

418051



PATENTE DE INVENCION

Case No. 24.708/I

=====

Int. Cl.: C07D
----------------

## Memoria Descriptiva

sobre:

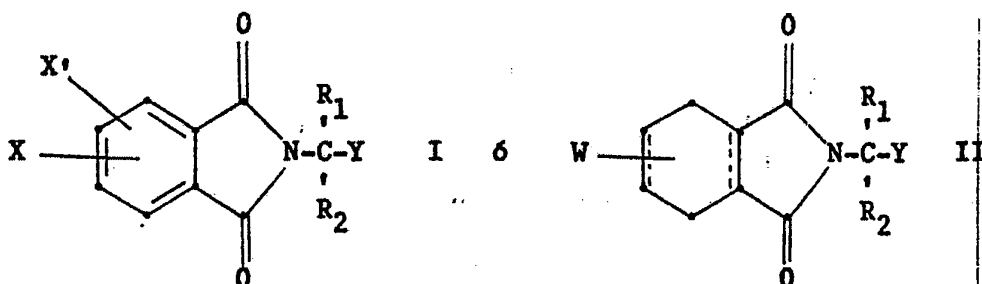
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DERIVADOS DE FTALIMIDA.

=====

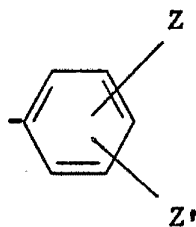
*Solicitante:* AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,  
residente en Berdan Avenue, Township of Wayne, Es-  
tada de New Jersey, EE.UU. de A.

=====

La presente invención se relaciona con un  
procedimiento para preparar nuevos compuestos represen-  
tados por la fórmula:



5. en donde W es hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; X y X' representan cada uno hidrógeno, halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; CF<sub>3</sub>, alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), benciloxi, di(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alquilamino, alquiltio de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, hidroxilo, alquilsulfonilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alca noilamino de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> ó nitro; Y es -COOR<sub>3</sub>, -CONHR<sub>8</sub>, -CONR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>, -CONHN(R<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>, haluro, -CN ó -COR<sub>7</sub> con la condición de que por lo menos uno de X y X' es un susti- tuyente diferente a hidrógeno; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> ó tomados juntamente con el átomo de carbono al cual están fijados forman cicloalquilo de C<sub>4</sub>-C<sub>11</sub> opcionalmente sustituidos con metilo; R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> represen- tan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>; R<sub>7</sub> es halógeno y R<sub>8</sub> es -CH<sub>3</sub>
10. 6
15. 6

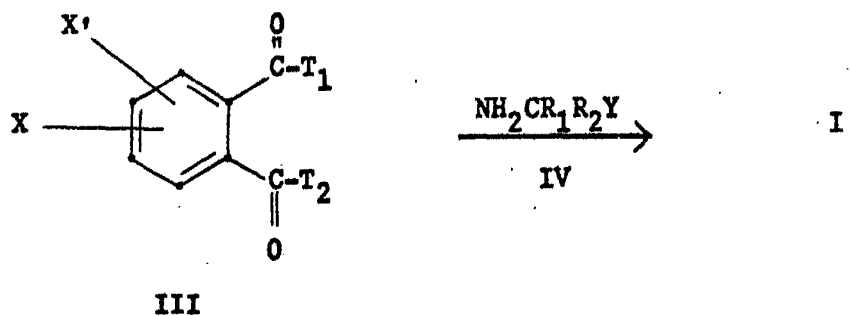


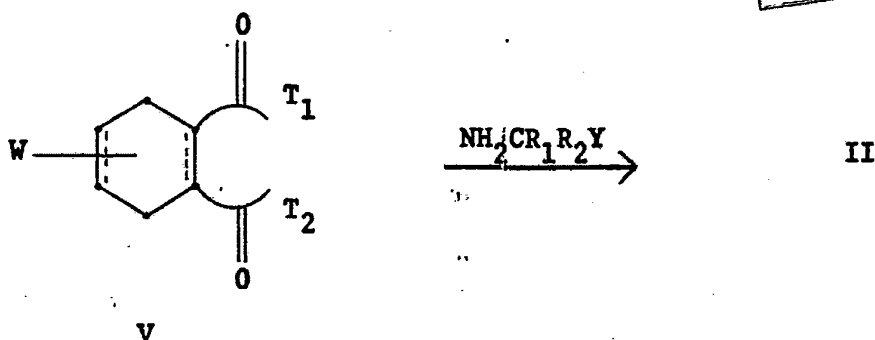
20. donde Z y Z' son hidrógeno, halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>, -CF<sub>3</sub> ó -OCH<sub>3</sub>,        es un enlace simple o doble con la condición de que solamente exista uno o ningún doble enlace en el anillo; las mezclas de dichos compuestos tam- bién están dentro del alcance de la presente invención.



- Las mezclas isómeras de los compuestos precedentemente identificados también están contemplados y son de particular interés en esta invención. Estos compuestos, como así también los compuestos de la estructura precedente donde X y X' son ambos hidrógeno, son útiles como agentes reguladores del crecimiento de plantas, como intermediarios para la preparación de agentes reguladores del crecimiento de plantas, o como reguladores del crecimiento de plantas e intermediarios para los mismos. Los compuestos de la estructura precedente donde Y es -COR<sub>7</sub> y X, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>7</sub> son, como se han descrito, primordialmente útiles como intermediarios para la preparación de los agentes reguladores del crecimiento de plantas. Similarmente, los compuestos que tienen la fórmula precedente donde Y es -COOR<sub>3</sub> y R<sub>3</sub> es hidrógeno, son también útiles como intermediarios; sin embargo, muchos de estos compuestos son también reguladores del crecimiento de plantas elevadamente eficaces.

Los nuevos compuestos de las fórmulas I y II pueden prepararse mediante reacciones de sustitución nucleófila entre el compuesto amino apropiado, fórmula IV y el apropiado derivado de ácido o-ftálico de fórmula III y V. Generalmente se representan como sigue:



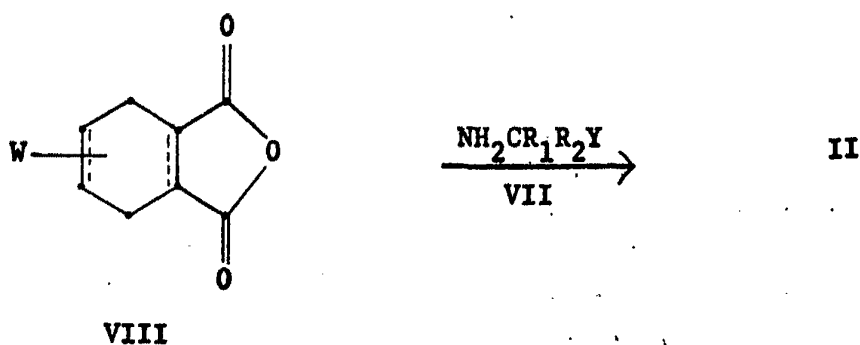
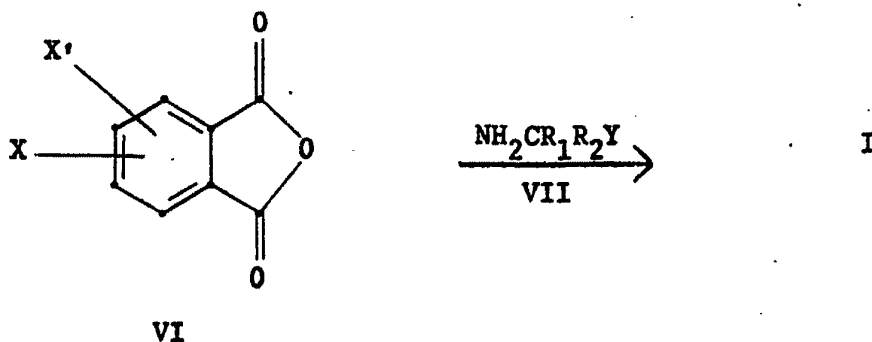


5. en donde X, X', W, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son como se han definido para I y II anteriormente. T<sub>1</sub> y T<sub>2</sub> son los grupos nucleófilos que se desplazan, que pueden tomarse juntamente para formar un anillo como en el caso de los anhídridos de ácido, Y es como se ha definido anteriormente excepto en el caso de los grupos -COR<sub>7</sub> en donde el haluro de ácido deseado es producido a través de la etapa adicional de halogenar el ácido carboxílico apropiado (Y siendo COOH) con un agente halogenante convencional.
- 10.

