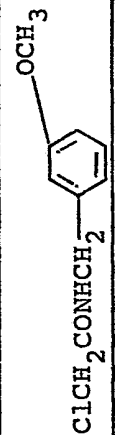
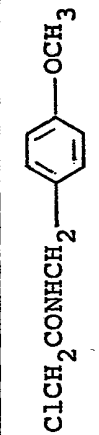
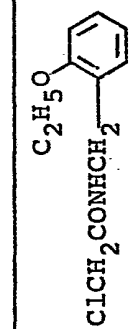
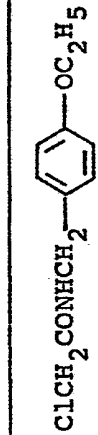
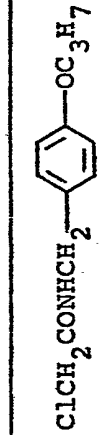
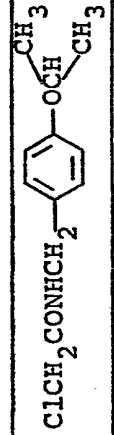
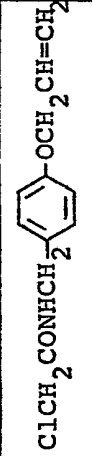
N° du composé	Formule développée du composé	Nom du composé	Point de fusion (°C)
1		N-(2-méthoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	72 - 74,5
2		N-(3-méthoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	78 - 80
3		N-(4-méthoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	101 - 102
4		N-(2-éthoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	56 - 59
5		N-(4-éthoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	107 - 110
6		N-(4-propoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	109 - 110
7		N-(4-isopropoxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	62 - 64
8		N-(4-allyloxyphényl)-méthyl)-2-chloroacétamide	109 - 111

TABLEAU 2 : EFFET HERBICIDE ET PHYTOTOXICITE POUR LES PLANTES CULTIVEES.

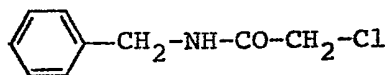
N° du composé	Effet herbicide										Phytotoxicité pour la plante cultivée			
	Nom des mauvaises herbes (voir note)										Plantes cultivées (voir note)			
	A	B	C	D	E	F	G	H	I		1	2	3	4
1	4	4	3	4	5	2	3	2	3		-	-	-	-
3	5	5	5	5	5	4	4	4	3		-	+	-	+
5	5	5	5	5	5	4	5	4	2		-	-	-	+
7	5	5	4	5	5	1	4	3	2		-	+	-	-
8	5	5	5	4	5	4	4	1	1		-	-	-	-
herbicide comparatif	4	4	2	3	1	1	1	1	0		-	-	-	+
Aucun traitement	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-	-	-	-

TABLEAU 2 (suite)
Notes.

	Mauvaise herbe A : <i>Echinochloa Crus-galli</i> P. Beauv.
	B : <i>Digitaria sanguinalis</i> (L.) Scopoli
5	C : <i>Setaria viridis</i> (L.) P. Beauv. var. minor
	D : <i>Poa annua</i> L.
	E : <i>Cyperus microiria</i> Steudel
	F : <i>Portulaca cleracea</i> L.
10	G : <i>Chenopodium album</i> L.
	H : <i>Polygonum lapathifolium</i> L. subsp. nodosum
	I : <i>Cardamine flexuosa</i> With.
	Plantes cultivées N° 1 : maïs
	N° 2 : soja
15	N° 3 : coton
	N° 4 : blé

Herbicide comparatif :

20



(N-benzyl-2-chloroacétamide décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2.864.679).

TABLEAU 3

N° du composé	Effet herbicide										Phytotoxicité pour les plantes cultivées			
	Nom des mauvaises herbes (comme pour l'ex. d'essai 1)										Plantes cultivées (comme pour l'ex. d'essai 1)			
	A	B	C	D	E	F	G	H	I		1	2	3	4
1	4	4	3	3	5	3	2	1	3		-	-	-	-
3	5	5	5	5	4	4	3	3	2		+	+	-	+
4	4	2	2	4	5	1	2	1	2		-	-	-	-
5	5	5	5	5	5	4	4	3	2		+	+	-	+
7	5	5	4	5	5	1	4	3	1		+	+	-	-
8	5	4	5	5	5	4	3	1	0		-	-	-	-
Herbicide comparatif	4	4	4	4	1	2	0	0	0		-	-	-	+
Aucun traitement	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-	-	-	-

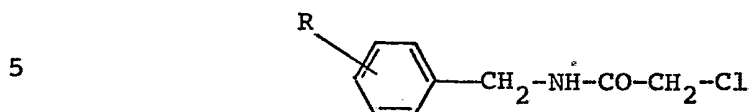
TABLEAU 4 : RESULTATS D'ESSAIS DANS UN CHAMP DE RIZ INONDE (SIMULE)

N° du composé	Effet herbicide				Phytotoxicité pour le riz
	Mauvaise her- be A		Mauvaise her- be E		
	α	γ	β	γ	
1	4	5	4	5	-
2	3	5	3	4	-
3	5	5	4	5	-
4	4	5	4	4	-
5	5	5	5	5	+
6	3	5	4	4	-
7	5	5	5	5	+
8	5	5	4	5	+
Herbicide comparatif	2	2	2	2	+ -
Aucun traitement	0	0	0	0	-

Notes : α désigne les plantes au stade de 3 feuilles,
 β désigne les plantes au stade de 2 feuilles,
 γ désigne les plantes juste avant la levée.

REVENDICATIONS

1. Composition herbicide comprenant une quantité efficace comme herbicide d'un composé répondant à la formule :



dans laquelle R est un radical méthoxy,éthoxy, propoxy, isopropoxy ou allyloxy et un support acceptable en agriculture.

2. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que le composé est le N-(2-méthoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

15 3. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(3-méthoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

4. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(4-méthoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

5. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(2-éthoxyphénylméthyl)-2-chloracétamide.

25 6. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(4-éthoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

7. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(4-propoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

30 8. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(4-isopropoxy-phénylméthyl)-2-chloracétamide.

9. Composition herbicide suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce composé est le N-(4-allyloxyphénylméthyl)-2-chloracétamide.