

T.G.I. PARIS 19 OCTOBRE 1976
Aff. CIBA GEIGY c. PROCIDA

Brevet n. 69.03.235

P.I.B.D. 1977 - 192 - III - 209.

DOSSIERS BREVETS 1977 - III - n. 4

GUIDE DE LECTURE

- ACTIVITE INVENTIVE	: INVENTION D'UTILISATION	***
- SUFFISANCE DE DESCRIPTION	: NON INDICATION D'EFFETS NOCIFS	**
- CONTREFAÇON	: UTILISATION : ASSOCIATION	*

I - LES FAITS

- 13 février et 11 octobre 1967 : CIBA GEIGY dépose deux brevets suisses sur un procédé d'utilisation comme herbicides sélectifs d'urées substituées commercialisées sous le nom de «CHLORTOLURON».
- 20 février 1969 : CIBA GEIGY dépose une demande de brevet français correspondante n.69.03.235 sous bénéfice de priorité unioniste.
- 5 juillet 1971 : Le brevet français est délivré
- 19 juillet 1973 : CIBA GEIGY concède une licence d'exploitation du brevet français à CIBA GEIGY FRANCE.
- 2 août 1973 : Le contrat est inscrit au R.N.B :
- PROCIDA offre et vend un «produit contenant comme composant essentiel la substance décrite dans la 6ème revendication du brevet en vue de son utilisation comme herbicide sélectif pour le blé»
- 22 novembre 1973 : CIBA GEIGY fait procéder à une saisie contrefaçon dans les locaux de PROCIDA
- 3 décembre 1973 : CIBA GEIGY assigne PROCIDA en contrefaçon avec intervention ultérieure de CIBA GEIGY FRANCE.
- 5 décembre 1975 : L'avis documentaire est délivré.
- PROCIDA réplique par voie de : - demande reconventionnelle en annulation de la 6ème revendication du brevet CIBA GEIGY pour défaut d'activité inventive et insuffisance de description,
 - défense au fond contestant la contrefaçon,
 - demande reconventionnelle en dommages-intérêts pour procédure abusive.
- 19 octobre 1976 : T.G.I. PARIS : - rejette la demande en annulation de PROCIDA,
 - fait droit à la demande en contrefaçon de CIBA-GEIGY.

II - LE DROIT.

*** 1er PROBLEME :(ACTIVITE INVENTIVE DE L'INVENTION D'UTILISATION DU CHLORTOLURON)

A - LE PROBLEME

1/ Prétentions des parties

a) Le demandeur en annulation (PROCIDA)

prétend que l'utilisation du chlortoluron comme herbicide sélectif était, au jour du dépôt, évidente au regard de l'état de la technique (brevets DUPONT de NEMOURS, PECHINEY-PROGIL, BASF...)

b) Le défendeur en annulation (CIBA GEIGY)

prétend que l'utilisation du chlortoluron comme herbicide sélectif n'était pas, au jour du dépôt, évidente au regard de l'état de la technique.

2/ Enoncé du problème

L'utilisation du chlortoluron comme herbicide sélectif était-elle évidente au jour du dépôt ?

B - LA SOLUTION1/ Enoncé de la solution

«Il résulte de ces différents documents que, lors du dépôt du brevet CIBA GEIGY n. 69.03.255, il ressortait seulement de l'état de la technique que, d'une part, les urées substituées, dont le chlortoluron, pouvaient être utilisées comme herbicides totaux et, d'autre part, que certaines de ces urées étaient indiquées comme herbicides sélectifs à l'égard des céréales et, notamment, du blé cependant que d'autres, nocives pour les céréales, étaient des herbicides sélectifs à l'égard d'autres cultures ; qu'en outre, il n'apparaissait pas que les premières avaient une structure moléculaire plus proche du chlortoluron que les secondes ;

Attendu qu'il s'ensuit que, devant les enseignements, un chercheur ne pouvait procéder par simple analogie pour choisir le chlortoluron parmi le grand nombre d'urées substituées connues afin de déterminer par l'expérimentation qu'il était sélectif pour le blé ;

Attendu, en outre, que non seulement le chlortoluron n'était pas indiqué dans l'état de la technique comme sélectif pour les céréales mais encore que le brevet SANDOZ n. 1.457.888 enseignait qu'il n'avait pas ce caractère, affirmation précise et non simple hypothèse dont le caractère erroné ne pouvait résulter à l'époque des indications générales du brevet DUPONT DE NEMOURS n. 2.665.445, et de l'addition n. 64.118, non plus que des inexactitudes relatives au monuron et au diuron ;

Attendu que, dans ces conditions, la société PROCIDA ne peut soutenir que l'utilisation du chlortoluron comme herbicide sélectif pour les cultures de blé découlait de manière évidente de l'état de la technique ;

Attendu qu'au contraire CIBA GEIGY peut faire état de ce que, pour réaliser son invention, elle a dû surmonter des difficultés qui sont démontrées par le temps qui s'est écoulé entre la découverte du chlortoluron en 1953 et la révélation de son application dans les cultures de blé en 1968 alors que plusieurs grandes sociétés concurrentes recherchaient un tel herbicide et aussi par le fait qu'il fallait vaincre le préjugé introduit par le brevet SANDOZ, de telle sorte que sa découverte était imprévisible eu égard à l'état de la technique»

2/ Commentaire de la solution

Nous nous trouvons en présence de la décision la plus riche rendue par nos tribunaux en matière d'activité inventive depuis la réforme de 1968.

.-. La décision rappelle, en premier, que l'exigence d'activité inventive doit être appréciée au jour du dépôt (et point de la conception de l'invention), la situation étant, ici, informée par le jeu de la priorité unioniste.

.-. La décision apporte, surtout, au niveau des critères d'activité inventive. Il faut, cependant, pour en tirer tout le profit distinguer les deux niveaux du choix et de la mise en oeuvre des critères de non évidence.

- L'apport du jugement dans le choix des critères d'activité inventive est du plus haut intérêt :

- . critère de l'effort inventif autre que le simple raisonnement par analogie,
- . critère du préjugé vaincu,
- . critère de l'imprévisibilité du résultat,
- . critère du délai séparant la connaissance du produit de celle de son application comme herbicide sélectif.

- L'apport du jugement dans la mise en oeuvre de pareils critères est et sera discuté à raison, précisément, de la part d'appréciation personnelle que comporte l'application de la nouvelle condition de brevetabilité.

**** 2ème PROBLEME : (SUFFISANCE DE DESCRIPTION)**

A - LE PROBLEME

1/ Prétentions des parties

a) Le demandeur en annulation (PROCIDA)

prétend que la non indication de l'effet nocif de l'utilisation brevetée dans certaines circonstances vaut insuffisance de la description.

b) Le défendeur en annulation (CIBA GEIGY)

prétend que la non indication de l'effet nocif de l'utilisation brevetée dans certaines circonstances ne vaut pas insuffisance de la description.

2/ Enoncé du problème

La non indication de l'effet nocif de l'utilisation brevetée dans certaines circonstances vaut-elle insuffisance de la description ?

B - LA SOLUTION**1/ Enoncé de la solution**

«La description du brevet doit être appréciée à l'époque où celui-ci a été déposé. Or, il résulte des documents mis aux débats par CIBA GEIGY qu'en 1968, les variétés BRENNUS et Haris HANSTMANN n'étaient pas cultivées en France et que sur 92 000 hectares de blé, où étaient utilisées 89 variétés, il n'existait que 770 hectares de Ré-mous, 352 de Bicrey, 355 de Floress et seulement 3 de Heima et 2 1/2 d'Elysée ; attendu qu'il apparaît ainsi que la description du brevet permettait à l'homme de métier de l'exécuter sur la quasi-totalité des variétés de blé alors cultivés en France : que s'il est apparu, ensuite, que le chlortoluron était nocif pour quelques variétés de cette céréale, en raison de leur fragilité, il s'agit non d'une insuffisance de description, mais d'une imperfection dans le résultat qui ne peut être cause de nullité»

2/ Commentaire de la solution

Le raisonnement est, à première vue, correct car il faut opérer la distinction entre les exigences posées par le Droit des brevets de celles posées par les réglementations de mise sur le marché, particulièrement nette dans le secteur voisin des inventions thérapeutiques.

La question se pose, toutefois, de savoir si l'homme de métier utilisant le chlortoluron comme herbicide sélectif n'était pas conduit à faire des recherches supplémentaires pour connaître les possibilités d'utilisation du produit comme herbicide sélectif face à telle ou telle variété de blé car il n'y a plus herbicide sélectif lorsque la plante que l'on souhaite protéger meurt du traitement ; Lapalisse n'aurait pas mieux dit. Dans l'affirmative, se pose bien sûr un problème de suffisance de description que le jugement ne traite pas.

*** 3ème PROBLEME : (CONTREFAÇON PAR EMPLOI DE LA SUBSTANCE BREVETEE EN ASSOCIATION AVEC D'AUTRES COMPOSES)**

A - LE PROBLEME**1/ Prétentions des parties**

a) Le demandeur en contrefaçon (CIBA GEIGY)

prétend que l'emploi d'une substance connue (chlortoluron) selon son utilisation brevetée (herbicide sélectif) constitue un acte de contrefaçon même s'il intervient en association avec d'autres composés.

b) Le défendeur en contrefaçon (PROCIDA)

prétend que l'emploi d'une substance connue (chlortoluron) selon son utilisation brevetée (herbicide sélectif) ne constitue pas un acte de contrefaçon dès lors qu'il intervient en association avec d'autres composés.

2/ Enoncé du problème

L'emploi d'une substance connue selon son utilisation brevetée en association avec d'autres composés constitue-t-il un acte de contrefaçon ?

B - LA SOLUTION

1/ Enoncé de la solution

«Attendu qu'il n'est pas contesté que, dans ce composé, chacun des deux composants exerce son activité propre puisque la brochure PROCIDA saisie indique que le chlortoluron agit sur les graminées et les adventices et que le mécocrop renforce l'action sur les dicotylédones ; qu'en conséquence, la société PROCIDA en fabriquant et vendant du PRINTAN 22 L contenant du chlortoluron comme herbicide sélectif à l'égard du blé a contrefait le brevet»

2/ Commentaire de la solution

Une fois tranché le problème de fait du mode d'intervention en simple juxtaposition des composants du produit commercialisé par le suspect de contrefaçon, la solution s'imposait.

TRIBUNAL DE GRANDE INSTANCE DE PARIS

19 Octobre 1976

ENTRE : La Société de droit suisse dite CIBA GEIGY, S.A., siège 141, Klybochetrasse, BALE (Suisse)

La Société de droit français S.A. CIBA GEIGY, 2-4, rue Lionel Terray, RUEIL-MALMAISON,

ET : La Société anonyme PROCIDA, siège MARSEILLE Saint-Marcel, (B. du R.), Route de Noisy, ROMAINVILLE (Seine Saint-Denis).

LE TRIBUNAL, siégeant au audience publique ;

Après que la cause eut été débattue en audience publique le 21 septembre 1970 devant Messieurs BARDOUILLET, Vice-Président, ROBIQUET, Premier Juge et Mademoiselle ROSNEL, Juge, assistés de CAYREL, Secrétaire-Greffier, et qu'il en eût été délibéré par les magistrats ayant assisté aux débats ;

A rendu en PREMIER RESSORT le jugement contradictoire ci-après ;

La Société de droit suisse CIBA GEIGY est propriétaire du brevet français n° 63.03.235, demandé le 12 février 1969, avec revendication de priorité de deux brevets suisses des 13 février et 11 juillet 1968, délivré le 5 juillet 1971, et intitulé "procédé d'utilisation d'urées comme herbicides sélectifs" ;

La Société suisse CIBA GEIGY a concédé licence d'exploitation de ce brevet à la Société française CIBA GEIGY, par acte du 19 juillet 1973, inscrit le 2 août 1973, sous le n° 63.373, au Registre National des Brevets ;

En vertu d'une ordonnance rendue sur requête par le Président de ce Tribunal, le 16 novembre 1973, la Société suisse CIBA GEIGY a fait effectuer saisie-contrefaçon le 22 novembre 1973, dans les locaux de la Société PROCIDA, 5, rue Bollini, à Puteaux ;

Puis, les 3 et 4 décembre 1973, la Société de droit suisse CIBA GEIGY S.A. a assigné la Société anonyme PROCIDA en contrefaçon par ses offres et ventes d'un produit contenant comme composant essentiel la substance décrite à la 6ème revendication du brevet en vue de son utilisation comme herbicide sélectif pour le blé ; aux fins de confiscation des produits contrefaisants et des documents commerciaux correspondants, d'interdiction d'introduction en France, détention, offre et vente de ces produits, sous astreinte non comminatoire de 100 F par kg de produit, condamnation de la Société PROCIDA à lui payer une indemnité fixée suivant expertise et par provision la somme de 300.000 F, enfin insertion du jugement à intervenir dans 10 publications de son choix, aux frais de la défenderesse, le tout avec exécution provisoire ;

L'avis documentaire concernant le brevet a été délivré sous le n° 177.854 le 5 décembre 1975 ;

Par acte du Palais du 14 janvier 1976, la Société française CIBA GEIGY est intervenue pour demander réparation du préjudice qui lui a été causé en tant que licenciée par la contrefaçon, aux fins d'expertise pour déterminer ce préjudice, paiement d'une provision de 200.000 F par la Société PROCIDA et insertion du jugement à intervenir dans 10 publications de son choix, aux frais de la défenderesse, le tout avec exécution provisoire ;

Le 13 mars 1976, la Société PROCIDA a conclu au rejet de ces demandes, à la nullité du brevet en sa 6ème revendication pour absence d'activité inventive et pour insuffisance de description et subsidiairement à l'absence de contrefaçon ; que reconventionnellement, elle a demandé la condamnation des sociétés suisse et française CIBA GEIGY à lui payer solidairement pour procédure abusive une indemnité provisionnelle de 300.000 F sur son préjudice à fixer par expertise ;

Le 6 juillet 1976, les Sociétés CIBA GEIGY ont conclu au rejet de ces demandes et à l'adjudication du bénéfice de leurs assignations et conclusions ;

Le 14 septembre 1976, la Société PROCIDA a conclu, de son côté, à l'adjudication du bénéfice de ses précédentes écritures ;

SUR L'INTERVENTION DE LA SOCIÉTÉ FRANÇAISE CIBA GEIGY :