15. Una ruta preferida involucra el uso de los apropiados anhídridos de ácido. En este caso los derivados de ftalimido I y II se preparan haciendo reaccionar el apropiado compuesto α-amino IV con el apropiado anhídrido ftálico VI y VII. La reacción es inducida por calentamiento. Se prefieren temperaturas entre aproximadamente 100° C y 175° C, las más preferidas entre 100° C y 150° C. Preferiblemente se lleva a cabo en un disolvente, tal como un disolvente aprótico y con una base tal como una amina terciaria, por ejemplo trietilamina. Dentro de los disolventes que son útiles están: tolueno, xileno, dimetilformamida y ácido acético. Alternativamente puede llevarse a cabo fusionando el compuesto α-amino y anhídrido ftálico preferiblemente entre 150° C y 250° C, y mas preferi-
- 20.



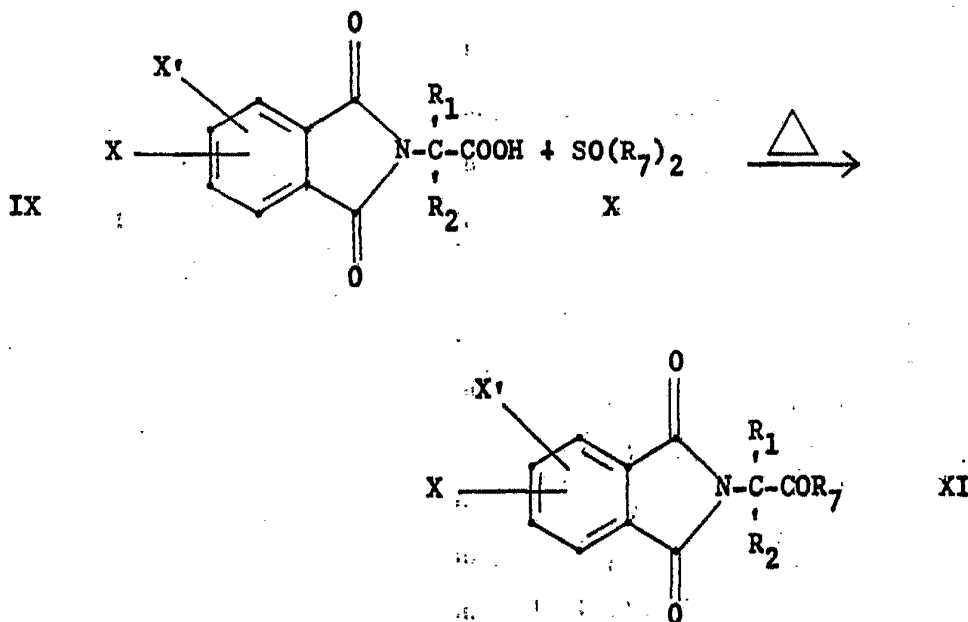
blemente entre 180° C y 210° C. La reacción se representa gráficamente a continuación.



5. en donde X, X', Y, W, y R<sub>2</sub> son como se ha definido para I y II anteriormente, excepto que donde Y es -COR<sub>7</sub> los compuestos nuevamente se forman a partir de los análogos de ácido carboxílico a través de la etapa halogenante adicional. Se emplea un reactivo de halogenación convencional, tal como cloruro de tionilo, bromuro de tionilo, pentacloruro de fósforo, o similares, preferiblemente en presencia de un disolvente, por ejemplo, un disolvente aprótico, un disolvente aromático o un hidrocarburo clorado.
10. Disolventes apropiados incluyen benceno, xileno, tolueno, cloruro de metileno, cloroformo y dicloroetano. Esta reacción se ilustra gráficamente mas abajo, en donde haluro de tionilo, es decir cloruro o bromuro, es representativo
- 15.



del agente halogenante empleado.



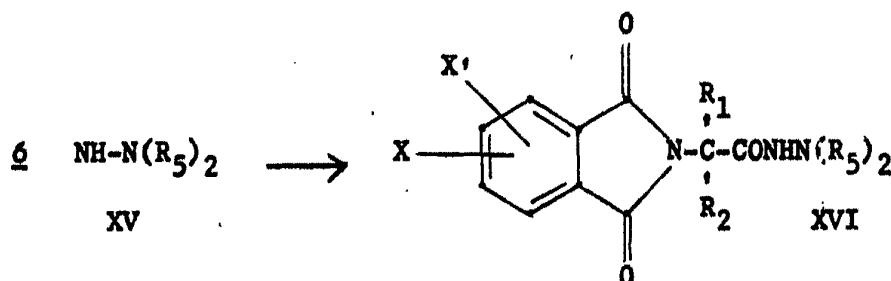
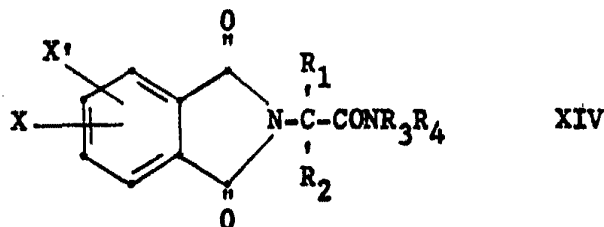
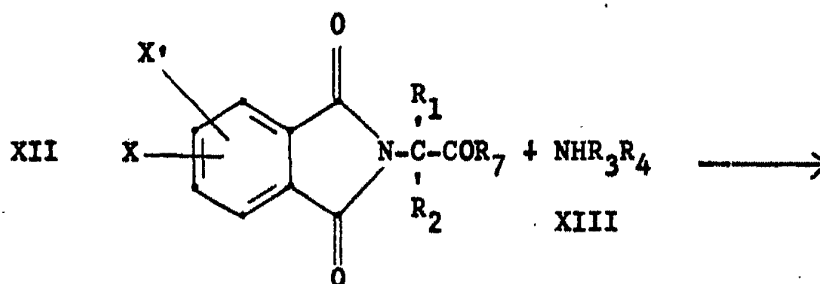
en donde X, X', R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>7</sub> son como se ha descrito anteriormente.

5. La conversión de los ácidos (tetrahydroftalimido)-acéticos y los ácidos (hexahydroftalimido)-acéticos a sus correspondientes haluros de ácido también se puede obtener por la reacción precedente utilizando el ácido apropiado como material de partida.
10. El así formado cloruro de ácido o bromuro de ácido puede convertirse luego a la correspondiente amida mediante reacción de la misma con amoníaco, dialquilamina o dialquilhidracina, a una temperatura entre aproximadamente -20° C y +25° C, y preferiblemente -10° C a +15° C.
15. Esta reacción se lleva a cabo preferiblemente disolviendo el haluro de ácido en un disolvente, tal como acetona o un éter miscible en agua, tal como tetrahydrofurano, dioxano, o similares, y agregando esta solución a una solu-



ción acuosa de la amina. Alternativamente, la amina puede agregarse directamente a la solución del haluro de ácido en los disolventes precedentes o en un disolvente aprótico, tal como tolueno o cloroformo. La reacción puede representarse gráficamente como sigue:

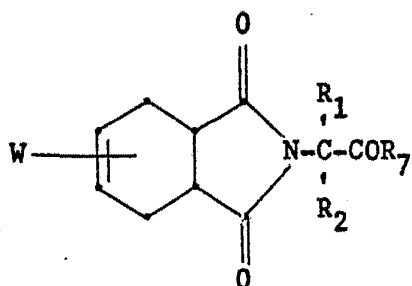
5.



