

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 41186 B1**
- (51) Cl. internationale : **A01N 47/36; C07D 239/52; A01P 21/00; A01P 13/00**
- (43) Date de publication : **31.12.2019**
- 
- (21) N° Dépôt : **41186**
- (22) Date de Dépôt : **10.12.2015**
- (30) Données de Priorité : **15.12.2014 EP 14198010**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/EP2015/079283 10.12.2015**
- (86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation: EP15817115.7
- (71) Demandeur(s) : **Bayer CropScience Aktiengesellschaft, Alfred-Nobel-Strasse 50 40789 Monheim am Rhein (DE)**
- (72) Inventeur(s) : **OLENIK, Britta ; ANTONS, Stefan ; KRÜGER, Martin**
- (74) Mandataire : **ATLAS INTELLECTUAL PROPERTY**
- 
- (54) Titre : **NOUVELLES FORMES DE CRISTAL DU SEL MONOSODIQUE DE FORAMSULFURON**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne une nouvelle forme cristalline du sel monosodique de foramsulfuron (formule I), un procédé de production de cette forme cristalline, son utilisation dans des préparations agrochimiques, des compositions, mélanges ou préparations agrochimiques définis contenant cette forme cristalline, ainsi qu'un nouveau solvate de mono-méthanol du sel monosodique de foramsulfuron.

**Revendications**

1. Sel monosodique de foramsulfuron sous forme cristalline, **caractérisé en ce que** le diagramme de diffraction des rayons X sur poudres de ce sel, par l'utilisation d'un rayonnement Cu K- $\alpha$  à 25°C, présente au moins 3 des valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta) suivantes :

valeurs à $2\Theta$ (2 thêta) en °
6,2
6,4
14,4
14,6
14,7
18,4
19,2
20,1
23,2
24,7

2. Sel monosodique de foramsulfuron selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le diagramme de diffraction des rayons X sur poudres de ce sel, par l'utilisation d'un rayonnement Cu K- $\alpha$  à 25°C, présente au moins 4 valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), de préférence au moins 6 valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), préférablement au moins 8 valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), plus préférablement toutes les valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta) mentionnées dans la revendication 1.

3. Sel monosodique de foramsulfuron selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le diagramme de diffraction des rayons X sur poudres de ce sel, par l'utilisation d'un rayonnement Cu K- $\alpha$  à 25°C, présente de plus au moins deux valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), au moins quatre valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), au moins six valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), au moins huit valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), au moins dix valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta), au moins douze valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta) ou plus, des valeurs à  $2\Theta$  (2 thêta) suivantes :

10.3
10.5
11.1
11.3
11.4
12.0
12.1
12.4
12.6
12.9
13.6

MA

41186B1

14.0
15.0
15.1
15.4
16.0
16.2
17.0
17.2
18.2
18.8
20.3
20.6
20.8
21.2
21.6
22.7
23.7
24.6
25.4
25.9
26.2
26.9
27.1
27.7
28.3
29.0
30.2
30.5
30.7
31.0
31.2
31.9
32.5
32.6
33.7
34.8
35.6
35.9
36.2
36.4

4. Sel monosodique de foramsulfuron selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** son spectre Raman présente au moins les bandes suivantes :

Maxima des bandes [ $\text{cm}^{-1}$ ]
2959
2915
1686
1587
1526
694
345
133

5. Composition, contenant le sel monosodique de foramsulfuron selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 en une quantité totale d'au moins 5% en poids, par rapport à la quantité totale en sel monosodique de foramsulfuron contenue dans la composition.

6. Composition selon la revendication 5, la composition se trouvant sous forme solide à 25°C et à 1013 mbars

et/ou

la teneur en sel monosodique de foramsulfuron étant supérieure ou égale à 80%, par rapport au poids total de la composition.

7. Utilisation du sel monosodique de foramsulfuron selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 ou d'une composition selon la revendication 5 ou 6 pour la préparation de préparations agrochimiques.