Attendu qu'il n'est pas contesté que la Société française CIBA GEIGY, en tant que licenciée pour l'exploitation du brevet n° 69.03.235, est recevable à intervenir dans l'action en contrefaçon engagée par le titulaire de ce brevet, la Société suisse CIBA GEIGY contre la Société PROCIDA ;

SUR L'ACTIVITÉ INVENTIVE :

Attendu que, par la 6ème revendication de son brevet n° 63.03.235, CIBA GEIGY revendique un procédé d'utilisation comme herbicide sélectif dans les cultures de blé et pour la destruction des mauvaises herbes d'un composant dont la formule correspond à 1,1 diméthyl-3 (3 chloro- 4 méthyl : phénil) - urée ; que ce composant qui appartient à la famille des urées substituées est commercialisé sous le nom de CHLORTOTURON ;

Attendu que la Société PROCIDA soutient que cette utilisation du chlortoturon comme herbicide sélectif pour les cultures de blé, découle de manière évidente de l'état de la technique tel qu'il existait lors de la demande de brevet ; qu'en effet, le brevet américain DUPONT DE NEMOURS n° 2.655.445 du 14 février 1952, qui révélait la structure moléculaire du chlortoluron et le citait dans la famille des urées substituées, prévoyait leur application, notamment pour le désherbage sélectif en agriculture ; que le certificat d'addition n° 64.618 du 6 juin 1952 au brevet français DUPONT DE NEMOURS n° 1.032.629, prévoyait le mélange d'urées substituées dont le chlortoluron et d'un produit herbicide hormonal dans la lutte contre les mauvaises herbes dans les cultures alimentaires ; que le brevet français PECHINEY-PROGIL n° 1.385.622 du 6 décembre 1963, prévoyait l'utilisation du néburon, autre urée substituée très proche du chlortoluron, comme herbicide sélectif de lutte contre les mauvaises herbes dans les champs de céréale et qu'il en est de même pour d'autres urées substituées très proches du chlortoluron dans le brevet français B.A.S.F. n° 1.481.391 du 26 mai 1966, et la publication américaine OREGON WEED CONTROL HANDBOOK, parue en mars 1966 ;

Attendu que la Société PROCIDA en déduit que ces documents enseignaient à l'homme de métier, d'une part les propriétés herbicides des urées substituées dont faisait partie le chlortoluron et d'autre part, les propriétés herbicides sélectives en agriculture de ces produits ; qu'il était ainsi à la portée de cet homme de métier d'essayer telle ou telle de ces urées pour déterminer leur caractère sélectif ou non à l'égard de telle ou telle culture, opération relevant de la simple mise en oeuvre de ses connaissances ordinaires de technicien et non d'une activité inventive au sens des articles 6 et 9 de la loi du 2 janvier 1968 ;

Attendu que les Sociétés CIBA-GEIGY répondent que la prétention de PROCIDA présente deux aspects se fondant l'un sur des documents citant le chlortoturon et l'autre sur des documents concernant d'autres urées substituées, or que sur le premier aspect, le brevet américain n° 2.655.445 et l'addition n° 64.618 ne prévoient pas l'emploi du chlortoturon comme herbicide sélectif pour le blé et qu'un brevet français SANDOZ, n° 1.497.868 du 26 octobre 1966 considérait encore ce produit comme un herbicide total et que sur le second aspect, il n'est pas possible de déduire les propriétés biologiques spécifiques d'une substance chimique de celles connues d'une substance voisine mais ayant une structure moléculaire différente ; que les recherches qui avaient été faites sur des urées substituées de structure différente de celle du chlortoluron montraient tout au plus le caractère imprévisible des propriétés spécifiques de ces divers composés appartenant à la même famille et ne permettaient pas d'entrevoir le caractère sélectif pour le blé du chlortoluron, propriété qu'on ne retrouve pas dans ses isomères ;

Attendu que le chlortoluron ayant été isolé comme substance chimique herbicide par DUPONT DE NEMOURS en 1953, CIBA GEIGY ne peut revendiquer que son utilisation comme herbicide sélectif pour le blé ; qu'il s'agit donc d'une revendication d'application ;

Mais attendu que la loi du 2 janvier 1968 prévoit, dans son article 6, que peut être brevetée une application de moyen si elle a un caractère industriel, et nouvelle et implique une activité inventive ;

Or attendu qu'en l'espèce, caractère industriel et nouveauté n'étant pas contestés, il y a lieu seulement de rechercher si l'application revendiquée implique une activité inventive, c'est-à-dire si, aux termes de l'article 9 de ladite loi, elle ne découle pas de manière indirecte de l'état de la technique

Attendu que le brevet DUPONT DE NEMOURS N° 2.665.445, délivré le 13 octobre 1953, a pour objet une méthode et des compositions pour détruire les mauvaises herbes ou empêcher leur croissance ; que comme herbicides, sont citées 36 urées dont le chlortoluron, avec leurs structures moléculaires ;

Attendu qu'il est indiqué que ce sont des agents herbicides spécialement puissants avec pouvoir persistant que les rend parfaitement adaptés à l'emploi dans les passages de voie ferrée, fosses de drainage, passages de lignes électriques ou autres qui requièrent une destruction totale des plantes pendant de longues périodes ; qu'il n'est pas contesté que ce passage, ainsi qu'un précédent visant l'utilisation dans le fond des lacs et étangs, concerne l'emploi de ces urées substituées comme herbicides totaux sur les surfaces non cultivées ;

Mais attendu que la Société PROCIDA soutient que le brevet enseigne, en outre, leur utilisation comme herbicides sélectifs pouvant être employés dans les cultures agricoles sans nuire à ces dernières ; qu'en effet, après avoir mentionné que les produits pouvaient être répandus par gicleurs ou analogues, il déclare que dans une autre méthode d'application de la surveillance des mauvaises herbes, les urées sont incorporées aux engrais pour donner des compositions herbicides sous forme de poudres ou de grains qui peuvent servir "in the cultivation of agricultural crops", termes que PROCIDA traduit par "dans les cultures agricoles" et CIBA GEIGY par "dans la préparation des cultures agricoles" ;

Attendu que la Société PROCIDA, selon laquelle le mot "crop" évoque pour le lecteur américain ou anglais notamment des récoltes de céréales, en déduit que les urées substituées dont le chlortoluron, peuvent être employées comme désherbant sélectif à l'égard de ces cultures puisqu'elles sont utilisées dans des champs qui vont recevoir ces récoltes ; qu'elle ajoute que le brevet donne encore un exemple de leur propriété d'herbicide sélectif, car son exemple 18 prévoit l'emploi du monuron, autre urée substituée, dans les champs plantés de graines de coton, pour empêcher la pousse des mauvaises herbes ;

Attendu que les Sociétés CIBA GEIGY répondent que la passage litigieux concerne seulement le procédé de culture extensive des grandes plaines américaines ou canadiennes dans lesquelles le sol est laissé en jachère une année sur deux, procédé cité notamment par le département américain de l'agriculture, lorsque l'ensemencement est séparé de l'application de l'herbicide pour une durée d'au moins un an ; qu'ainsi, l'herbicide mélangé à l'engrais la première année pour la préparation du sol afin d'empêcher la pousse des mauvaises herbes ou de les détruire, a cessé son effet herbicide la seconde année lors de l'ensemencement des cultures, qu'il ne peut donc en résulter la preuve que ces urées substituées constitueraient des herbicides sélectifs à l'égard de ces cultures ; que par ailleurs, si le MONURON est bien cité comme désherbant sélectif pour le coton, ce dernier est un décotylédone et non un monocotylédone, comme le

blé et qu'il résulte du brevet PECHINEY-PROGIL n° 1.385.622 du 6 décembre 1963, que le Monuron n'est pas sélectif pour les céréales ;

Attendu qu'il apparaît, dans ces conditions, que le passage concernant le mélange d'urées substituées et d'engrais pour donner des herbicides pouvant servir dans les cultures agricoles ou la préparation des cultures agricoles est insuffisant pour établir que ces urées et notamment le chlortoluron, ait un pouvoir sélectif à l'égard de ces cultures, particulièrement de céréales et plus spécialement de blé, alors surtout que, dans ses revendications, ce brevet ne fait pas état d'un tel pouvoir sélectif dont la révélation aurait cependant été très importante ; qu'un tel caractère de sélectivité n'est donné ensuite que pour le monuron à l'égard du coton et qu'il serait étonnant que DUPONT DE NEMOURS ne l'ait pas cité pour d'autres urées substituées et vis à vis d'autres cultures, s'il l'avait connu ; qu'ainsi, en ce qui concerne le chlortoluron, le brevet se contente de dire qu'il tue ces deux mauvaises herbes que sont le chiendent et le sorghum ;

Attendu qu'en conséquence, il est seulement établi avec certitude que le brevet DUPONT DE NEMOURS n° 2.665.445, enseignait d'une part que les urées substituées dont le chlortoluron, pouvaient être employées comme herbicides totaux et d'autre part, que l'un de ces produits, le monuron, pouvait être, en outre, utilisé comme herbicide sélectif à l'égard du coton ;

Attendu que l'addition n° 64.618 au brevet DUPONT DE NEMOURS n° 1.032.629, délivré le 29 juin 1955, et intitulé "nouvelles compositions herbicides", a pour objet des mélanges d'urées substituées avec des herbicides de type hormonal ou par contact, pour donner un effet de synergie, c'est-à-dire par activation mutuelle, un résultat global supérieur à l'addition des propriétés ; que parmi les exemples de mélange, est cité celui du chlortoluron avec des herbicides de type normal ;

Attendu qu'il est indiqué que si l'on doit utiliser des ingrédients à activité élevée pour le contrôle des infestations des mauvaises herbes dans les récoltes alimentaires, on dilue les compositions contenant les ingrédients actifs afin d'obtenir une concentration relativement faible alors que si l'on utilise pour la stérilisation du sol par exemple dans le traitement des lignes de transmission d'énergie ou des lignes de chemins de fer, on peut employer une concentration élevée ;

Attendu que la Société PROCIDA soutient qu'il en résulte que les urées substituées, dont le chlortoluron mélangées avec des désherbants de type hormonal, ou par contact peuvent être utilisés comme herbicides sélectifs dans les récoltes alimentaires ; qu'il doit en être notamment ainsi pour les céréales et particulièrement le blé puisque leur désherbage constitue le domaine d'application le plus considérable des herbicides hormonaux ou de contact ;

Attendu que les Sociétés CIBA GEIGY répondent qu'il ne peut en être déduit que les urées substituées et notamment le chlortoluron étaient des herbicides sélectifs à l'égard des cultures alimentaires et particulièrement de céréales et plus spécialement du blé ; qu'en effet, il était possible d'appliquer un herbicide total dans certaines cultures telles que les vignes, les vergers ou les asperges pour tuer les mauvaises herbes entre les rangées en évitant par une forte concentration d'atteindre également les cultures, application que prévoyait déjà DUPONT DE NEMOURS, dans son brevet n° 2.665.445 du 13 octobre 1953 ; qu'en outre, le fait de mélanger à des herbicides de type hormonal ou de contact, ^{Ces} désherbants sélectifs pour les céréales, des urées substituées, n'implique pas que/dernières soient également des herbicides sélectifs ; que d'ailleurs, le monuron, le diuron et le fénuron, urées substituées dont l'addition préconise de préférence l'usage dans les mélanges ne sont pas sélectifs pour les céréales, ainsi qu'il résulte du brevet PECHINEY-PROGIL n° 1.385.622 ;

Attendu que, dans ces conditions, il subsiste pour le moins un doute sur le fait de savoir si l'addition n° 64.618 enseignant que les urées substituées dont le chlortoluron, étaient des herbicides sélectifs à l'égard des cultures, et notamment de céréales ;

Attendu en tout cas que lors du dépôt du brevet CIBA GEIGY n° 69.03.235 en 1969, les chercheurs et techniciens ne pouvaient déduire de l'addition n° 64.618, comme du brevet DUPONT DE NEMOURS n° 2.665.445, que les urées substituées dont le chlortoluron étaient des désherbants sélectifs à l'égard de toutes les cultures parmi lesquelles celles de céréales, alors qu'il s'était révélé depuis, comme il sera indiqué par la suite, que telle ou telle de ces urées étaient sélectives à l'égard de certaines cultures mais nocives pour les autres et que les brevets PECHINEY PROGIL en 1964 et SANDOZ en 1967, considéraient comme des inventions imprévues et inattendues celles d'urées substituées sélectives pour les céréales ;

Attendu que le brevet PECHINEY PROGIL n° 1.385.622, délivré le 7 décembre 1964, et qui concerne l'application de certaines urées substituées au désherbage des céréales, indique que son invention est basée sur la constatation "imprévue" que si le fénuuron, le monuron et le diuron, urées substituées déjà connues et commercialisées comme herbicides totaux, ne sont pas sélectifs pour les céréales aux doses nécessaires pour détruire les mauvaises herbes, une autre urée substituée (qui sera commercialisée sous le nom de néburon), possède la "remarquable" propriété d'être parfaitement sélective sur les céréales tant en traitement de pré que de post-émergence ; que sont mentionnés des essais effectués à ce sujet sur plusieurs variétés de blé et d'orge ;

Attendu que le brevet BADISCHE ANILIN UND SODA FABRIK (B.A.S.F.), délivré le 10 avril 1967, sous le n° 1.481.391, décrit une autre urée substituée comme herbicide sélectif à l'égard du blé, de l'orge et du maïs ;

Attendu que l'ouvrage "OREGON WEED CONTROL HAND BOOK, édité en mars 1966, indique qu'une autre urée substituée, le diuron, est utilisée comme herbicide sélectif à l'égard du blé d'hiver dans l'Ouest Orégon ;

Attendu que la Société PROCIDA fait état de ce que les urées substituées ainsi citées comme herbicides sélectifs à l'égard du blé ont une structure moléculaire proche de celle du chlortoluron, dont elles diffèrent seulement :

- 1°/ Le néburon par la présence sur le cycle benzenique d'un atome de chlore au lieu d'un groupe méthyle et sur l'azote d'un groupe butyle au lieu d'un groupe méthyle ;
- 2°/ L'urée substituée décrite au brevet B.A.S.F. par la présence sur l'azote d'un groupe méthoxy-méthyle au lieu d'un groupe méthyle ;
- 3°/ Le diuron par la présence sur le cycle benzénique d'un atome de chlore à la place du groupe méthyle ;

Attendu que la Société PROCIDA allègue que d'autres urées substituées, désherbants sélectifs pour le blé étaient encore indiquées par le brevet anglais CIBA, n° 916.569, de 1963, le brevet français SANDOZ n° 1.497.868, délivré le 4 septembre 1967 et le PESTICIDE MANUEL édité en 1968 par Hubert MARTIN ;