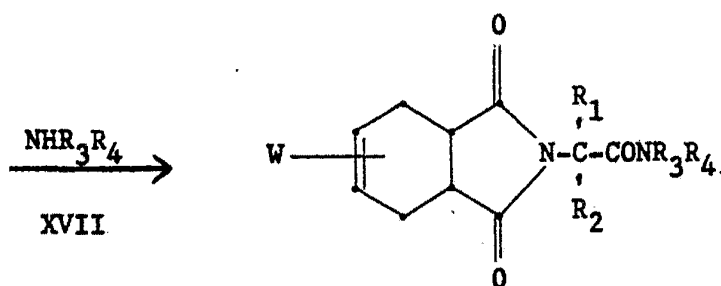
donde X, X', R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>7</sub> son como se han definido anteriormente.

10.

Similarmente, estas reacciones pueden emplearse para preparar las (tetrahydroftalimido)acetamidas y las (hexahydroftalimido)acetamidas usando el apropiado cloruro de ácido como material de partida. Estas reacciones pueden representarse gráficamente como sigue:

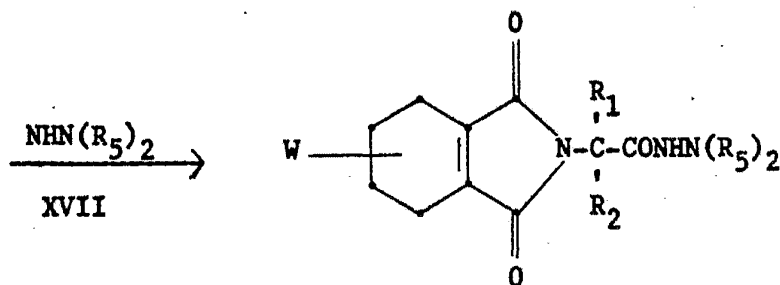


XVII



XVII

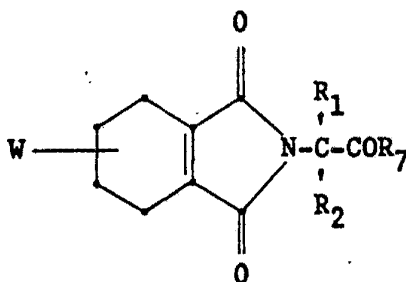
XVIII



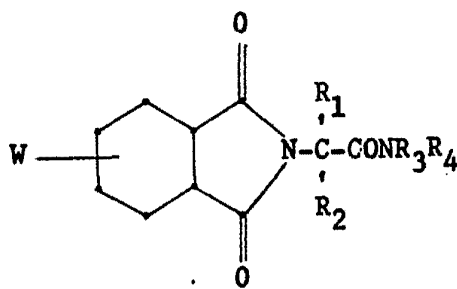
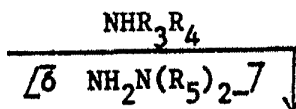
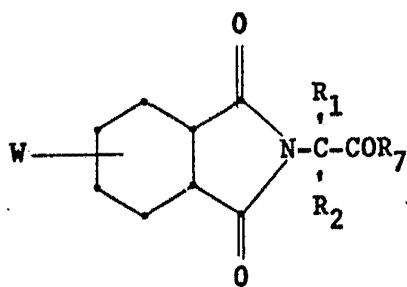
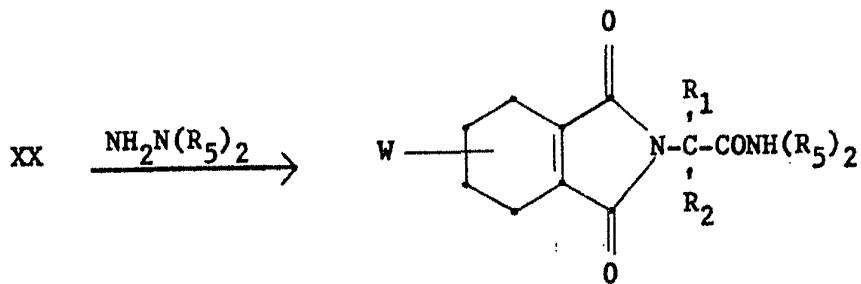
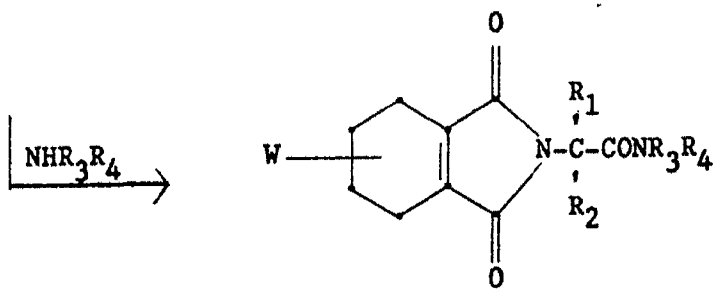
XVII

XIX

en donde W, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> y R<sub>5</sub> son como se han definido anteriormente.



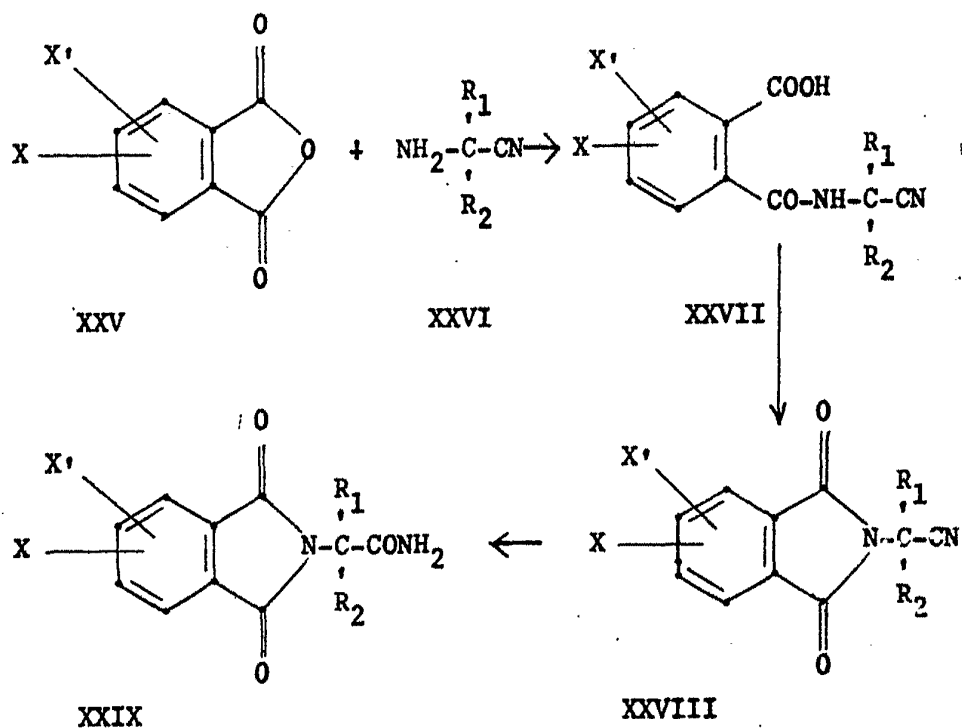
XX





en donde W, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>7</sub> son como se definieron antes.