8. Solvate unique de méthanol du sel monosodique de foramsulfuron sous forme cristalline, **caractérisé en ce que** le diagramme de diffraction des rayons X sur poudres de ce sel, par l'utilisation d'un rayonnement Cu K- $\alpha$  à 25°C, présente au moins 3 des valeurs à  $2\theta$  (2 thêta) suivantes :

valeurs à $2\theta$ (2 thêta) en °
9,1
9,1
9,7
12,6
16,2
18,5
24,1
24,3
24,6

9. Procédé pour la préparation du sel monosodique de foramsulfuron sous forme cristalline selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comprenant l'étape de (a) suspension d'un sel monosodique de foramsulfuron, du solvate unique de méthanol du sel monosodique de foramsulfuron selon la revendication 8 ou d'un mélange de ces deux formes cristallines dans un diluant ou dans un mélange de diluants,

le diluant ou le mélange de diluants utilisé dans l'étape (a) étant choisi dans le groupe constitué par les alcools comprenant 3 à 6 atomes de C, de préférence les alcools primaires comprenant 3 à 6 atomes de C et les cétones comprenant 3 à 6 atomes de C et les mélanges de ceux-ci ou bien est constitué d'au moins 20% en poids de ceux-ci.

10. Procédé pour la préparation du sel monosodique de foramsulfuron sous forme cristalline selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comprenant l'étape de (a) suspension du foramsulfuron dans un diluant ou dans un mélange de diluants, (b) transformation du foramsulfuron avec une base contenant du sodium, de préférence une base organique, préférablement avec du méthanolate de sodium et/ou avec de l'éthanolate de sodium,

le diluant ou le mélange de diluants utilisé dans l'étape (a) étant choisi dans le groupe constitué par les alcools comprenant 3 à 6 atomes de C, de préférence les alcools primaires comprenant 3 à 6 atomes de C et les cétones comprenant 3 à 6 atomes de C et les mélanges de ceux-ci ou bien est constitué d'au moins 20% en poids de ceux-ci.

11. Procédé selon la revendication 9 ou 10, **caractérisé en ce que** le procédé est mis en oeuvre à des températures d'au moins 0°C.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, **caractérisé en ce que** le rapport pondéral de la quantité totale de foramsulfuron, du sel monosodique de foramsulfuron et du solvate unique de méthanol du sel monosodique de foramsulfuron selon la revendication 8 à la quantité totale du diluant ou du mélange de diluants utilisé dans l'étape (a) est inférieur à 2:1.

13. Mélange, comprenant

- (i) le sel monosodique de foramsulfuron selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 et/ou un solvate correspondant selon la revendication 8 et
- (ii) un diluant ou un mélange de diluants choisi dans le groupe constitué par les alcools comprenant 3 à 6 atomes de C, de préférence les alcools primaires comprenant 3 à 6 atomes de C et les cétones comprenant 3 à 6 atomes de C et les mélanges de ceux-ci ou bien est constitué d'au moins 20% de ceux-ci.

14. Préparation agrochimique contenant

- (a) une quantité active en tant qu'herbicide du sel monosodique de foramsulfuron sous forme cristalline selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, et un ou plusieurs autre(s) ingrédient(s) choisi(s) dans le groupe constitué par les ingrédients suivants (b-i), (b-ii) et (b-iii):
  - (b-i) des adjuvants de formulation habituels dans le domaine des pesticides,
  - (b-ii) d'autres principes actifs agrochimiques,
  - et
  - (b-iii) le solvate unique de méthanol du sel monosodique de foramsulfuron selon la revendication 8.

**15.** Procédé pour la lutte contre les plantes nuisibles ou pour la régulation de la croissance de plantes, **caractérisé en ce qu'**une quantité active

- du sel monosodique de foramsulfuron selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
- d'une composition selon la revendication 5 ou 6, ou
- d'une préparation agrochimique selon la revendication 14

est appliquée sur les plantes, sur les semences de plantes, sur le sol dans lequel ou sur lequel les plantes poussent ou sur la zone cultivée.