Mais attendu que les Sociétés CIBA GEIGY répondent que si la publication OREGON WEED CONTROL, tant dans son édition de 1966, que dans des éditions antérieures de 1959 et 1962, déclarait que le diuron était un herbicide sélectif à l'égard du blé d'hiver dans l'Orégon, les essais publiés en Europe, et en particulier en France en 1961-1962 et 1963 ont montré que le diuron y était nocif pour le blé, indication reprise par le brevet PECHINEY PROGIL n° 1.385.622 ; qu'actuellement, cette urée substituée ne figure pas comme désherbant sélectif pour cette céréale dans l'index des produits phytosanitaires édité par l'Association de Coordination Technique Agricole et dans les listes des produits autorisés en Grande-Bretagne, Danemark, Suède et Allemagne Fédérale, cependant que parmi les herbicides cités par PESTICIDE MANUEL, seuls le néburon et le

métaxuron sont commercialisés en France comme sélectifs à l'égard du blé ;

Attendu qu'elles font encore observer que si on comparait les structures moléculaires, il apparaissait que la structure du chlortoluron était plus proche de celles du fénuuron, du monuron et du diuron, qui n'étaient pas sélectifs pour le blé que de celle du nébuuron qui avait cette qualité ; qu'il est même résulté de l'affidavit pour la délivrance du brevet américain CIBA GEIGY n° 3.897.242, qu'un isomère du chlortoluron tuait le blé ;

Attendu qu'elles font enfin état de ce que le brevet français SANDOZ, n° 1.497.868, délivré le 4 septembre 1967, considérait que la découverte des effets herbicides sélectifs du métaxuron pour la culture des céréales, était d'autant plus inattendue que le chlortoluron ne présentait pas les mêmes effets et se comportait à ce point de vue comme les herbicides non sélectifs qu'étaient le fénuuron, le diuron et le monuron ;

Attendu qu'il résulte de ces différents documents que, lors du dépôt du brevet CIBA GEIGY n° 69.03.235, il ressortait seulement de l'état de la technique, que, d'une part, les urées substituées, dont le chlortoluron, pouvaient être utilisées comme herbicides totaux et d'autre part que certaines de ces urées étaient indiquées comme herbicides sélectifs à l'égard des céréales, et notamment du blé, cependant que d'autres, nocives pour les céréales, étaient des herbicides sélectifs à l'égard d'autres cultures ; qu'en outre, il n'apparaissait pas que les premières avaient une structure moléculaire plus proche du chlortoluron que les secondes ;

Attendu qu'il s'ensuit que, devant les enseignements, un chercheur ne pouvait procéder par simple analogie pour choisir le chlortoluron parmi le grand nombre d'urées substituées connues afin de déterminer par l'expérimentation qu'il était sélectif pour le blé ;

Attendu, en outre, que non seulement le chlortoluron n'était pas indiqué dans l'état de la technique comme sélectif pour les céréales, mais encore que le brevet SANDOZ n° 1.497.868 enseignait qu'il n'avait pas de caractère, affirmation précise et non simple hypothèse dont le caractère erroné ne pouvait résulter à l'époque des indications générales du brevet DUPONT DE NEMOURS n° 2.665.445, et de l'addition n° 64.118, non plus que des inexactitudes relatives au monuron et au diuron ;

Attendu que, dans ces conditions, la Société PROCIDA ne peut soutenir que l'utilisation du chlortoluron comme herbicide sélectif pour les cultures de blé découlent de manière évidente de l'état de la technique ;

Attendu qu'au contraire, CIBA GEIGY peut faire état de ce que pour réaliser son invention, elle a dû surmonter des difficultés qui sont démontrées par le temps qui s'est écoulé entre la découverte du chlortoluron en 1953 et la révélation de son application dans les cultures de blé en 1968, alors que plusieurs grandes sociétés concurrentes recherchaient un tel herbicide et aussi par le fait qu'il fallait vaincre le préjugé introduit par le brevet SANDOZ, de telle sorte que sa découverte était imprévisible eu égard à l'état de la technique ;

Attendu qu'il s'ensuit que la Société PROCIDA doit être déboutée de sa demande en nullité du brevet CIBA GEIGY, en ses revendications pour absence d'activité inventive ;

SUR LA DESCRIPTION

Attendu que la Société PROCIDA allègue que le brevet CIBA GEIGY n° 69.03.235, n'expose pas l'invention revendiquée d'une manière suffisante pour qu'un homme de métier puisse exécuter et se trouve ainsi atteint de nullité en vertu de l'article 49 de la loi du 2 janvier 1968 ; qu'en effet : 1°/ il n'indique pas que le chlortoluron n'est pas sélectif pour certaines variétés de blé ; et 2°/ il préconise des doses de ce produit qui peuvent être soit insuffisantes, soit excessives ;

Attendu sur le premier point, qu'elle fait état de ce qu'il est résulté du compte rendus de conférences de 1971 à 1975, que le chlortoluron détruisait plus espèces de blé et que l'Institut Technique des Céréales et des Fourrages, dans sa fiche n° 8 de septembre 1973, ne prévoyait son utilisation que pour le blé tendre d'hiver et en excluait 13 variétés, alors que 7 d'entre elles, les bicrey, Brennus, Elysée, Floress, Heima, Maris Hunstmann et Remois étaient les plus cultivés en France à l'époque du brevet ; que celui-ci aurait donc dû prévoir les variétés pour lesquelles le chlortoluron pouvait être employé ;

Mais attendu que la description du brevet doit être appréciée à l'époque où celui-ci a été déposé, or qu'il résulte des documents mis aux débats par CIBA GEIGY qu'en 1968, les variétés Brennus et Maris Hustmann n'étaient pas cultivées en France et que sur 92.000 hectares de blé, où étaient utilisées 89 variétés, il n'existait que 770 hectares de Rémois, 352 de Bicrey, 355 de Floress et seulement 3 de Heima et 2 1/2 d'Elysée ;

Attendu qu'il apparait ainsi que la description du brevet permettait à l'homme de métier de l'exécuter sur la quasi-totalité des variétés de blé alors cultivées en France ; que s'il est apparu ensuite que le chlortoluron était nocif pour quelques variétés de cette céréale, en raison de leur fragilité, il s'agit non d'une insuffisance de description, mais d'une imperfection dans le résultat qui ne peut être cause de nullité ;

Attendu sur le second point, que PROCIDA soutient que l'indication d'une dose de chlortoluron de 0,5 Kg à 10 Kg à l'hectare ne permet pas à l'homme de métier d'utiliser ce produit comme herbicide sélectif à l'égard du blé, car à la dose de 0,5 Kg il n'a pas d'effet désherbant et à celle de 10 Kg, il détruit le blé ; que l'Institut Technique des Céréales et Fourrages a dû, dans sa fiche de 1973, proposer une dose de 2 Kg à 3,5 Kg à l'hectare ;

Mais attendu que le brevet CIBA GEIGY, après avoir indiqué (p. 3), que les quantités à utiliser pouvaient varier entre des limites très larges, par exemple de 0,5 à 10 Kg de substance active par hectare, a ajouté qu'on utilisait avantageusement 0,5 à 3,5 Kg par hectare, et qu'il y a lieu d'observer qu'il s'agissait d'une indication générale concernant non seulement le blé, mais encore le maïs et d'autres plantes similaires monocotylées, comme la canne à sucre, le riz et des légumineuses, comme les cacahuètes et le soja ; qu'il est ensuite précisé, en exemple 2, pour le blé et surtout le froment, des quantités de 1 à 2 Kg en pré et post-émergence et en exemple 3, pour le blé d'hiver des quantités de 0,5 à 3 Kg à l'hectare, selon les mauvaises herbes à traiter ;

Attendu qu'il en résulte que les indications ainsi données par le brevet étaient suffisantes pour permettre son exécution par l'homme de métier auquel il appartenait de déterminer les doses exactes pour chaque cas particulier, compte tenu du développement de la plante de la nature du sol et des conditions atmosphériques ;

Attendu qu'il s'ensuit que la Société PROCIDA doit être déboutée de sa demande en nullité du brevet, en ses revendications, pour insuffisance de description ;

SUR LA CONTREFAÇON :

Attendu qu'il résulte du procès-verbal de saisie-contrefaçon dressé le 22 novembre 1973, dans les bureaux de la Société PROCIDA, à Puteaux, que celle-ci fabrique dans ses usines de Beaucaire et vend un produit nommé PRINTAN 22 L, comprenant par litre, 200 grammes de chlortoluron et 200 grammes de mécrocop et indiqué comme herbicide sélectif à l'égard notamment du blé d'hiver ;

Attendu que la Société PROCIDA ne conteste pas utiliser ainsi du chlortoluron comme herbicide sélectif à l'égard du blé, mais soutient que l'association qu'elle a réalisée est du type même de celle qui avait été décrite au certificat d'addition n° 64.618 de DUPONT DE NEMOURS, antérieurement au dépôt du brevet CIBA GEIGY ; qu'en effet, cette addition prévoyait l'association d'urée substituée dont le chlortoluron avec des herbicides hormonaux dans les récoltes alimentaires et citait parmi ces derniers, le M.C.P.A. dont le macrocop est un homologue supérieur ;

Mais attendu qu'il convient d'abord d'observer que si cette addition prévoit bien, en page 2, l'association des urées substituées avec des herbicides comme le M.C.P.M. (acide 2 méthyl - 4 chlorophénoxyacétique), en page 7 elle ne cite en association avec le chlortoluron que le dinosel (dimitro O-Sec-butylphénol) ;

Attendu surtout qu'il n'est pas établi que cette addition enseignait l'utilisation de chlortoluron comme herbicide sélectif à l'égard du blé ; qu'il s'ensuit que PROCIDA ne peut soutenir que son composé PRINTAN 22 L n'était qu'une application du domaine public ;

Attendu qu'il n'est pas contesté que dans ce composé, chacun des deux composants exerce son activité propre puisque la brochure PROCIDA saisie indique que le chlortoluron agit sur les graminées et les adventices et que le mécrocop renforce l'action sur les dicoltylédones ; qu'en conséquence, la Société PROCIDA en fabriquant et vendant du PRINTAN 22 L contenant du chlortoluron comme herbicide sélectif à l'égard du blé a contrefait le brevet n° 69.03.235 de la Société suisse CIBA GEIGY en sa revendication, causant préjudice non seulement à celle-ci, mais encore à la Société française CIBA GEIGY licenciée du brevet ;

Attendu qu'il convient, dans ces conditions, d'interdire à la Société PROCIDA, de fabriquer, introduire, détenir en vue de la vente et vendre les produits contrefaisants, sous astreinte comminatoire de cinquante francs (50 F) par kg à compter de la signification du présent jugement, d'ordonner la confiscation du produit contrefaisant trouvé jusqu'au jugement, en possession de cette société, de faire diligenter une expertise pour rechercher les préjudices subis par les deux demanderesse, et de condamner la Société PROCIDA à payer, sur la réparation de ces dommages à la Société suisse CIBA GEIGY une provision de 50.000F, et à la Société française CIBA GEIGY une provision de 100.000 F ;

Attendu qu'il y a lieu encore d'autoriser chacune des Sociétés demanderesse à faire publier le dispositif du présent jugement dans une revue professionnelle française de son choix, aux frais de la défenderesse, dans la limite de 2.000 F par insertion ;

Dit que la Société suisse CIBA GEIGY et à défaut la Société française CIBA GEIGY devront consigner au Greffe, avant le 31 décembre 1976, une provision de quatre mille francs (4.000 F), à valoir sur les frais d'expertise ;

Condamne la Société PROCIDA à payer à valoir sur la réparation de leur préjudice à la Société suisse CIBA GEIGY, une provision de cinquante mille francs (50.000 F), et à la Société française CIBA GEIGY une provision de cent mille francs (100.000 F) ;

Autorise en outre chacune des deux sociétés CIBA GEIGY à faire publier le présent dispositif dans une revue professionnelle française de son choix, aux frais de la Société PROCIDA, dans la limite de deux mille francs (2.000 F) par insertion ;

Ordonne l'exécution provisoire en ce qui concerne l'expertise et la provision ;

Déboute la Société PROCIDA de sa demande reconventionnelle en dommages-intérêts ;

Condamne la Société PROCIDA aux dépens engagés jusqu'à ce jour, y compris ceux du présent jugement, dont distraction au profit de Maître Jean NOUEL, Avocat postulant ./.

Fait et jugé le 19 octobre 1976.

T.G.I. PARIS 6 JUILLET 1978

- . Aff. CIBA GEIGY c/PHYTEUROP
- . Brevet n° 69. 03. 235

(CHLORTOLURON)

- . Inédit

JOINDRE A : T.G.I. PARIS 19 octobre 1973, DOSSIERS BREVETS 1977, III, n° 4

Parallèlement à son action en contrefaçon contre PROCIDA, CIBA GEIGY a attaqué PHYTEUROP pour son exploitation du CHLORTOLURON. Comme PROCIDA, PHYTEUROP demandait l'annulation du brevet en insistant, tout particulièrement, sur le défaut de nouveauté de l'invention. Les deux décisions méritent d'être rapprochées.

On notera les modalités de la décision d'annulation partielle retenue par ce jugement.