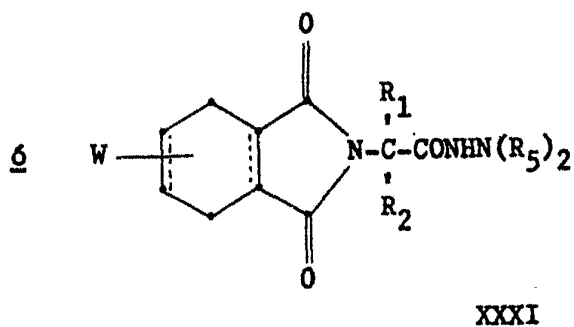
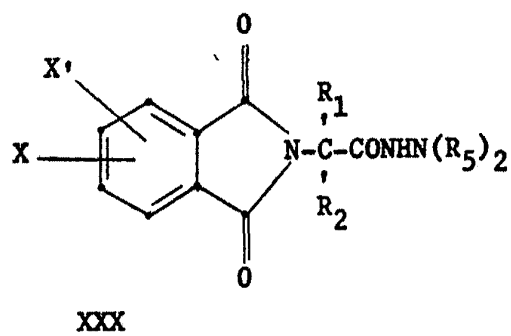
5. Si bien la reacción a temperatura elevada, descrita precedentemente, es efectiva para la preparación de todos los compuestos precedentemente identificados, se ha descubierto ahora cuando Y es -CN y la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 60° C o menos, el ácido ftalámico formado puede ciclizarse como se describe a continuación.
10. Por lo tanto las ftalimidas acetamidas donde R<sub>4</sub> es hidrógeno pueden prepararse haciendo reaccionar el apropiado anhídrido ftálico, tetrahydro- o hexahydroftálico con el apropiado  $\alpha, \alpha$ -disustituido- $\alpha$ -aminonitrilo para dar el correspondiente ácido ftalámico. Esta reacción
15. se lleva a cabo a temperaturas entre aproximadamente 20° C y 60° C en un disolvente inerte tal como éter, tetrahydrofurano, cloroformo, cloruro de metileno, benceno, tolueno y similares. El ácido ftalámico así formado se cicliza luego al correspondiente ftalimido, tetra- o hexahydroftalimidonitrilo calentando con un agente deshidratante tal como anhídrido acético, cloruro de acetilo, cloruro de tionilo o similares a temperaturas de aproximadamente 0° C a
20. 100° C. La hidratación del ftalimidonitrilo así formado se lleva a cabo preferiblemente con un ácido fuerte tal como ácido sulfúrico, preferiblemente en presencia de disolventes no miscibles, tal como cloruro de metileno o cloroformo y similares, a temperaturas de aproximadamente
25. -10° C a más de 30° C. Estas reacciones se ilustran gráficamente utilizando el anhídrido ftálico sustituido, por ejemplo, como sigue:
- 30.



EN DONDE X, X', R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son como se han definido.

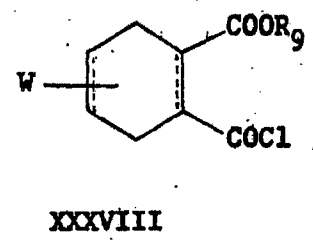
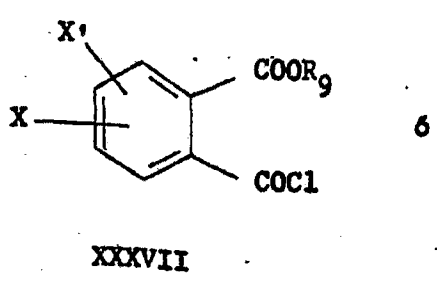
Cuando se desea un haluro de hidracinio, una amida que tiene la fórmula:

5.





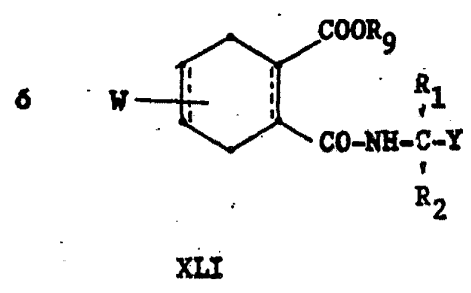
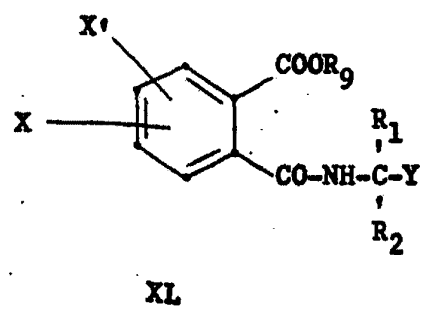




donde W, X y X' son como se ha definido anteriormente y R<sub>9</sub> es alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, con un compuesto de la fórmula:

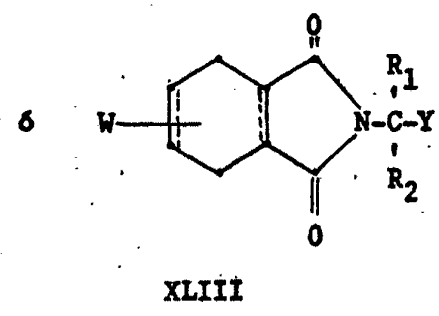
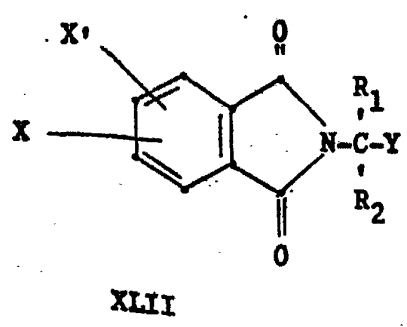


5. donde R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> e Y son como se ha indicado anteriormente, excepto que Y no puede ser -COR<sub>7</sub> ó -CONH<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>, haluro<sup>-</sup>, para dar un producto:



que luego puede ciclizarse para dar el producto:

10.

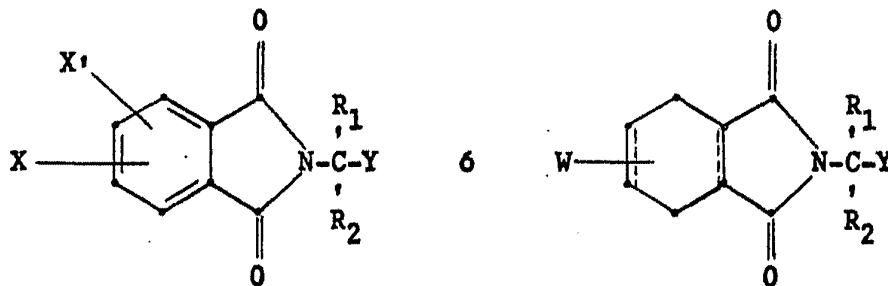




donde W, X, X', R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> e Y son como se ha indicado anteriormente, excepto que Y no puede ser -COR<sub>7</sub> ó -CONHN<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>. haluro<sup>-</sup>.

5.

Son ampliamente variados y muy sorprendentes los efectos reguladores del crecimiento de plantas obtenidos con los compuestos que tienen la estructura



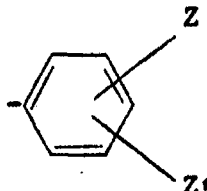
XLIV

XLV

10.

donde W es hidrógeno o alquilo inferior de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; X y X' son hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, halógeno, alcanoilamino de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, CF<sub>3</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, benciloxi, di(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alquil amino, alquiltio de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, hidroxi, alquilsulfonilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o nitro; Y es -COOR<sub>3</sub>, -CONHR<sub>3</sub>, -CONR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>, -CONHN(R<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>. haluro<sup>-</sup> ó -CN; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, o tomados juntamente forman cicloalquilo de C<sub>4</sub>-C<sub>11</sub> opcionalmente sustituido con metilo; R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>; y R<sub>8</sub> es -CH<sub>3</sub> ó

15.





donde Z y Z' son hidrógeno, halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>,  
CF<sub>3</sub> ó -OCH<sub>3</sub>.

5. Un aspecto muy sorprendente de la presente invención es el hallazgo de que virtualmente todas las especies de plantas ensayadas de acuerdo con la presente invención, responden, muy dramáticamente, de una manera muy deseable sin importar el método de aplicación empleado o el compuesto específico o formulación utilizada.

10. Otro aspecto muy sorprendente de la presente invención es el hallazgo de que si bien los efectos reguladores del crecimiento de plantas de los compuestos dentro de la clase genérica descrita anteriormente, a veces varía de planta a planta, de compuesto específico a compuesto específico, todos los compuestos son altamente activos a regímenes bajos de aplicación, ninguno parece ser fitotóxico aún cuando se aplica a regímenes tan elevados como 35,84 kgs por hectárea en el área tratada. En la práctica, por lo tanto, se hallará generalmente deseable emplear de aproximadamente 0,067 kg a 35,84 kgs por hectárea, preferiblemente 0,067 kg a 4,48 kg por hectárea del compuesto ftalimido activo en el área tratada para obtener el deseado efecto de regulación del crecimiento de plantas.