T.G.I. PARIS 6 JUILLET 1978

CIBA GEIGY c/ PHYTEUROP

(inédit)

Attendu que la Société de droit Suisse CIBA GEIGY est propriétaire du brevet français n° 69 03235 demandé le 12 février 1969 avec revendication de priorité de deux demandes de brevets suisses des 13 février 1968 et 11 juillet 1968 délivré le 5 juillet 1971, et intitulé "Procédé d'utilisation d'urées comme herbicides sélectifs" ;

Que la Société Suisse CIBA GEIGY a concédé la licence d'exploitation de ce brevet à la société française CIBA GEIGY par acte du 19 juillet 1973, inscrit le 2 août 1973 sous le numéro 68 373 au REGISTRE NATIONAL DES BREVETS ;

Attendu qu'à sa requête, la Société Suisse CIBA GEIGY a fait effectuer par Maître HAEN, huissier à CHALONS S/MARNE, le 19 février 1975, l'achat d'un bidon de 5 litres de CHLORTOCIDE, resté en la possession de la requérante, à la Coopérative Agricole de DORMANS ; qu'il a annexé à son procès-verbal de constat le bon de livraison et une notice concernant ce produit ;

Que le 13 août 1975, la Société de droit Suisse CIBA GEIGY a assigné la Société Anonyme PHYTEUROP aux fins d'entendre dire qu'en détenant, en vue de la vente, en offrant en vente et en vendant un produit contenant comme composant essentiel une substance exactement conforme au produit décrit à la 6ème revendication de son brevet, et en vue de son utilisation, comme herbicide sélectif pour le blé, la défenderesse a commis des actes de contrefaçon dans les termes de la loi du 2 janvier 1968, sollicitent en outre les mesures de protection et de publication habituelles et le versement d'une provision de 300 000 F (TROIS CENT MILLE FRF) à valoir sur les dommages-intérêts auxquels elle peut prétendre et à fixer à dire d'expert, le tout avec le bénéfice de l'exécution provisoire ;

Attendu que par actes du Palais du 22 juin 1977, et du 30 mars 1978, la Société PHYTEUROP a conclu à la nullité du brevet en toutes ses revendications et en conséquence, au rejet de la demande en contrefaçon ;

Attendu que par conclusions du 22 mars 1978, la Société Française CIBA GEIGY est intervenue à l'instance en sa qualité de licenciée du brevet et sollicite également une expertise et l'octroi d'une provision de 200 000 F (DEUX CENT MILLE FRF) ;

Attendu enfin, que les Sociétés CIBA GEIGY ont refuté l'argumentation de la Société PHYTEUROP le 7 avril 1978 en sollicitant l'adjudication de leur demande ;

Attendu qu'après la clôture des débats le 7 avril 1978, le Président a demandé aux parties de déposer une note au Tribunal en application des articles 442 et 443 du Code de Procédure civile ; que ces notes lui ont été adressées le 25 avril et le 11 mai 1978 ;

Attendu qu'en cet état de la procédure, il appartient au Tribunal d'examiner les différents points en litige après avoir analysé le brevet ;

o o

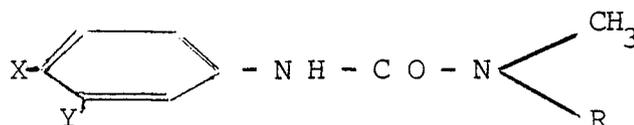
o

SUR L'INTERVENTION DE LA SOCIÉTÉ FRANÇAISE CIBA GEIGY

Attendu qu'il n'est pas contesté que cette société, en tant que licenciée pour l'exploitation du brevet n° 69 03. 235 est recevable à intervenir dans l'instance en contrefaçon engagée par la Société Suisse "CIBA GEIGY" contre la Société PHY-TEUROP ; qu'il convient, donc d'accueillir sa demande d'intervention ;

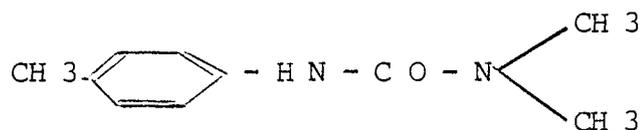
SUR LA PORTEE DU BREVET n° 69 03. 235

Attendu que l'invention a pour objet l'utilisation de composés ayant la formule :



pour combattre les mauvaises herbes dans les cultures de blé, maïs, riz, de plantes légumineuses et de canne à sucre, que dans cette formule, X, Y et R représentent les divers éléments chimiques énumérés à la première page du texte ;

Que le brevet après avoir défini plusieurs composés particuliers indique page 2, ligne 28 : "en raison de sa sélectivité remarquable surtout dans les cultures de blé contre l'Apera (jouet du vent) à l'Alopecurus (Vulpin) et l'Avena Fatea (folle avoine) -c'est-à-dire des mauvaises herbes monocotylédones comme le blé- il convient de mentionner surtout la formule :



formule du chlortoluron, présenté comme le composé essentiel visé par l'invention ;

Que le brevet décrit ensuite page 3, les propriétés biologiques et les conditions d'application, puis aux pages 3 à 5, la préparation et les propriétés physiques des composés en particulier du n° 17, qui est le chlortoluron que les pages suivantes sont réservées à des exemples de formulation, observation faite que l'exemple 2 (pages 6/8) est relatif à des essais en post émergence ou post levée du chlortoluron que l'exemple 3 (pages 8/10) montre la sélectivité du/composé qui épargne le blé d'hiver, que l'exemple 4 concerne encore des essais du même composé à propos d'autres céréales ;

Attendu que le résumé du brevet suffit à démontrer que le chlortoluron a une action herbicide sur les mauvaises herbes sans atteindre la plante cultivée ;

Qu'il s'ensuit que ce produit est un ~~dés~~herbant permettant de lutter contre les plantes adventices, c'est-à-dire des plantes indésirables à l'endroit où elles se trouvent en opérant contrairement à l'herbicide total, une sélectivité biologique, de telle sorte qu'il est dit herbicide sélectif ;

SUR LA VALIDITE DU BREVET

Attendu que le brevet comporte 7 revendications ;

Que les Sociétés CIBA GEIGY fondent leur demande sur la seule revendication n° 6 ;

Que la défenderesse a conclu à la nullité de toutes les revendications ayant renoncé toutefois, lors de l'audience à invoquer la nullité des revendications n° 2 et 7 ;

Attendu que les sociétés CIBA GEIGY soutiennent à ce propos que la Société PHYTEUROPE ne peut, par simples conclusions reconventionnelles, solliciter la nullité de revendications qui ne sont pas invoquées en l'espèce ; qu'elles affirment qu'elle aurait dû agir par voie d'assignation car la demande reconventionnelle ainsi présentée n'a pas un lien suffisant avec la demande principale, la revendication n° 6 visant un produit exprimé en une formule déterminée se suffisant à elle-même ; que les Sociétés CIBA GEIGY admettent néanmoins que cette sixième revendication se rattache à la première dans la mesure où elle décrit l'application du chlortoluron comme desherbant sélectif pour les cultures de céréales et notamment le blé ;

Attendu que la Société PHYTEUROPE réplique au contraire qu'elle est recevable en sa demande car, d'une part celle-ci est connexe à la demande principale et d'autre part la sixième revendication est dépendante de la cinquième, qui dépend elle-même de la quatrième, la quatrième de la troisième et la troisième de la première ;

Attendu la position des parties étant ainsi exposée, que selon l'article 70 du NOUVEAU CODE DE PROCEDURE CIVILE "les demandes reconventionnelles ou additionnelles ne sont recevables que si elles se rattachent aux prétentions originaires par un lien suffisant" ;

Qu'en l'espèce, la nullité des revendications n° 3, 4 et 5 comme la nullité des revendications n° 6 et 1 portent en fait sur la validité de la même invention et qu'en application des dispositions légales ci-dessus, plus large que la jurisprudence antérieure, il y a lieu de déclarer la Société PHYTEUROPE recevable à invoquer la nullité des revendications dont s'agit concernant des composés découlant de l'application de la formule générale très large indiquée à la première revendication ;

Attendu qu'il appartient, dès lors, au Tribunal d'examiner tour à tour les cinq revendications dont la validité est contestée ;

A - PREMIERE REVENDICATION

Attendu que la Société PHYTEUROP allégué que cette revendication est nulle pour défaut de nouveauté ; que l'on savait en effet déjà utiliser comme herbicide sélectif dans les cultures de blé, maïs, riz, légumineuses ou canne à sucre, diverses urées, substituées répondant à cette formule générale ; qu'il en était ainsi notamment pour :

Le 3 - (3 - chloro - 4 - étylphényl) - 1 - méthyl - 1 - méthoxy - urée ;

Le 3 - (3 - chloro - 4 - butylphényl) - 1 - méthyl - 1 - méthoxy - urée ;

Le 3 - (3 - chloro - 4 - isopropylphényl - 1 - méthyl - 1 - ethoxy - urée ;

Ces trois composés étant divulgués par le brevet U.S.A. DUPONT DE NEMOURS n° 3; 228. 762, publié le 11 janvier 1966 ;

Que la défenderesse fait encore remarquer que :

Le 3 - P. - tolyl - 1 - méthyl - 1 - sec butyl - urée était également connu comme herbicide sélectif pour le maïs et la canne à sucre depuis le brevet U.S.A. DUPONT DE NEMOURS n° 2. 728. 654, publié le 27 décembre 1955 ;

Que de même, le composé :

3 (3 - chloro - 4 - méthylphényl - 1 - méthyl - 1 - méthoxy - méthyl - urée était enseigné par le brevet français BADISCHE ANILIN n° 1. 481. 391 délivré le 10 avril 1967 ;

Que la défenderesse en déduit que ces divulgations particulières détruisent la nouveauté de cette première revendication générale qui les comporte non conformément d'ailleurs à la "directive à l'examen pratique de l'Office Européen des Brevets".

Attendu que les Société CIBA GEIGY répondent que les trois brevets cités ne constituent que des antériorités partielles à l'égard de cette revendication n° 1 d'une portée beaucoup plus large qui englobe une série de produits non couverts par les produits révélés par ces trois brevets ; qu'elles soulignent, d'autre part, que la "directive" à laquelle se réfère la défenderesse, propose à l'examinateur de considérer, en matière de nouveauté, qu'"une divulgation particulière détruit la nouveauté d'une "revendication générique qui la comporte" en visant expressément la revendication générique - qui recourt à un terme recouvrant des caractères communs à un genre, indépendamment des individus constituant ce genre, et non pas la revendication générale qui regroupe sous une forme condensée, pour des raisons de commodités, des individus distincts ; que les Sociétés demanderesses en déduisent que la "directive" ne peut s'appliquer au cas de la revendication litigieuse qui n'est pas une revendication générique, mais une revendication générale qui groupe sous une forme concise les composés figurant dans les tableaux du brevet ;

Attendu les prétentions des parties étant ainsi présentées que la première revendication possède effectivement un caractère général et que sa nouveauté ne peut être détruite en totalité par les seuls produits visés aux trois antériorités citées, mais qu'il n'en résulte pas moins qu'elle est en partie divulguée à raison même de ces antériorités ;

Que le tribunal considère dès lors que la revendication n'est que partiellement nulle et qu'il y a lieu en application de l'article 49 de la loi de 1968, d'en limiter la portée en précisant que dans la formule qu'elle cite, R représente comme groupe alkyle, le radical méthyle CH₃ ;

B - TROISIEME REVENDICATION

Attendu qu'elle est rattachée à la première ; qu'elle doit donc être limitée au cas où R est un radical méthyl CH₃ ;

C - QUATRIEME REVENDICATION

Attendu que celle-ci doit être limitée pareillement, X "étant un reste alkyle inférieur et R" représentant comme groupe alkyle, le radical méthyl CH₃ ;

D - CINQUIEME REVENDICATION

Attendu qu'il est de même que précédemment, et que cette revendication doit donc être limitée au cas où R est un radical méthyl CH₃ ;

E - SIXIEME REVENDICATION

Attendu que celle-ci, la seule invoquée dans l'instance en contrefaçon, couvre l'application d'un composé déterminé : le chlortoluron comme herbicide sélectif pour les cultures de céréales et notamment du blé ;

Attendu que la Société PHYTEUROP n'invoque pas à l'encontre de cette revendication les deux brevets DUPONT DE NEMOURS et le Brevet BADISCHE ANILIN qui ne visent ni l'un ni l'autre la formule du chlortoluron ;

Qu'elle oppose à sa validité en revanche, le brevet SANDOZ n° 1. 497. 868 demandé le 26 octobre 1966 et délivré le 4 septembre 1967 en soutenant que ce dernier décrit l'application du chlortoluron comme herbicide ; qu'il est indifférent du point de vue de la condition de nouveauté que le Brevet SANDOZ ait indiqué à tort, à propos de l'application de ce produit dans la culture du blé, que cette application ne procurait pas le résultat escompté car il suffisait à l'homme de métier de mettre en œuvre le procédé ainsi divulgué pour obtenir le véritable résultat ; qu'elle en déduit qu'il n'est pas possible de revendiquer "valablement comme une invention la description d'un résultat jusque là inconnu procuré par une application de moyen elle-même, connue" ; que la défenderesse ajoute que de toutes façons il faudrait encore que cette "invention de résultat" traduise une activité inventive ; qu'en l'occurrence, l'homme de l'art, dès qu'il est en présence d'un brevet qui vient d'être publié au nom d'un concurrent se trouve conduit à reproduire les essais mentionnés dans ce brevet et qu'il se devait en conséquence, de tester comparativement le méthoxuron et le chlortoluron, sur les mauvaises herbes et le blé en faisant varier les concentrations de manière classique, ce qui lui aurait permis de constater le résultat contraire de celui indiqué dans le brevet SANDOZ .

Attendu que les Sociétés CIBA GEIGY répliquent que l'application du chlortoluron comme desherbant sélectif constitue un exemple éclatant d'application nouvelle, puisque le résultat est non seulement différent, mais en partie contraire aux résultats obtenus par le moyen précédemment ; que d'autre part, tout homme de métier, compte tenu de la réputation et de l'expérience de la Société SANDOZ, devait normalement

s'abstenir d'appliquer le chlortoluron dans les cultures du blé et que l'argument opposé par la Société PHYTEUROP est dénué de toute valeur ; que les demanderesses déclarent enfin que l'invention relève assurément de l'activité inventive car :

1/ la destruction chimique d'une graminée en peuplement mixte avec une autre graminée telle que le blé posait un problème ardu ;

2/ il s'est écoulé plus de quinze ans entre la découverte du chlortoluron par la Société DUPONT DE NEMOURS en 1953, et son utilisation comme herbicide sélectif ;

3/ le résultat était imprévisible car les corps voisins et isomère du chlortoluron tuent le blé ;

4/ le produit procure des résultats particulièrement remarquables puisqu'il tue toutes les plantes adventices et notamment le vulpin si difficile à détruire et qu'il tue ces plantes adventices en pré levée comme en post levée ;

Que les sociétés CIBA GEIGY concluent donc à la validité de cette sixième revendication ;

Attendu la position des parties étant ainsi exposées, et en ce qui concerne la nouveauté, que le brevet SANDOZ signale à la page 2 (colonne de gauche, 12ème ligne) que les effets sélectifs appréciés de la substance répondant à la formule du métoxuron sont d'autant plus inattendus que le chlortoluron ne présente pas ces effets et se comporte à ce point de vue comme les herbicides non sélectifs que sont le fénuron, le monuron et le diuron ;

Que de fait, les essais avec le chlortoluron rapportés aux deux tableaux de la page 5 sont uniquement réalisés sur des plantes adventices, sans la présence d'une culture ; que par contre, dans les essais comparatifs effectués avec le métoxuron d'une part et d'autres urées substituées d'autre part, sur des mauvaises herbes mélangées à des cultures, le chlortoluron n'est pas visé ;

Qu'il en découle nettement que l'application de ce composé comme herbicide sélectif n'a pas été effectuée ; qu'elle n'a pas été divulguée par le brevet SANDOZ ;

Attendu par ailleurs, que l'homme de l'art dispose, pour guider ses recherches, de ses propres expériences et de l'enseignement scientifique admis à l'époque ; que lorsqu'une société aussi importante que la Société SANDOZ affirme que le chlortoluron est un herbicide total, on ne saurait prétendre qu'une telle affirmation devait inciter l'homme de l'art à utiliser ce produit comme desherbant sélectif ;

Attendu qu'il en résulte que l'utilisation du chlortoluron en tant qu'herbicide sélectif, selon le brevet CIBA GEIGY aboutissait à un résultat nouveau à l'époque et constituait ainsi une application nouvelle d'un moyen connu jusqu'à ce moment là comme herbicide total ;

Attendu, en ce qui concerne l'activité inventive, que la Société PHYTEUROP ne peut soutenir que l'utilisation du chlortoluron comme desherbant sélectif pour les cultures découlait de manière évidente de la technique puisque pour réaliser son invention, la Société CIBA GEIGY a dû surmonter des difficultés démontrées par le temps qui s'est écoulé entre la découverte du produit et la révélation de son application nouvelle, ainsi que par le fait qu'il fallait vaincre le préjugé introduit par le brevet SANDOZ de telle sorte que sa découverte était imprévisible au regard de l'état de la technique en 1968 ;

Attendu qu'il apparaît, dès lors, que cette sixième revendication est valable ;

Attendu en résumé que la première revendication est partiellement valable, de même que la troisième et la quatrième et la cinquième, tandis que la sixième est pleinement valable ;

SUR LA CONTREFACON

Attendu que la contrefaçon est établie par le constat d'achat rappelé au début de ce jugement et portant sur un bidon CHLORTOCIDE ;

Que ce bidon porte en effet l'indication de PHYTEUROP comme fabricant ; qu'il est accompagné du prospectus édité par cette société portant en première page la mention "Dans vos blés tendres d'hiver, vos orges d'hiver et escourgeons", en deuxième et troisième pages la formule du chlortoluron et le nom même de ce composé, et en dernière page les "graminées sensibles" : agrostide, jouet du vent, folle avoine, paturin, raygrass et vulpin ;

Attendu que les Sociétés CIBA GEIGY sont donc bien fondées en leur demande, qu'il échet d'y faire droit dans les termes indiqués au dispositif ;

Qu'il n'y a pas lieu toutefois, en raison des circonstances particulières de la cause, de prescrire l'exécution provisoire du jugement ;

PAR CES MOTIFS

Statuant contradictoirement ;

Déclare la Société Anonyme CIBA GEIGY, société de droit français bien fondée en son intervention, en sa qualité de licenciée du brevet n° 69: 032 35, dont la Société CIBA GEIGY de droit suisse est propriétaire ;

Dès que la revendication n° 1 doit être limitée en ce que dans la formule qu'elle énonce R, désigne comme groupe alkyle le radical méthyl CH 3 ; que dans la revendication n° 3, R désigne un radical méthyl CH 3 ; que dans la revendication n° 4, R "est encore un radical méthyl CH 3 ; que de même, la revendication n° 5 doit être limitée au cas où R est radical méthyl CH 3 ;

Déclare valable la sixième revendication relative au chlortoluron ;

Dit que la Société PHYTEUROP a contrefait le brevet dont s'agit dans ses revendications n° 1 et n° 6 en détenant et en offrant en vente et en vendant le produit dénommé CHLORTOCIDE en vue de son utilisation comme herbicide sélectif pour la culture du blé ;

Ordonne la confiscation et la remise aux Sociétés CIBA GEIGY des produits contrefaisants et de tous les documents commerciaux tels que tarifs, notices, catalogues, affiches, étiquettes etc... concernant le CHLORTOCIDE et qui sont encore en possession de la Société PHYTEUROP ;

Interdit à cette société de fabriquer, d'introduire en FRANCE, de détenir et confier en vente et de vendre le produit contrefaisant sous astreinte de 100 F (cent francs) par infraction constatée ;

8.

D'ores et déjà, condamne la Société PHYTEUROP à verser à la Société CIBA GEIGY de droit suisse, la somme de 60 000 F (SOIXANTE MILLE FRS) et à la Société CIBA GEIGY de droit français, la somme de 60 000 F (SOIXANTE MILLE FRS) à titre de provision sur les dommages auxquels elles peuvent prétendre en réparation de leur préjudice ;

Avant faire droit, désigne Monsieur Philippe GUILGUET, expert demeurant à PARIS (7^e) 14, avenue de Breteuil, avec mission de rechercher tous les éléments d'appréciation nécessaires en vue de la fixation du préjudice subi par les demanderessees ;

ci ba *11^a* 

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

⑪ 2.001.791

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

Date de la mise à la disposition du public
de la demande 3 octobre 1969.

⑤1 Classification internationale A 01 n 9/00//C 07 c 127/00.

②1 Numéro d'enregistrement national 69 03235.

②2 Date de dépôt 12 février 1969, à 11 h 40 mn.

⑦1 Déposant : Société dite : CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, résidant en Suisse.

Mandataire : Alain Casalonga, 8, avenue Percier, Paris (8^e).

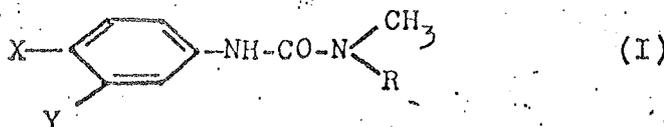
⑤4 Procédé d'utilisation d'urées comme herbicides sélectifs.

⑦2 Invention :

③0 Priorité conventionnelle :

③2 ③3 ③1 Demande de brevet déposée en Suisse le 13 février 1968, n° 2.101/68 et demande
de brevet additionnel le 11 juillet 1968, n° 10.364/68 au nom de la deman-
deresse.

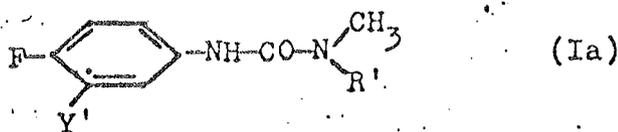
La présente invention a pour objet l'utilisation de composés ayant la formule



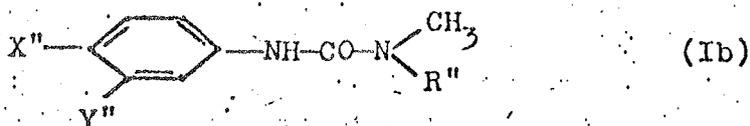
5 pour combattre les mauvaises herbes dans les cultures de blé, maïs, riz, de plantes légumineuses et/ou de canne à sucre. Dans la formule (I), X est un atome de fluor ou un groupe alkyle inférieur, Y est un atome d'hydrogène, de fluor, chlore, brome ou iode, un
 10 groupe alkyle, alcoxy, alkylthio, alkylsulfinyl, alkylsulfonyl (inférieurs), nitro ou un groupe halogéno-alkyle inférieur et R indique un atome d'hydrogène, un groupe alkyle portant éventuellement comme substituants un ou deux groupes alkyles inférieurs, ou un groupe
 alcoxy inférieur ou un groupe allyle ou butényle.

15 Les restes alkyles représentés par X peuvent être ramifiés ou non et comportent 1 à 4 atomes de carbone. De préférence, il s'agit d'un groupeméthyle ou éthyle. Y peut représenter des groupes alkyles, alcoxy, alkylthio, alkylsulfinyle ou alkylsulfonyl inférieurs. De tels groupes contiennent 1 à 4 atomes de carbone et de préférence 2, mais mieux encore, 1 atome de carbone. En outre, Y
 20 peut indiquer des restes halogénoalkyles inférieurs. Dans ce cas, ces restes alkyles contiennent 1 à 4 atomes de carbone et représentent avantageusement un reste méthyle. Ces restes alkyles sont halogénés et sont mono-, di- ou trisubstitués par des atomes F, Cl, Br et/ou I. Des restes halogénoalkyles préférés sont des restes méthyles fluorés, par exemple $-\text{CF}_3$ et $-\text{ClF}_2$. Les restes alkyles inférieurs considérés indiqués par R peuvent être ramifiés ou non et ils comportent 1 à 4 atomes de carbone. Comme exemples on mentionne les restes méthyle, éthyle, propyle, isopropyle, butyle, isobutyle et sec.- et tertio-butyle. Ces restes alkyles peuvent porter
 30 des groupes alcoxy inférieurs comme mono- ou di-substituants. De tels groupes alcoxy ont 1 à 4 atomes de carbone, les restes méthoxy et éthoxy étant préférés. Ces groupes alcoxy peuvent aussi remplacer le symbole R.

On a constaté que des composés particulièrement appropriés ont
 35 les formules

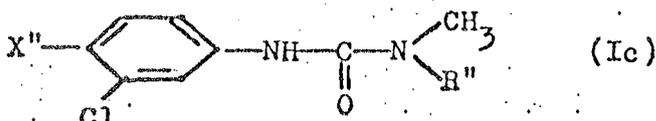


et

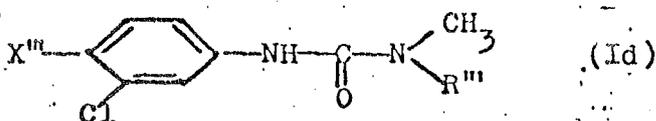


Dans la formule (Ia), Y' désigne un atome d'hydrogène, un reste alkyle inférieur et ayant 1 à 4 atomes de carbone, surtout un reste méthyle ou un atome de fluor, chlore ou brome et surtout de chlore, R' est un atome d'hydrogène, un reste alkyle inférieur ayant 1 à 4 atomes de carbone ou un reste alcoxy inférieur ayant 1 à 4 atomes de carbone et surtout un reste méthoxy. Dans la formule (Ib) X'' est un reste alkyle inférieur ayant 1 à 4 et surtout 1 ou 2 atomes de carbone, Y'' est un atome d'hydrogène, de fluor, brome ou iode, un groupe alkyle ou alcoxy inférieur ayant 1 à 4 atomes de carbone et surtout un seul atome de carbone ou un groupe nitro et R'' est un atome d'hydrogène, un groupe alkyle ou alcoxy inférieur ayant 1 à 4 atomes de carbone ou un reste allyle.

Parmi les composés ayant la formule (Ib) sont particulièrement intéressants ceux qui ont la formule

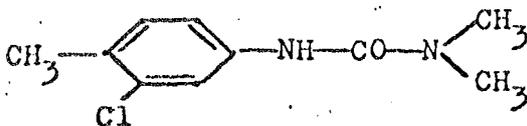


dans laquelle X'' et R'' ont la signification mentionnée. Parmi ces composés, on signale surtout ceux qui ont la formule

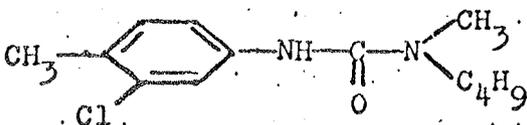


dans laquelle X''' est un reste méthyle ou éthyle et R''' est un reste méthyle, éthyle ou méthoxy.

En raison de sa sélectivité remarquable, surtout dans les cultures de blé contre l'Apera, Alopecurus et Avena fatua, il convient de mentionner surtout le composé ayant la formule



Le composé ayant la formule

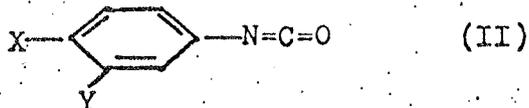


présente une sélectivité particulièrement prononcée dans les cultures de riz et de millet.

Les composés conformes à l'invention et ayant la formule (I) sont capables de détruire des mauvaises herbes monocotylées. Les mauvaises herbes envisagées englobent autant celles à feuilles larges que les herbeuses. Les cultures utiles sont celles du blé, du maïs et d'autres plantes similaires monocotylées, par exemple de canne à sucre, de riz et de légumineuses comme les cacahuètes et surtout le soja. L'application peut se faire aussi bien selon le procédé de pré-émergence que celui de post-émergence. Les quantités à utiliser peuvent varier entre des limites très larges, par exemple de 0,5 et 10 kg de substance active par hectare, mais on utilise avantageusement 0,5 à 3,5 kg de substance active par hectare.

Les substances actives appropriées selon l'invention peuvent être utilisées isolément ou conjointement avec d'autres herbicides efficaces ou avec des substances qui agissent sur la croissance des plantes. Comme exemples, on mentionne entre autres les produits suivants : "CMPP, Joxynil et ses dérivés, Bromoxynil et ses dérivés, les benzaldoxime-éthers et surtout le 3,5-dibromo-4-hydroxybenzaldoxime-0-2,4-dinitrophényléther, des dérivés d'urées comme le "Neburon, "Fluométhyron", N-(3-chloro-4-méthoxyphényl)-N', N'-diméthylurée, N-(3-chloro-4-bromophényl)-N'-méthyl-N'-méthoxyurée ou des composés triaziniques, par exemple la 2-éthylamino-4-tertio-butylamino-6-méthylthio-s-triazine.

Les substances actives ayant la formule définie plus haut sont en grande partie décrites dans la littérature. On peut les préparer selon des procédés connus, par exemple en faisant réagir un arylisocyanate ayant la formule



sur une amine ayant la formule

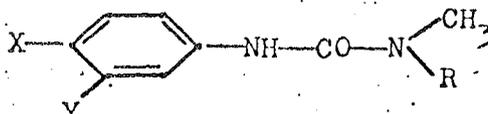


X, Y et R ayant la signification mentionnée, ceci, le cas échéant, en présence de quantités catalytiques d'une amine tertiaire, par exemple de triéthylamine ou de triéthylènediamine.

On peut utiliser les composés conformes à l'invention de manières très différentes.

On peut, par exemple, les incorporer à des agents qui servent à l'application sous forme d'émulsions, de produits à pulvériser, de granules, etc. La transformation des substances actives en une forme d'application favorable fait partie de la technique connue des spécialistes.

Les urées ayant la formule



peuvent être utilisées pour combattre les mauvaises herbes dans les cultures de blé, maïs, riz, légumineuses et/ou de canne à sucre, surtout dans les cultures de froment.