25. Dentro de los efectos deseados obtenidos con los compuestos de la presente invención están:

(A) Un crecimiento de internodio aumentado y evidenciado por internodios mas largos que tienen un peso en seco aumentado;

30. (B) Un tamaño de hoja aumentado evidenciado por un peso en seco aumentado;



- (C) Un florecimiento y/o cernidura inducida en ciertas variedades de plantas;
- (D) Una fijación aumentado en plantas tuberosas;
5. (E) Un régimen aumentado de emergencia de brotes y una altura aumentada de plantas jóvenes;
- (F) Una demora de senectud, especialmente en plantas florecientes; y
- (G) Racimos de frutas, por ejemplo uvas, que se abren o se esparcen reduciendo la posibilidad de un ataque fungoso.
10. Las ventajas obtenidas con una aumentada longitud de internodio son múltiples. Incluyen, además de un aumento general en el tamaño y peso total de la planta,
15. una abertura o esparcimiento de las hojas de las plantas que generalmente hace a las plantas menos vulnerables a enfermedades debido a una mejor ventilación. Además, una aumentada longitud de internodio tiene una ventaja particular para cultivos, tales como soya, algodón, tabaco,
20. caña de azúcar, madera y semilla de maíz. Con soya se ha hallado que las cápsulas inferiores, que normalmente se pierden con la cosecha debido a que están por debajo del nivel de los elementos cosechadores, no son elevadas suficientemente por el alargamiento de los internodios de la
25. planta a ser cosechada. Este mecanismo aumenta así los rendimientos de soya, un significativo 261 a 349  $\text{dm}^3$  por hectárea y facilita una cosecha mas rápida. Similarmente, el alargamiento de los internodios de algodón y tabaco eleva los capullos de algodón inferiores y las hojas de
30. tabaco inferiores suficientemente para evitar su destruc-



ción o daño normal por los elementos (es decir, abrasión, enfermedad, etc.).

5. Con la caña de azúcar y madera, los internodios mas largos producen cañas y árboles mas largos lo que resulta en mayores rendimientos de azúcar y madera, mientras que, internodios mas largos en semilla de maiz eleva la borla del maiz, es decir el órgano masculino de la planta lo suficientemente para que pueda eliminarse de todas las plantas en un campo con un único corte antes de que ocurra la polinización. Luego puede efectuarse según se desee la polinización controlada para rpoveer un maiz híbrido deseado.

10. La ventaja de aumentar el tamaño de la hoja de plantas es obvio y de particular importancia para aquellas plantas donde las hojas constituyen el cultivo comercializable. El tabaco, cultivo de forraje y vegetales de hojas, tales como espinaca, acelga suiza, lechuga y repollo ejemplifican estos cultivos.

15. Una acelerada floración y cernidura es importante para cultivos que se hacen crecer por su semilla. Dentro de los cultivos importantes de este tipo están la lechuga, radicheta, remolacha, betarraga, repollos de Bruselas, brócoli y zanahorias.

20. Una fijación aumentada en las plantas tuberosas, como ser patatas, es otra ventaja importante de la presente invención, dado que las plantas tratadas desarrollan dos a tres veces mas patatas que las plantas no tratadas. Además, las patatas en las plantas tratadas son ampliamente mas uniformes que aquellas en plantas no tratadas, si bien son solamente de un tamaño promedio. Esto,
- 25.
- 30.



sin embargo, es una ventaja cuando las ventajas han de ser envasadas.

5. El aumento del régimen de emergencia de brotes y una altura aumentada en las plantas en brote es aún otra ventaja obtenida con los compuestos de la presente invención. En ciertas regiones, por ejemplo, en el delta del Mississippi en los Estados Unidos, la estructura de la tierra y el contenido de humedad pueden presentar serios problemas para el granjero. De manera de asegurar la germinación de plantas en esta región es a veces necesario plantar muy profundamente. Si la planta emerge antes de una fuerte lluvia, generalmente madura de manera normal.
10. Sin embargo, cuando ocurren fuertes lluvias entre la plantación y la emergencia, no es poco común hallar que la superficie de la tierra se encostra. La semilla que no ha aún emergido hasta ese momento no puede romper la costra y generalmente se pudre en el suelo. Por lo tanto, la única solución para el granjero es volver a plantar.
- 15.

20. Sería por lo tanto, muy ventajoso, si se pudiese hallar un compuesto que acelerara la germinación y aumentara el régimen de crecimiento de brotes de plantas.

25. Aún otro efecto ventajoso obtenido con los compuestos de la presente invención es la demora de la senectud en las plantas. El efecto es especialmente importante para dueños de almácigos y floristas que desean prolongar la vida de la floración en plantas en flor.

30. Sorprendentemente, se ha descubierto de que los compuestos de ftalimido descritos anteriormente aquí, particularmente las ftalimidocicloalquilcarboxamidas halo-sustituídas proveen estas ventajas.



- También se ha hallado que la eficacia de los compuestos de la presente invención como agentes reguladores del crecimiento de plantas no está limitada por formulación o métodos de aplicación. Los compuestos activos pueden formularse como polvos, concentrados de polvo, polvos humectables, concentrados emulsionables, baños para la tierra, formulaciones granulares, y similares. Pueden aplicarse en combinación con un diluyente sólido o líquido mediante una variedad de métodos, incluyendo: baños de
5. raiz, recubrimientos de semilla, agua de transplante, aplicación foliar, incorporación preplantal en el suelo, aplicación en la tierra de preemergencia, y aplicación de bajo volumen en la forma de gotas discretas que tienen un diámetro mediano de masa de 25 a 150 micrones.
- 10.
15. Formulaciones típicas que son útiles en la práctica de la presente invención incluyen: polvos humectables, polvillos, concentrados de polvos, formulaciones granulares y formulaciones fluidas.
20. Polvos humectables pueden prepararse mezclando el derivado de ftalimido activo con un portador sólido, como ser atapulguita, caolín, tierra de diatomeas, sílice o similares, y una pequeña cantidad de un agente dispersante y humectante y moliendo en aire la mezcla para efectuar la reducción del tamaño de partícula a aproximadamente una gama de 5 a 10 micrones. Un polvo humectable típico puede contener 50 % en peso del derivado de ftalimida, 5 % en peso de un sulfonato de lignina sódico parcialmente desulfonado parcialmente purificado, 1 % en peso de N-metil-N-oleoiltaurato de sodio y 44 % en peso de atapulguita.
- 25.
- 30.



En la práctica, también se hallará que el ingrediente activo en la formulación precedente puede variar de aproximadamente 25 % a 80 % en peso. Sin embargo, en estos casos, el diluyente sólido debe variarse proporcionalmente.

5.

Para la preparación de un polvo, por ejemplo un polvo de 10 %; puede mezclarse 20 % en peso del polvo humectable del 50 % con aproximadamente 80 % en peso de un portador sólido, tal como caolín. En equipo apropiado para estas separaciones son mezcladores del tipo de cinta y mezcladores de doble cono. También es obvio que la concentración del ingrediente activo en las formulaciones de los polvos puede fácilmente variarse regulando la cantidad de polvo humectable y portador utilizado, Polvos típicos generalmente variarán entre aproximadamente 1 % al 15 % en peso del ingrediente activo; si bien también pueden prepararse concentraciones mayores.

10.

15.

Un procedimiento alternativo para la preparación de polvos, también concentrados de polvo, involucran mezclar el derivado ftalimido activo con el portador sólido y hacer pasar la mezcla uniforme a través de un molino de rozadura para obtener el deseado tamaño de partícula.

20.