Comp. n°	X	Y	R	P.F. en °C
1	F	H	H	182-182,5
2	F	H	CH ₃	145-146
3	F	H	C ₄ H ₉	105-105,5
4	F	H	OCH ₃	76-77
5	F	Cl	CH ₃	148-150
6	F	Cl	C ₄ H ₉	92-93
7	F	CH ₃	H	156,5-157
8	F	CH ₃	CH ₃	156-157
9	F	CH ₃	OCH ₃	119-120
10	CH ₃	H	H	176-177
11	CH ₃	H	CH ₃	154-155
12	CH ₃	F	H	160-161
13	CH ₃	F	CH ₃	155-156
14	CH ₃	F	C ₄ H ₉	49-51
15	CH ₃	F	OCH ₃	55-56
16	CH ₃	Cl	H	143-144
17	CH ₃	Cl	CH ₃	147-148
18	CH ₃	Cl	C ₂ H ₅	135-139
19	CH ₃	Cl	C ₃ H ₇	118-121
20	CH ₃	Cl	C ₃ H ₇ (1)	169-171
21	CH ₃	Cl	C ₄ H ₉	105-105,5
22	CH ₃	Cl	C ₄ H ₉ (1)	144-146
23	CH ₃	Cl	allyle	104-107
24	CH ₃	Cl	OCH ₃	94-95
25	CH ₃	Cl	CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	91-92

Comp. n°	X	Y	R	P.F. °C
26	CH ₃	Br	H	149-150
27	CH ₃	Br	CH ₃	153-154
28	CH ₃	Br	C ₄ H ₉	111,5-112,5
29	CH ₃	Br	OCH ₃	86-87
30	CH ₃	CH ₃	H	123-124
31	CH ₃	CH ₃	CH ₃	161-162,5
32	CH ₃	OCH ₃	H	153-155
33	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	140-142
34	CH ₃	OCH ₃	C ₄ H ₉	91-92
35	CH ₃	NO ₂	CH ₃	113-118
36	CH ₃	NO ₂	C ₄ H ₉	P, éb. 184°/0,06mm
37	C ₂ H ₅	Cl	H	106-107
38	C ₂ H ₅	Cl	CH ₃	124-125
39	C ₂ H ₅	Cl	C ₄ H ₉	72-73
40	O ₂ H ₅	Cl	OCH ₃	53,5-55
41	C ₂ H ₅	Br	H	138-139
42	C ₂ H ₅	I	H	166-167
43	C ₂ H ₅	I	CH ₃	128-130
44	C ₂ H ₅	I	C ₄ H ₉	
45	C ₂ H ₅	I	OCH ₃	80-81
46	C ₄ H ₉	H	H	107-108

25

Exemple 1A) Agent à nébuliser.

On broie finement des parties égales des substances actives conformes à l'invention n° 1-46 et de la silice précipitée.

B) Poudre à pulvériser.

30

Pour préparer une poudre à pulvériser, on mélange, par exemple, les composants ci-après et on les broie finement :

50 parties de substance active selon l'invention,

20 parties de "Hisil" (silice très adsorbante),

25 parties de Bolus alba (kaolin),

35

3,5 parties de produit de réaction du p-tertio-octylphénol sur l'oxyde d'éthylène,

1,5 partie de sel de sodium de l'acide 1-benzyl-2-stéaryl-benzimidazole-6,3'-disulfonique.

C) Concentré émulsionnable.

On peut également préparer selon la recette ci-après des compositions à partir de substances actives bien solubles :

20 parties de substance active,

70 parties de xylène,

10 parties d'un mélange du produit de réaction d'un octylphé-
nol sur l'oxyde d'éthylène avec du dodécylberzènesulfonate
de calcium.

Par dilution avec l'eau, jusqu'à la concentration désirée,
on obtient une émulsion prête à la pulvérisation.

Exemple 2

a) Les substances n° 17 et 31 montrent lors de l'application de
postémurgence une bonne efficacité contre diverses mauvaises her-
bes, tout en épargnant les blés surtout le froment.

Le traitement se fait au moyen de 2 et 1 kg/ha 12 jours après
les semailles, quand les plantes ont développé une ou deux feuil-
les véritables.

On obtient les résultats ci-après :

Légende : 1 = aucun dommage,

<5 = dommages entraînant des conséquences

>5 = dommages prononcés,

10 = plante entièrement détruite.

Plante	Composé n°			
	Quantité : 1 et 2 kg/ha			
	17		31	
	1	2	1	2
Triticum.	1	1	1	1
Hordeum	4	6	3	5
Avena sativa	6	10	5	8
Sorghum	8	10	8	10
Panicum	10	10	9	9
Poa Triv.	10	10	9	9
Dactylis	10	10	8	10
Beta vulg.	10	10	10	10
Clendula	10	10	4	8
Linum us.	10	10	10	10
Brass. rap.	10	10	10	10
Daucus c.	10	10	4	10
Lactuca	10	10	10	10
Medicago	10	10	10	10
Soya max.	7	9	3	6
Phaseolus	9	9	6	9

Les autres composés n° 1 à 46 du tableau ont une action similaire, c'est-à-dire que partout les blés et surtout le froment sont épargnés, tandis que les mauvaises herbes sont détruites ou au moins fortement attaquées.

- 5 b) Les substances n° 17 et 21 montrent par application de pré-émergence un bon effet contre diverses mauvaises herbes, tout en épargnant les cultures utiles. Le traitement se fait avec 1, 2 et 4 kg de substance/ha un jour après les semailles.

On obtient les résultats suivants :

- 10 Légende : 1 = aucun effet,
 4 = dommages initiaux pour la plante cultivée
 juste encore acceptables,
 6 = action prononcée sur les mauvaises herbes,
 9 = destruction totale.

15

Plante	Composé n° Quantité : 1, 2 et 4 kg/ha				
	n° 17		n° 21		
	1	2	1	2	4
froment	2	4	4	4	-
Soja	-	-	3	-	-
Maïs	-	-	1	1	2
Sorghum	-	-	1	1	1
Riz	-	-	4	4	-
Avena fatua	8	9	-	-	-
25 Digitaria	8	9	9	9	9
Panicum	8	9	8	9	9
Poa	9	9	8	9	9
Alopecurus	8	9	8	9	9
Galium	-	-	-	-	6
30 Calendula	8	9	9	9	9
Chrysanthemum	9	9	6	9	9
Brassica	9	9	9	9	9
Ipomoea	-	-	-	6	9
Stellaria	9	9	9	9	9
35 Amaranthus	9	9	5	9	9

- c) Le composé n° 19 montre, par application de post-émergence, un bon effet contre les mauvaises herbes à feuilles larges et herbeuses.

Le traitement se fait comme indiqué sous a), mais en utilisant

69 03235

8

2001791

4 kg de substance/ha. Les résultats sont les suivants :

Légende : 1 = aucun effet,

4 = dommages initiaux pour la plante cultivée,
juste encore acceptables,

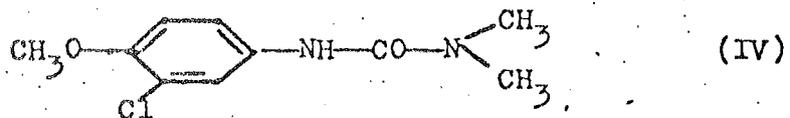
6 = action prononcée sur les mauvaises herbes,

9 = destruction totale

Plante	n° 19 = 4 kg/ha
Froment	3
Maïs	1
Riz	3
Digitaria	9
Poa	8
Calendula	6
Chrysanthemum	9
Brassica	9
Ipomœa	9
Stellaria	6
Amaranthus	9

Exemple 3

On a traité divers champs de blé d'hiver, semés en automne 1967 et qu'on a infesté d'Alopecurus et d'Apera et de nombreuses espèces à feuilles larges, entre le mois de Mars et Avril 1968 avec des concentrations différentes de la substance n° 17 et aussi de la substance ayant la formule



Les quantités efficaces de la substance n° 17 sont toujours inférieures à la quantité habituellement utilisée de la substance IV se trouvant dans le commerce. Les notations de l'efficacité et le nombre des plants de mauvaises herbes sont indiqués sur le tableau ci-après :

Essai n°	Composé n°	Substance active kg/ha	Apera	Apera (épis)	Matricaria	Stellaria	Alopecurus	Alopecurus (épis)	Etat de la culture
1	17	2	2	0	1	1			1
	3		2	0	1	1			1
	IV 4		4	12	2	1			1
	K		9	140					
2	17	1					1	0	1
	3						1	0	1
	IV 4						2	4	1
	K						9	84	
3	17	15			1		2	4	1
	3,0				1		1	0	1
	IV 4,0				3		6	44	1
	K				9		9	92	
4	17	0,5	3						1
	1,0		2						1
	IV 3,0		3						1

Légende :

1 = Culture : tolérance parfaite
mauvaise herbe : action de 100 %

9 = Culture : destruction totale
mauvaise herbe : aucun effet

K = témoin.

On constate que la substance n° 17 conforme à l'invention, peut être utilisée avec des quantités bien moindres tout en donnant de meilleurs résultats, surtout dans la destruction d'Apera et d'Alopecurus, comparativement à la substance témoin IV.

5 La plante cultivée, c'est-à-dire le blé, ne subit pas d'influence négative par ce traitement printanier.

Pour le succès du traitement, il est essentiel de choisir la quantité réellement appropriée, qui est essentiellement inférieure à celle de la substance témoin. Dans un essai spécial contre l'A-
10 pera, on a trouvé que des quantités encore plus faibles suffisent à obtenir un résultat.

Exemple 4

a) On sème du seigle sur un champ infesté naturellement par de l'Alopecurus, Stellaria, Sinapis, Myosotis et Papaver. La substance
15 n° 17 est pulvérisée sur le champ aussitôt après les semailles du seigle à raison de 1,0, 2,0 et 3,0 kg/ha.

Le résultat obtenu après 6 semaines est indiqué sur le tableau ci-après :

Mauvaise herbe	Substance active kg/ha			
	n° 17 1,0	2,0	3,0	(IV) 3,0
Alopecurus	3	2	1	7
Stellaria	2	1	1	4
25 Sinapis	2	2	1	6
Myosotis	3	3	2	7
Papaver	2	1	1	6
seigle	1	1	1	1

30 1 = action de 100% contre les mauvaises herbes; parfaite tolérance par la culture,

2 = action de 98% contre les mauvaises herbes ; très léger éclaircissement au début de la culture,

3 = action de 95% contre les mauvaises herbes, léger éclaircissement,
35

9 = aucune action ou alors destruction totale de la culture.

b) on sème de l'orge sur un champ infesté naturellement par de l'Alopecurus et diverses mauvaises herbes à feuilles larges, puis

on traite le champ aussitôt par la substance n° 17 à raison de 1,0, 2,0 et 3,0 kg de substance/ha. Sept semaines après le traitement, on obtient les résultats ci-après :

5

Mauvaise herbe	substance active kg/ha			
	n° 17 ;1,0	2,0	3,0	(IV) 3,0
Alopecurus	2	1	1	8
Stellaria	3	4	2	3
Sinapis	3	2	2	1
Myosotis	3	3	2	2
Orge	1	1	2	1

10

1 = action de 100% contre les mauvaises herbes ; tolérance parfaite de la culture,

2 = action de 98% contre les mauvaises herbes ; léger éclaircissement au début,

3 = action de 95% contre les mauvaises herbes ; léger éclaircissement,

9 = aucune action ou respectivement destruction totale de la culture.

c) On sème du blé sur un champ infesté naturellement par l'Alopecurus puis on le traite aussitôt avec 1,0, 2,0, 3,0 kg de substance active/ha.

25

Quatre semaines plus tard, on obtient les résultats ci-après:

30

Mauvaise herbe	substance active kg/ha			
	n° 17 1,0	2,0	3,0	(IV) 3,0
Alopecurus	2	2	2	9
Stellaria	3	2	2	6
Sinapis	2	2	1	5
Froment	1	1	2	1

35

1 = action de 100% contre les mauvaises herbes, parfaite tolérance de la culture,

2 = 98% contre les mauvaises herbes, très léger éclaircissement au début,

3 = action de 95% contre les mauvaises herbes, léger éclaircissement,

69 03235

12

2001791

9 = aucune action ou destruction totale de la culture.

Exemple 5

La substance n° 24 montre autant dans le traitement de pré-
 émergence que de post-émergence une bonne efficacité contre diver-
 5 ses mauvaises herbes, le blé et l'orge étant très largement épar-
 gnés.

Le traitement se fait d'une part, directement après les se-
 mailles et, d'autre part, 12 jours après les semailles au stade
 de deux feuilles, avec, chaque fois, 1 et 2 kg de substance/ha.

10 On obtient les résultats suivants :

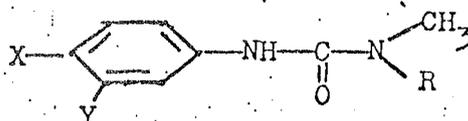
Plante	Pré-		Post-	
	2 kg/ha	1 kg/ha	2 kg/ha	1 kg/ha
Triticum	3	1	2,5	1,5
15 Hordeum	4,5	1,5	4	2
Avena. sat.	8,5	7	7,5	5,5
Alopecurus	9	6	9	5,5
Poa	9	6,5	9	5
Galium	4	1	7	4,5
20 Stellaria	9	9	9	9
Calendula	8	1,5	9	4
Avena fat.	8,5	7,5	8	8

Légende : 1 = aucun effet,

9 = destruction totale.

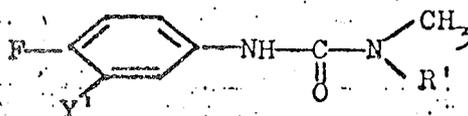
REVENDEICATIONS

1) Procédé d'utilisation comme herbicides sélectifs et pour la destruction de mauvaises herbes dans les cultures de blé, de maïs, de riz, de plantes légumineuses et/ou de canne à sucre, de composés chimiques ayant la formule



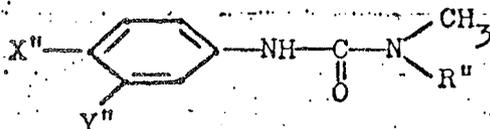
dans laquelle X est un atome de fluor, chlore, brome ou iode, un groupe alkyle, alcoxy, alkylthio, alkylsulfinyle, alkylsulfonyle (inférieurs), nitro ou un groupe halogéno-alkyle inférieur et R indique un atome d'hydrogène, un groupe alkyle portant éventuellement comme substituants un ou deux groupes alkyles inférieurs, ou un groupe alcoxy inférieur ou un groupe allyle ou butényle.