Una formulación granular típica puede prepararse mezclando una pequeña cantidad, es decir aproximadamente 0,3 % en peso, de un sílice coloidal vaporizado con aproximadamente 5,6 % en peso del derivado de ftalimido y moler en aire la mezcla hasta una mezcla uniforme. Luego se coloca arena de sílice, aproximadamente 85,7 % en peso, en un mezclador junto con aproximadamente 0,7 %

25.

30.

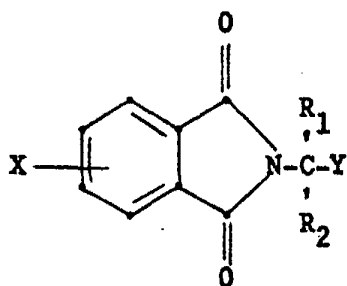


5. en peso de polvo de sulfonato de lignina de calcio-sodio y 4,2 % de una solución acuosa al 1 % de sulfonato de lignina de calcio-sodio. La mezcla se combina y luego se agrega 3,5 % en peso de silicato de calcio sintético. La mezcla se deja continuar mezclando durante varios minutos hasta que el producto terminado está uniformemente recubierto y es de libre fluidez. Naturalmente, es obvio que la cantidad de ingrediente activo en el producto granular formulado puede variarse ampliamente, preferiblemente entre
10. aproximadamente 1 % al 15 % en peso. Esto requiere simplemente la regulación apropiada de la cantidad de portador granular utilizada y/o coadyuvantes agregados. También es obvio que pueden emplearse portadores granulares absorbentes, como así también portadores no absorbentes, en la
15. preparación de la formulación granular.

20. Otras formulaciones, métodos, productos y ventajas de la presente invención serán evidentes a través de los ejemplos proporcionados a continuación. Estos ejemplos se proveen simplemente como una ilustración de la presente invención y no están destinados a limitarla.

Dentro de las clases de nuevos derivados de ftalimido de la presente invención y métodos para su uso y preparación descritos aquí pueden mencionarse dos subclases preferidas.

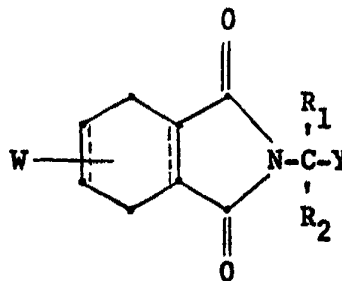
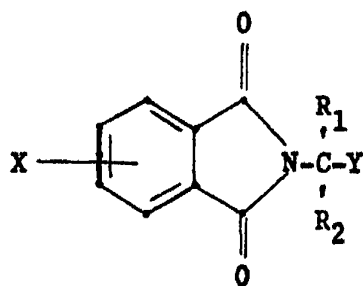
25. La primera son los derivados de ftalimido de la fórmula I' siguiente:



5. donde X es halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o nitro; Y es -COOR<sub>3</sub>, -CON(R<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN(R<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN<sup>⊕</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub> haluro<sup>⊖</sup>, -CN ó -COR<sub>7</sub>; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o tomados juntamente con el átomo de carbono al cual están fijados forman cicloalquilo de C<sub>4</sub>-C<sub>11</sub>; R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub> y R<sub>7</sub> es halógeno. Su uso y fabricación mediante los procedimientos descritos para los derivados de ftalimido de fórmula I también es contemplado por la presente invención.

10.

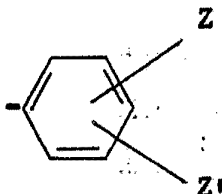
El segundo subgrupo está constituido por los compuestos de ftalimido de fórmulas I'' y II';





5. donde W es hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; X es halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcanoilamino de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o nitro; Y es -COOR<sub>3</sub>, -CONHR<sub>8</sub>, -CON(R<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN(R<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>, haluro<sup>-</sup>, ó -COR<sub>7</sub>; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o tomados juntamente con el átomo de carbono al cual están fijados forman cicloalquilo de C<sub>4</sub>-C<sub>11</sub>; R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> representan cada uno alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>, R<sub>7</sub> es halógeno, R<sub>8</sub> es -CH<sub>3</sub> ó

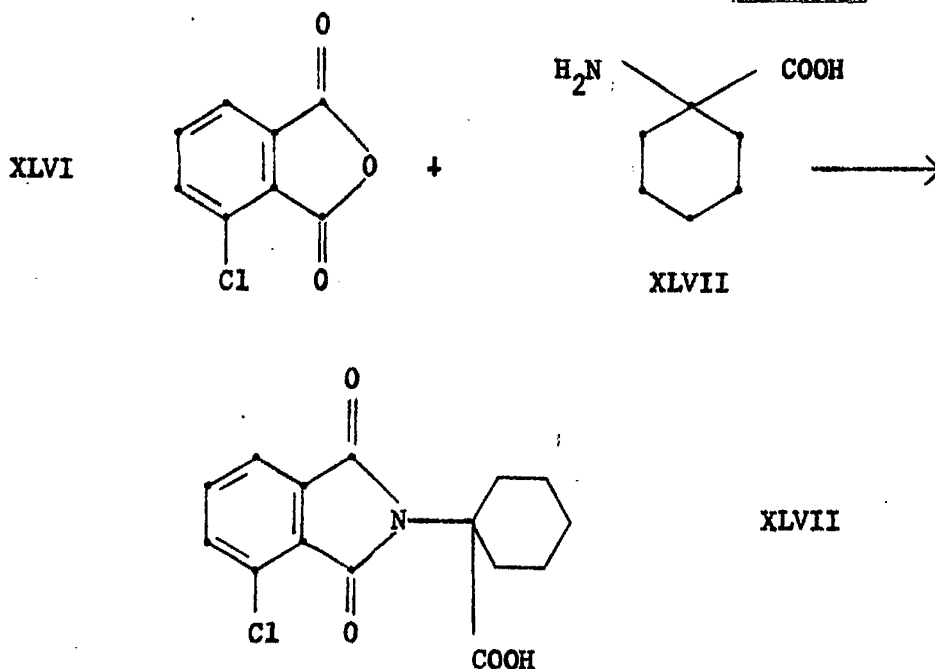
10.



15. donde Z y Z' son hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>, halógeno, -CF<sub>3</sub> o -OCH<sub>3</sub> y        un enlace simple o doble con la condición que solamente hay 0 ó 1 doble enlace en el anillo. Su uso y fabricación mediante los procedimientos descritos para los derivados de ftalimido de fórmula I y II es también contemplado por la presente invención. También contemplado dentro de la presente invención es un método industrial para la producción de las composiciones reguladoras del crecimiento de plantas caracterizado por mezclar una cantidad efectiva de uno o más de los derivados de ftalimido con diluentes agrícolas sólidos o líquidos convencionales y con las composiciones así producidas.
- 20.

EJEMPLO 1

25. Preparación de ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico.



**Método A**

5. Una mezcla que contiene 1 kg de ácido 1-amino-ciclohexanocarboxílico, 1,275 kg de anhídrido 3-cloroftálico y 91 ml de trietilamina en 6,3 litros de tolueno, se agita y se calienta bajo reflujo en un separador de agua Dean-Stark durante 20 horas. Durante este tiempo, se recogen 154 ml de agua. La solución se enfría a 0° C - 5° C, y el producto luego se recoge por filtración con un rendimiento de 77 %. Este material tiene un punto de fusión de 193° C a 194° C.

**Método B**

15. Una mezcla íntima de 4,56 gramos de anhídrido 3-cloroftálico y 3,58 gramos de ácido 1-aminociclohexanocarboxílico se calienta a 210° C hasta que no se desprende mas vapor de agua. La mezcla enfriada se disuelve lo mas posible en acetona en ebullición, y los insolubles se separan por filtración. La acetona se separa del fil-



trado y el residuo cristalino se transfiere a un embudo filtrador con éter y se seca al aire. El producto es idéntico al descrito en el método A anterior.