2) L'emploi selon la revendication 1 de composés ayant la formule



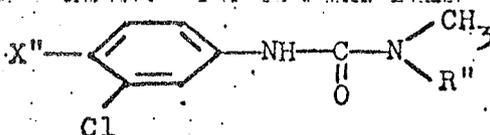
dans laquelle Y' est un atome d'hydrogène, de fluor, de brome ou d'iode et surtout de chlore ou un reste alkyle inférieur, surtout un reste méthyle et R' un atome d'hydrogène ou un reste alkyle ou alcoxy inférieur.

3) L'emploi selon la revendication 1 de composés ayant la formule



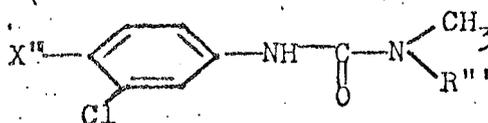
dans laquelle X'' est un reste alkyle inférieur, Y'' un atome d'hydrogène, de fluor, de chlore, de brome ou d'iode, un groupe alcoxy inférieur ou un groupe nitro et R'' est un atome d'hydrogène, un groupe alkyle ou alcoxy inférieur ou un reste allyle.

4) L'emploi selon la revendication 3 de composés ayant la formule



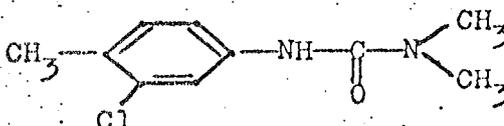
dans laquelle X'' et R'' ont la signification mentionnée.

5) L'emploi selon la revendication 4 de composés ayant la formule

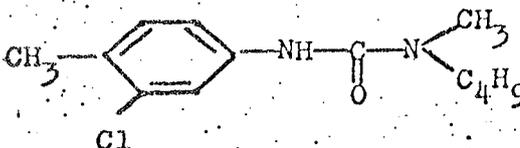


dans laquelle X'' est un reste méthyle ou éthyle et R''' un reste méthyle, éthyle ou méthoxy.

6) L'emploi selon la revendication 5 du composé ayant la formule



7) L'emploi selon la revendication 4 du composé ayant la formule



- 9 - 3-(3,5-dichloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 10 - 3-(3-chloro-4-tert. butylphenyl) - 1,1 - dimethylurea ✓
- 11 - 3-(3-chloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓ 5
- 12 - 3-(p-fluorophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 13 - 3-(p-bromophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 14 - 3-(p-bromophenyl)-1-methyl-1-ethylurea ✓
- 15 - 3-(m-fluorophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 16 - 3-(m-chlorophenyl)-1-methyl-1-ethylurea ✓ 10
- 17 - 3-(m-bromophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 18 - 3-(3,4-dichlorophenyl)-1-methyl-1-ethylurea ✓
- 19 - 3-(3-bromo-4-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 20 - 3-(3-fluoro-4-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 21 - 3-(3,5-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea ✓ 15
- 22 - 3-(3-bromo-p-tolyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 23 - 3-(3-chloro-p-tolyl)-1-methyl-1-ethylurea ✓
- 24 - 3-(3-chloro-4-ethylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 25 - 3-(3-chloro-4-isopropylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 26 - 3-(3-bromo-4-ethylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓ 20
- 27 - 3-(3-chloro-4-sec. butylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 170 28 - 3-(3-chloro-4-ethoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 29 - 3-(3-chloro-4-sec. butoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 30 - 3-(3-chloro-4-ethylphenyl) - 1 - methyl-1-ethylurea ✓ 25
- 31 - 3-(3,5-dibromo-p-tolyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 32 - 3-(3,5-dichloro-p-tolyl)-1-methyl-1-ethylurea ✓
- 33 - 3-(3,5-dibromo-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 34 - 3-(3,5-dichloro-4-isopropoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 35 - 3-(3,5-dichloro-4-ethylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓
- 36 - 3-(3,5-dichloro-4-sec. butylphenyl)-1,1-dimethylurea ✓ 30

pounds of the invention dispersed in water or other non-solvent carrier. To secure such homogeneous dispersions, a surface-active agent is used. In fact, the preferred herbicidal compositions of this invention whether in liquid or in solid form contain the herbicidally active compound homogeneously admixed with a surface-active agent sometimes referred to in the art as wetting, dispersing or penetrating agents. These agents, which will be referred to hereinafter more simply as surface-active dispersing agents, cause the compositions to be easily dispersed in water to give aqueous sprays which, for the most part, constitute a desirable method of application.

The surface-active dispersing agents employed can be of the anionic, cationic or nonionic type and include, for example, sodium and potassium oleates, the amine salts of oleic acid such as morpholine and dimethylamine oleates, the sulfonated animal and vegetable oils such as sulfonated fish and castor oils, sulfonated petroleum oils, sulfonated acyclic hydrocarbons, sodium salt of lignin sulfonic acid (goulac), alkyl-naphthalene sodium sulfonate, sodium salts of sulfonated condensation products of naphthalene and formaldehyde, sodium lauryl sulfate, disodium monolauryl phosphate, sorbitol laurate, pentaerythritol monostearate, glycerol mono-stearate, diglycol oleate, polyethylene oxides, ethylene oxide condensation products with stearyl alcohol and octylphenol, polyvinyl alcohols, salts, such as the acetate of polyamines from reductive amination of ethylene/carbon monoxide polymers, laurylamine hydrochloride, laurylpyridinium bromide, stearyltrimethylammonium bromide, cetyltrimethylbenzyl ammonium chloride, lauryldimethylamine oxide, and the like. Generally, the surface-active agent will not comprise more than about 5 to 15% by weight of the composition, and in certain compositions the percentage will be 1% or less. Usually the minimum lower concentration will be 0.1%.

The herbicidal compositions of the invention can also have incorporated therein oils, fats or similar vehicles such as cottonseed oil, olive oil, lard, paraffin oil, hydrogenated vegetable oils, etc. Adhesives such as gelatin, blood albumin, resins, for example, rosin, alkyd resins and the like, can also be used in certain compositions to increase retention or tenacity of deposits following application.

Water-dispersible liquid compositions can be prepared by incorporating with the ureas and surface-active dispersing agents various organic liquids such as furfural, methanol, isopropanol, isobutanol, xylol, cresol, cyclohexanone, acetone, methyl ethyl ketone, kerosene, trichloroethylene, dimethylformamide, dimethylacetamide, alkylated naphthalenes, and the like. Such compositions are readily dispersible in water and provide excellent aqueous herbicidal sprays for field application. The proportion of surface-active dispersing agent to urea can be 0.1 to 100% by weight in these water-dispersible herbicidal compositions.

The herbicidal compositions are applied either as a spray or a dust to the locus or area to be protected from undesirable plant growth, commonly called weeds, i. e., plants growing where they are not wanted. Such application can be made directly upon the locus or area and the weeds thereon during the period of weed infestation in order to destroy the weeds, or alterna-

For application of the herbicidally active compounds of the invention, the compounds are preferably admixed with a carrier material or conditioning agent of the kind used and referred to in the art as a pest control adjuvant or modifier in order to provide formulations adopted for ready and efficient application to soil, weeds, or unwanted plants using conventional applicator equipment.

Thus, one or more of the herbicidally active compounds of the invention are admixed with carrier or adjuvant materials to provide formulations in liquid or solid form. For example, solutions of the compounds of the invention in organic solvents, such as cyclohexanol, furfural, acetone, isobutanol, ethanol, isopropylacetate, and the like can be applied directly as herbicides. More economical and practical formulations are prepared by admixing or dispersing the herbicidally active compounds with a non-solvent carrier which may be either solid or liquid.

Thus, herbicidal dust compositions are compounded to give homogeneous free-flowing dust by admixing the active compounds with finely divided solids, preferably, talcs, natural clays, pyrophyllite, diatomaceous earth, and flours such as walnut shell, wheat, redwood, soya bean, and cottonseed flours. Other inert solid carriers which can be used to prepare the herbicidal formulations include magnesium and calcium carbonates, calcium phosphate, sulfur, lime, etc, either in powder or granular form. The percentage by weight of the essential active ingredients will vary according to the manner in which the composition is to be applied but, in general, will be 0.5 to 95% by weight of the herbicidal composition.

Liquid herbicidal compositions can contain, for example, one of the active herbicidal com-

5

tively, the application can be made in advance of an anticipated weed infestation to prevent such infestation. Thus, the compositions can be applied as aqueous foliar sprays but can also be applied as sprays directly to the surface of the soil. Alternatively, the dry powdered compositions can be dusted directly on the plants or on the soil. For some purposes, as in the treatment of ponds and lake bottoms, it will be convenient to use a pellet form of the composition.

The active ingredients are, of course, applied in amount sufficient to exert the desired herbicidal action. The amount of herbicidally active compounds present in the compositions as actually applied for destroying or preventing weeds will vary with the herbicidal activity of the active ingredients, the purpose for which the application is being made (i. e., whether for short term or long term control), the manner of application, the particular weeds for which control is sought, and like variables. Certain of the specific examples to follow will illustrate various kinds and amounts of application and the results obtained thereby. In general, the herbicidal compositions as applied in the form of a spray or a dust will contain from about 0.02% to 55% by weight of herbicidally active ingredient.

The class of herbicidally active compounds of this invention has characteristics which make the compounds especially valuable for certain herbicidal uses. They are extremely potent herbicidal agents and show a persistence in the soil which makes them well suited for application to railroad right-of-ways, drainage ditches, power transmission line right-of-ways, and the like where complete kill of plant growth for extended periods of time is desirable.

The solid and liquid compositions described and employed herein for application of the essential active herbicidal ingredient all have the common property of permitting application of the herbicidal compositions through suitable jets, nozzles, or spreaders adapted to the handling of granular materials onto the plants being treated and will, for convenience, be designated as "fluent carriers." The fluent carriers with which this invention is primarily concerned are non-solvent fluent carriers.

In another method of application for weed control, the ureas are incorporated with fertilizers to form either powdery or granular herbicidal compositions that can be used in the cultivation of agricultural crops.

In order that the invention may be better understood, the following examples are given in addition to the examples already given above. The examples illustrate typical compounds of the invention, methods for their preparation, herbicidal formulations employing such compounds, herbicidal applications, and the results obtained.

EXAMPLE 1

3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea

Anhydrous hydrogen chloride was passed into a solution of 191.2 parts by weight of p-chloroaniline in 1550 parts by weight of dioxane until in excess. The reaction temperature was permitted to rise to 70-75° C. during the addition, and after the solution was saturated, phosgene was passed into the slurry at the same temperature until a clear solution of p-chlorophenyl isocyanate was obtained (about 4 hours). The excess phosgene and hydrogen chloride were

6

removed by distillation of approximately 300 parts by weight of the dioxane. After cooling to 25° C., dimethylamine was passed into the reaction mixture at 25-40° until present in excess. The slurry was cooled to 10° and 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea (261.5 parts by weight; 88% yield) removed by filtration.

Dilution of the filtrate with water gave an additional 19.1 parts by weight of 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea, increasing the total yield of crude product (M. P. 164.5-168°) to 280.6 parts by weight or 94.5% of theory. Recrystallization of a portion of the crude product from 95% aqueous methanol resulted in 75% recovery of shiny white scales which melted at 170.5-171.2°.

Analysis.—Calc. for $C_8H_{10}ClN_2O$: C, 54.45; H, 5.55; N, 14.10. Found: C, 54.47; H, 5.72; N, 14.10.

EXAMPLE 2

3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea

3,4-dichlorophenyl isocyanate was prepared by passing phosgene into a slurry of 40.8 parts by weight of 3,4-dichloroaniline hydrochloride in about 200 parts by weight of dioxane at 75-85° C. until a clear solution of the isocyanate was obtained (about 1.3 hours). The excess phosgene and hydrogen chloride were removed from the reaction mass by distillation of approximately 100 parts by weight of the dioxane.

The resulting undistilled mixture was then cooled to 18° C. and dimethylamine was passed into it rapidly at 18-34° C. until present in excess. The mixture was poured into 500 parts by weight of water and the excess amine neutralized by the addition of dilute hydrochloric acid.

After cooling, the crystalline 3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea which precipitated was removed by filtration, washed with water and cold ethyl alcohol, then recrystallized from 235 parts by weight of ethyl alcohol. 27.1 parts by weight of recrystallized product was obtained having a melting point of 153-4° C. Additional 3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea having the same melting point was obtained by recrystallization of additional crude product recovered by concentration of the mother liquor. The combined yield amounted to 61% of the theoretical yield.

Analysis.—Calc. for $C_{10}H_{10}Cl_2N_2O$: N, 12.02; Cl, 30.45. Found: N, 12.02; Cl, 29.79.

EXAMPLE 3

3-(m-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea

Dimethylamine was passed into a solution of 46.1 parts by weight of m-chlorophenyl isocyanate in 110 parts by weight of absolute ether until present in excess. The reaction mixture was heated to reflux for three minutes, cooled, and white crystalline 3-(m-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea precipitated and was separated and dried in a vacuum oven at 50° over phosphoric anhydride. The yield was 57.5 parts by weight (98.5%); M. P. 144.3-144.8° C.

Analysis.—Calc. for $C_8H_{10}ClN_2O$: Cl, 17.37. Found: Cl, 17.00; 17.97.

EXAMPLE 4

3-(p-chlorophenyl)-1-ethyl-1-methylurea

A solution of 69 parts by weight of p-chlorophenyl isocyanate in 50 parts by weight of dry dioxane was added dropwise with stirring to a suspension of 50 parts by weight of methylethylamine hydrochloride and 21.5 parts by weight

of sodium hydroxide in 200 parts by weight dry dioxane. Heat was liberated during this addition.

The reaction mixture was poured into 1000 parts by weight of water and the precipitated 3-(p-chlorophenyl)-1-ethyl-1-methylurea was removed by filtration and dried in a vacuum oven at 50° C.

The product after drying weighed 83 parts by weight (67% yield) and melted at 143.5 to 147° C. This material was recrystallized from 1200 parts by weight of benzene to yield 49 parts by weight (58% recovery) of pure 3-(p-chlorophenyl)-1-ethyl-1-methylurea melting at 149.0 to 149.5° C.

Analysis.—Calc. for C₁₁H₁₃ClN₂O: C, 56.60; H, 6.16. Found: C, 56.67; H, 6.03.

EXAMPLE 5

3-(3-chloro-p-tolyl)-1,1-dimethylurea

A solution of 55.4 parts by weight of 3-chloro-p-toluidine dissolved in about 100 parts by weight of anisole was added dropwise with stirring to a solution of 27.0 parts by weight of phosgene dissolved in 100 parts by weight of anisole. This addition was made at room temperature under anhydrous conditions. A clear solution of 3-chloro-p-tolyl isocyanate was obtained by heating the above mixture at reflux temperature until hydrochloric acid no longer evolved from the reaction (about 1.5 hours).

The resulting solution was cooled to 20° C. and 13.0 parts by weight of dimethylamine was passed into it at 20°-30°. This mixture was heated until all the material was in solution. After cooling, the crystalline 3-(3-chloro-p-tolyl)-1,1-dimethylurea which precipitated was collected by filtration and recrystallized from 100 parts by weight of toluene. A total of 37.8 parts by weight of recrystallized product (representing 71% of the theoretical yield) was obtained having a melting point of 143°-145° C.

Analysis.—Calc. for C₁₁H₁₃ClN₂O: Cl, 16.71. Found: Cl, 16.44.

EXAMPLE 8

3-(3,5-dichloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea

A solution of 12.0 parts by weight of 3,5-dichloro-4-methoxyaniline in about 100 parts by weight of anisole was added dropwise with stirring to a solution containing 7.0 parts by weight of phosgene in 50 parts by weight of anisole. This addition was made at room temperature under anhydrous conditions. The mixture was heated and maintained at reflux temperature until hydrochloric acid ceased to evolve from the reaction and a clear solution of the isocyanate was obtained (about 1.5 hours).

The resulting solution was then cooled to 20° C. and dimethylamine was passed into it at 20°-30° C. until present in excess. The reaction was heated at reflux temperature for a period of about one-half hour. After cooling, the crystalline 3-(3,5-dichloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea which precipitated was separated by filtration, and recrystallized from 150 parts by weight of heptane. A total of 13.0 parts by weight of recrystallized product was obtained having a melting point of 102° C. This material represented 79% of the theoretical yield.

Analysis.—Calc. for C₁₂H₁₁Cl₂N₂O₂: N, 10.64; Cl, 27.00. Found: N, 10.64; Cl, 27.23.

Additional examples of the herbicidally active

compounds of this invention prepared according to the foregoing methods are given in the following table:

TABLE

Name of Compound	Reactants	
	Isocyanate	Amino
Example 7: 3-(3-chloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea M. P. 127-5° C., yield 71%. Calc'd. for C ₁₁ H ₁₃ ClN ₂ O: Cl, 15.67. Found: Cl, 15.73.	3-chloro-4-methoxyphenyl	Dimethyl
Example 8: 3-(p-fluorophenyl)-1,1-dimethylurea M. P. 122-8° C., yield 64%. Calc'd. for C ₁₁ H ₁₁ FN ₂ O: N, 15.27; F, 10.42. Found: N, 14.60; F, 10.0.	p-fluorophenyl....	Do.
Example 9: 3-(p-bromophenyl)-1,1-dimethylurea M. P. 170-170.6° C., yield theoretical. Calc'd. for C ₁₁ H ₁₁ BrN ₂ O: N, 11.82; Br, 32.83. Found: N, 11.60; Br, 32.78.	p-bromophenyl...	Do.
Example 10: 3-(m-fluorophenyl)-1,1-dimethylurea M. P. 127.5-8.0° C., yield 67%. Calc'd. for C ₁₁ H ₁₁ ClN ₂ O: N, 15.37; F, 10.42. Found: N, 15.22; F, 10.7.	m-fluorophenyl....	Do.
Example 11: 3-(m-bromophenyl)-1,1-dimethylurea M. P. 160.5-1.8, yield 82%. Calc'd. for C ₁₁ H ₁₁ BrN ₂ O: N, 11.52; Br, 32.83. Found: N, 11.58; Br, 33.61.	m-bromophenyl...	Do.

EXAMPLE 12

Dust formulations

The following compositions are adapted for direct application as dusts for the destruction or prevention of weeds using conventional dusting equipment. The dusts are made by blending or mixing the ingredients and grinding the mix to give compositions having an average particle size less than about 50 microns.

A

3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea	20
Talc	80
	100

B

3-(3-chloro-p-tolyl)-1-ethyl-1-methylurea	5
Cottonseed oil	4
Walnut shell flour	91
	100

EXAMPLE 13

Water-dispersible powders

The following powdered compositions are adapted for dispersing in water for application as a spray for the destruction and prevention of weeds. The powdered compositions are made by intimately mixing the listed ingredients using conventional mixing or blending equipment and then grinding the mixture to give a powder having an average particle size less than about 50 microns.

9
A DIURON

3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea ..	75
Fuller's earth	23.75
Sodium lauryl sulfate, 50% (wetting agent)	1
Methyl cellulose, 15 cps. (dispersing agent)25
	<hr/>
	100

B MONUREN

3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea, tech.	68
Fuller's earth	12
Isopropyl naphthalene sulfonate, sodium salt (wetting agent)	1.75
Methyl cellulose, 15 cps. (dispersing agent)25
	<hr/>
	100

X EXAMPLE 14

Oil-water dispersible powders

The following powdered compositions are adapted for use in the preparation of spray compositions using either an oil, water, or a combination of oil and water as the liquid diluent. The powders are made by mixing and grinding as in the case of the powders of Example 12.

A

3-(3,5-dichloro-p-tolyl)-1,1-dimethylurea ..	70	30
Alkylated aryl polyether alcohol (wetting and dispersing agent)	4	
Fuller's earth	20	
	<hr/>	
	100	35

DCSANEVEX

B

3-(3-chloro-4-methoxyphenyl)-1,1-dimethylurea ..	80
Ethylene oxide stearate-laurate (emulsifying agent)	4
Pyrophyllite	10
	<hr/>
	100

EXAMPLE 15

Water-dispersible liquid compositions

The following compositions are in a liquid form and are adapted for addition to water to give aqueous dispersions for application as sprays. The urea herbicides are generally quite insoluble in most oils. Therefore, the liquid compositions ordinarily are not complete solutions but rather are dispersions of solid in an oil. The liquid or fluid compositions shown are prepared by thoroughly mixing and dispersing active compounds and conditioning agent or agents in an organic liquid diluent.

A

* * 3-(m-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea	28
Long chain fatty alcohol sulfate (emulsifying agent)	2
Goulac (dispersing agent)	3
Kerosene	70
	<hr/>
	100

B

* 3(p-bromophenyl)-1,1-dimethylurea	30
Alkylated aryl polyether alcohol (wetting and emulsifying agent)	3
Methyl cellulose (dispersing agent)	1
Kerosene	60
	<hr/>
	100

* yf. Ex 9.

** vlp Ex 3

10
EXAMPLE 16

Granular compositions

The following compositions are adapted for application by a means of a fertilizer spreader apparatus or similar equipment. The compositions are readily prepared by mixing the ingredients with water to form a paste. The paste is then extruded, dried, and ground to give the desired granular size. Preferably, the granules will be in the order of one-thirty second to one-quarter inch diameter.

A

15 3-(p-chlorophenyl)-1-ethyl-1-methylurea ..	10
Goulac (dispersing agent)	3
Hydrocarbon oil	1
Dextrin (binding agent)	20
Fuller's earth	68
	<hr/>
	100

B

25 3-(3-chloro-4-sec. butylphenyl)-1,1-dimethylurea	7
Goulac	3
Refined kerosene	1
Gelatin	25
Talc	64
	<hr/>
	100

The following examples illustrate herbicidal applications and results obtained.

X EXAMPLE 17

A water dispersible powder was prepared by thoroughly mixing 75 parts of 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea, 1 part of sodium lauryl sulfate, 3 parts of sodium salt of lignin sulfonic acid (goulac) and 21 parts of clay (Attacley). Aqueous dispersions of this powder were sprayed on established stands of quack grass, nut grass, Bermuda grass and Johnson grass to run off point, and minimum concentration required to effect complete kill of both the aerial parts and the entire root system of these plants, including the "nutlets" of the nut grass and the rhizomes of the Johnson grass, was determined at the end of eleven weeks to be as follows:

	Percent
Quack grass	0.5
Nut grass	8
Bermuda grass	1
Johnson grass	1

A 10% aqueous solution of sodium trichloroacetate, a compound currently marketed as a herbicidal agent, sprayed on the foregoing plants failed to kill any of them.

X EXAMPLE 18

For pre-emergence weed control a plot seeded with cotton and naturally infested with weed seeds was treated with an aqueous spray of the water dispersible powder described in Example 17 at the rate of one pound of the urea per acre. Approximately 4 weeks from the time of application, it was observed that essentially 100% control of weeds had been achieved. The cotton suffered slight but only temporary injury. A similar treatment with sodium trichloroacetate at five pound per acre was not as effective.

Following is a tabulation of results obtained with formulations of various herbicidally active

SELECTIV

TOTAL

Ex 19

compounds of the invention. In each case, the formulation employed contained 80% by weight of the herbicidally active compound, 18% by weight of powdered solid diluent, and 2% by weight of wetting and dispersing agents.

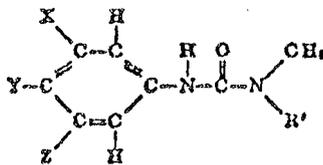
Formulations of each of the compounds were dispersed in water to give aqueous spray compositions containing various concentrations of each of the active ingredients. Each aqueous dispersion was sprayed on three-month old quack grass plants from root cuttings and on six-week old Johnson grass seedlings to the run-off point. The per cent concentration shown below for each plant species was the concentration of the herbicidally active compound in the aqueous dispersion sprayed on the plants which was sufficient to effect kill of the Johnson grass seedlings in five weeks and the kill of the quack grass in three months.

Example	Compound	Johnson grass seedlings	Quack grass
		Percent	Percent
19.....	3-(p-chlorophenyl)-1-methyl-1-ethyl-urea	1	1
20.....	3-(p-bromophenyl)-1,1-dimethylurea	1	0.5
21.....	3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethyl-urea	1	1
22.....	3-(3-chloro-p-tolyl)-1,1-dimethylurea	1	0.5

Those skilled in the art will appreciate that other herbicidally active compounds of the class defined herein can be prepared, formulated, and applied in accordance with the foregoing specific examples. Thus, the foregoing detailed description has been given for clearness of understanding only and no unnecessary limitations are to be understood therefrom.

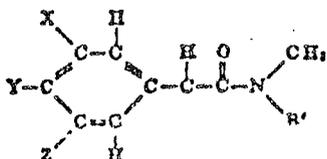
I claim:

1. A method for the destruction and prevention of weeds which comprises applying to a locus to be protected, in amount sufficient to exert a herbicidal action, a trisubstituted urea represented by the formula



where R' is an alkyl radical up to two carbon atoms, X and Z are selected from the group consisting of hydrogen and halogen, and Y is selected from the group consisting of hydrogen, halogen, alkyl and alkoxy, the alkyl radical in said alkyl and alkoxy substituents containing up to four carbon atoms, at least one and at most two of X, Y, and Z being halogen.

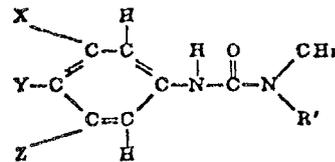
2. A composition suitable for destroying weeds comprising a carrier material and, in amount sufficient to exert a herbicidal action, a trisubstituted urea represented by the formula



where R' is an alkyl radical up to two carbon atoms, X and Z are selected from the group consisting of hydrogen and halogen, and Y is selected

from the group consisting of hydrogen, halogen, alkyl and alkoxy, the alkyl radical in said alkyl and alkoxy substituents containing up to four carbon atoms, at least one and at most two of X, Y, and Z being halogen.

- 3. A composition of claim 2 in which said carrier material is a finely divided inert solid.
- 4. A composition of claim 3 containing a surface active dispersing agent in amount sufficient to impart water dispersibility to the composition.
- 5. A composition of claim 2 in which said carrier material is a liquid.
- 6. A composition of claim 5 containing a surface active dispersing agent in amount sufficient to impart water dispersibility to the composition.
- 7. A composition of claim 2 containing a surface active dispersing agent in amount sufficient to impart water dispersibility to the composition.
- 8. A herbicidally active trisubstituted urea compound represented by the formula



where R' is an alkyl radical up to two carbon atoms, X and Z are selected from the group consisting of hydrogen and halogen, and Y is selected from the group consisting of hydrogen, halogen, alkyl and alkoxy, the alkyl radical in said alkyl and alkoxy substituents containing up to four carbon atoms, at least one and at most two of X, Y, and Z being halogen.

- 9. A 3-(chlorophenyl) - 1,1 - dimethylurea in which the ortho positions of the chlorophenyl radical are unsubstituted.
- 10. A 3-(chloro-p-tolyl) - 1,1 - dimethylurea in which the ortho positions of the chloro-p-tolyl radical are unsubstituted.
- 11. 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *MONURON*
- 12. 3-(m-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea.
- 13. 3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *DIURON*
- 14. A composition of claim 2 containing a surface-active dispersing agent in amount sufficient to impart water dispersibility to the composition and, as the trisubstituted urea, the compound 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *MONURON*
- 15. A composition of claim 2 containing a surface-active dispersing agent in amount sufficient to impart water dispersibility to the composition and, as the trisubstituted urea, the compound 3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *DIURON*
- 16. A method for the destruction and prevention of weeds which comprises applying to a locus to be protected, in amount sufficient to exert a herbicidal action, the compound 3-(p-chlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *MONURON*
- 17. A method for the destruction and prevention of weeds which comprises applying to a locus to be protected, in amount sufficient to exert a herbicidal action, the compound 3-(3,4-dichlorophenyl)-1,1-dimethylurea. *DIURON*

CHARLES W. TODD.

References Cited in the file of this patent.

Number	Name	Date
2,029,959	Urbain	Feb. 4, 1936
2,210,442	Balle	Aug. 6, 1940

(Other references on following page)

UNITED STATES PATENTS

Number	Name	Date
2,200,750	Sankaitis	Apr. 21, 1942
2,312,781	Lontz	June 20, 1943
2,341,069	Hitchcock et al.	Feb. 15, 1944
2,574,485	Haury	Apr. 24, 1945
2,412,510	Jones	Dec. 10, 1946
2,472,347	Sexton	June 7, 1949

FOREIGN PATENTS

Number	Country	Date
574,995	Great Britain	Jan. 30, 1946

OTHER REFERENCES

Thompson et al.: "Botanical Gazette," vol. 107 (1946), pp. 494 and 498.
 Hunter: "J. Chem. Soc." (London), 1927, pp. 1209 to 1213.