Método C

5. Una mezcla que contiene 91,3 gramos de anhídrido 3-cloroftálico y 71,6 gramos de ácido 1-aminociclohexanocarboxílico en un litro de ácido acético se calienta bajo reflujo durante 21 horas. El disolvente se separa bajo presión reducida, se agregan 250 ml de tolueno y el residuo y el solvente nuevamente se separan en vacío. El residuo se calienta en 1 litro de acetona y los insolubles se separan por filtración. El disolvente se separa por destilación, y el residuo se transfiere a un embudo filtrador con éter y se seca al aire. El producto es idéntico al preparado en el método A.
- 10.
- 15.

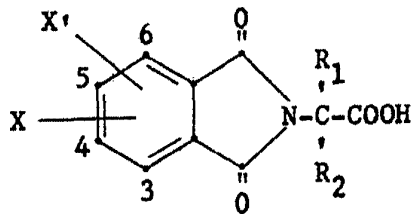
Método D

20. Una mezcla que contiene 9,13 gramos de anhídrido 3-cloroftálico y 7,16 gramos de ácido 1-aminociclohexanocarboxílico en 100 ml de dimetilformamida se calienta bajo reflujo durante 24 horas. La mezcla se enfría, se vierte en agua helada y el sólido precipitado se separa por filtración, se lava con agua y se seca al aire. La recristalización del sólido con etanol al 95 %, con filtración para separar insolubles, proporciona el producto idéntico al preparado por el método A.
- 25.

Los ácidos de ftalimido de la tabla I, siguiente, se preparan por los métodos generales descritos anteriormente.



TABLA I



XLIX

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Disolvente	Método	Punto de fusión °C
3-NO <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Xileno	A	90,5-92
3-NO <sub>2</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		A,B,C	178-179
H	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-	B	156-157
H	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	Tolueno	A	174.5-176
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-(CH(CH <sub>3</sub> )) <sub>2</sub>	-	B	162-164
3-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -	-	B	189-189,5
3-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-	B	182-185
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -	-	B	168-169
4-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	Tolueno	A	167-168
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	-	B	184-185
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-	B	166-167,5
3-I	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	-	B	191-192
3-F	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	-	A,B	160-164
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-	B	oil
4-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-	B	156,5-157
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-	B	150,5-151
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	Tolueno	A	176-177
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> -	Tolueno	A	189-191
3-Br	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	Tolueno	A	197-198,5
4-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-	B	184-185,5



TABLA I Continuación

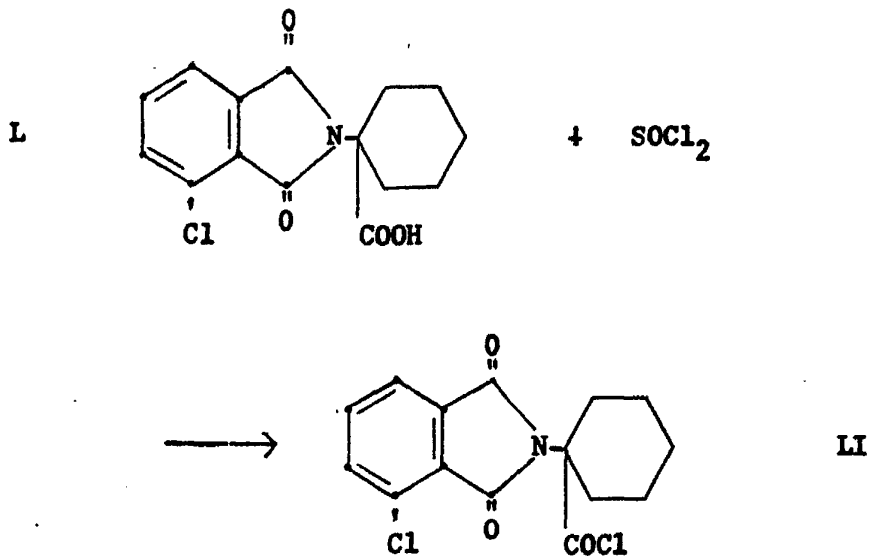
X	X'	R <sub>2</sub>	Disolven te	Méto do	Punto de fusión, °C
3-Cl	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2- \end{array}$	Tolueno	A	aceite
3-CH <sub>3</sub>	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2- \end{array}$	Tolueno	A	150-152
3-NHCOCH <sub>3</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$	Tolueno	A	214,5-216,5

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Disolvente	Método	Punto de fusión °C
3-Br	4-Br	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	210-212
4-OCH <sub>3</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	136-138
3-Cl	5-Cl	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	102-105
3-Cl	6-Cl	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	183-184
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	187-192
4-CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	209-219
4-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	210-218
3-CF <sub>3</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Tolueno	A	oil
3-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	143-149,5
3-CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	179-182
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	5-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		--	B	196-202,5
3-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	203-203,5
3-SCH <sub>3</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Xileno	A	204-205
3-CCl <sub>3</sub>	H	$-(\text{CH}_2)_5-$		Tolueno	A	201-205
3-SC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>	$-(\text{CH}_2)_5-$		--	B	163-163,5



EJEMPLO 2

Preparación de cloruro de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexano-  
carbonilo

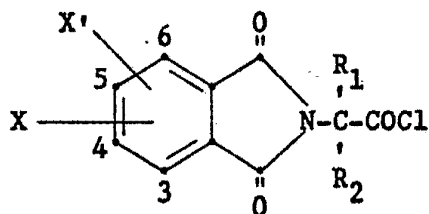


5. En un matraz de 12 litros se colocan 1,5 kg del ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico y 7500 ml de benceno. La mezcla se agita y calienta hasta ebullición, y luego se agregan gota a gota 696 gramos de cloruro de tionilo. Luego de la adición, el calentamiento se continúa durante 2 horas. El volumen de la solución se reduce a la mitad, la solución se filtra, y el disolvente restante se separa bajo presión reducida. El cloruro de ácido es usado para la preparación de carboxamidas sin una purificación adicional.
- 10.
15. Utilizando el procedimiento descrito precedentemente, se preparan los siguientes cloruros de ácido a partir de los correspondientes ácidos descritos en la Tabla II. Estos cloruros de ácido se utilizan directamente sin una purificación adicional y se caracterizan solamente



por su espectro de infrarrojo.

TABLA II



LII

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
3-NO <sub>2</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
H	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
H	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
3-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> <sup>-</sup>
3-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> <sup>-</sup>
4-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
3-I	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
3-F	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
4-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> <sup>-</sup>



TABLA II Continuación

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> -
3-Br	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
4-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>   -CH <sub>2</sub> -CH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	
3-CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>   -CH <sub>2</sub> -CH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	
3-NHCOCH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-Br	4-Br		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
4-OCH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-Cl	5-Cl		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-Cl	6-Cl		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
4-CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
4-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-CF <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	5-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-SCH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -

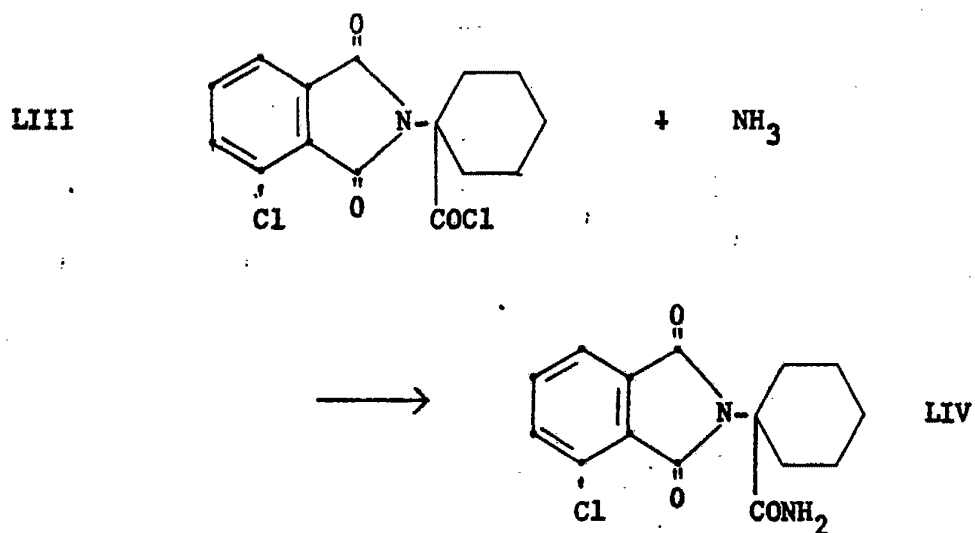


TABLA II Continuación

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
3-SO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-CCl <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
3-SC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -

EJEMPLO 3

Preparación de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida

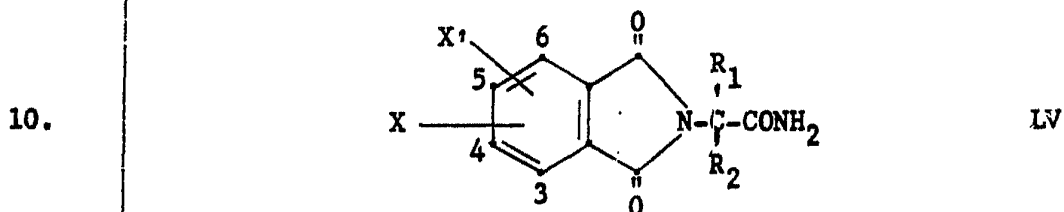


5. Una solución que contenía el cloruro de ácido crudo preparado en el ejemplo 2 se disuelve en 8 litros de tetrahidrofurano y se enfría a 10° C - 15° C. Se burbujea amoníaco gaseoso a través de la solución agitada hasta que un exceso de amoníaco comienza a escapar del matraz de reacción. La mezcla se agita durante 15 minutos adicionales y luego se agita. Los sólidos se lavan con
10. agua acabadamente para separar sales inorgánicas y el pro-



5. ducto se seca al aire. El filtrado de tetrahidrofurano se evapora bajo presión reducida, y el residuo se combina con el sólido secado al aire se calienta hasta ebullición en 3 litros de tolueno, se enfría a 10° C y el producto se separa por filtración para dar 1,2 kg de producto, punto de fusión 194° C a 195° C. Las carboxamidas de la Tabla III siguiente, se preparan mediante esencialmente el mismo procedimiento descrito precedentemente.

TABLA III



X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Punto de fusión °C
3-Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -		175-177
3-Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -		163-164
H	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -		218,5-220
3-NO <sub>2</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		189,5-190,5
H	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		224-226
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	137-138
3-Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	161-162
3-CH <sub>3</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -		187,5-189
4-Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -		177 - 178
4-CH <sub>3</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		179,5-180



TABLA III Continuación

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Punto de fusión °C
3-F	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	207-208
3-I	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	222-223
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	188,5-190
4-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	182-183
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	172-173
3-CH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	185-186,5
4-Cl	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> -	159-161
3-Br	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	199-200
4-Cl	H	-CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	173-174
3-Cl	H		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2- \end{array}$	195-196
3-CH <sub>3</sub>	H		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2- \end{array}$	165-167
3-NHCOCH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	181,5-182,5
3-Br	4-Br		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	185,5-187
4-OCH <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	158-159
3-Cl	5-Cl		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	166-167
3-Cl	6-Cl		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	216,5-218
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	213,5-217,5
4-CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	198-200,5
4-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	170-171,5
3-CF <sub>3</sub>	H		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	166-167

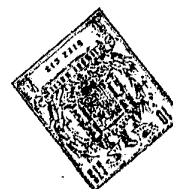
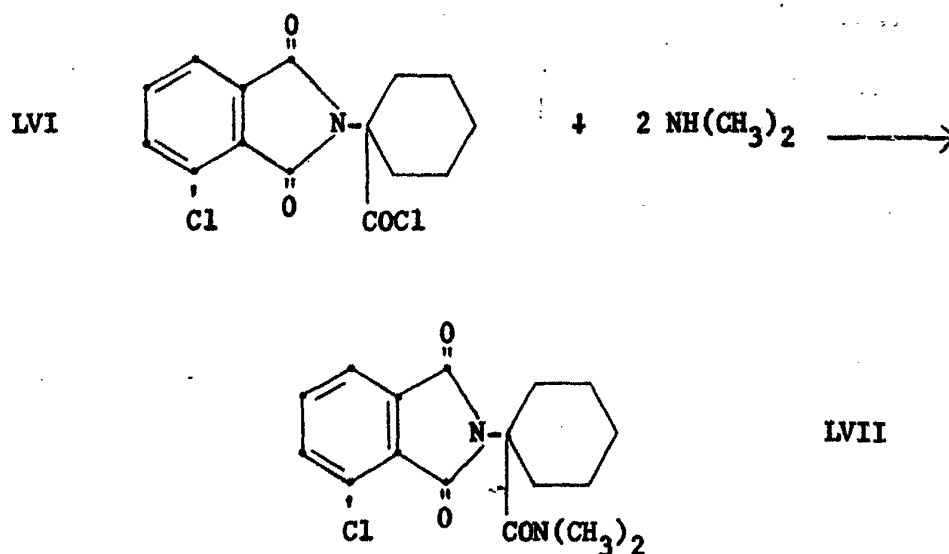


TABLA III (Continuación)

X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Punto de fusión °C
3-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		166,5-169
3-CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		191-193,5
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	5-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		172-173,5
3-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		191-192
3-SCH <sub>3</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		212-213
3-SO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		202-203
3-CCl <sub>3</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		193-195,5

EJEMPLO 4

Preparación de 1-(3-cloroftalimido)-N,N-dimetilciclohexanocarboxamida



5.

Una solución que contenía 7,43 gramos de cloruro de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarbonilo en 50 ml de tetrahidrofurano se enfría a 10° C - 15° C, mientras

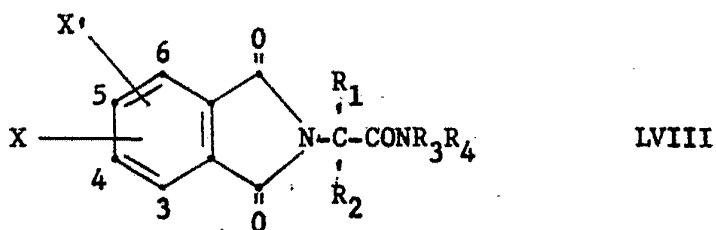


se agita, se burbujea dimetilamina gaseosa hasta saturar la solución. Luego de 5 minutos adicionales, la mezcla se filtra para separar sales y el disolvente se separa del filtrado. El residuo se cristaliza con ciclohexano para dar el producto, punto de fusión 135° C a 137° C:

5.

Las N,N-dimetilcarboxamidas de la Tabla IV siguiente, se preparan utilizando esencialmente el mismo procedimiento descrito precedentemente.

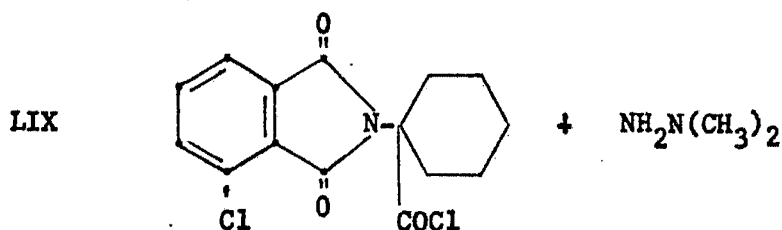
TABLA IV

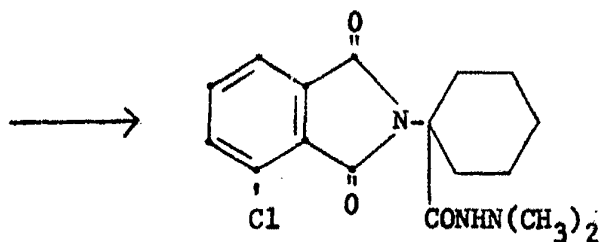


X	X'	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	Punto de fusión °C
H	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	112 - 113
3-NO <sub>2</sub>	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	132,5 - 134,5

EJEMPLO 5

Preparación de ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico, 2,2-dimetilhidrazida

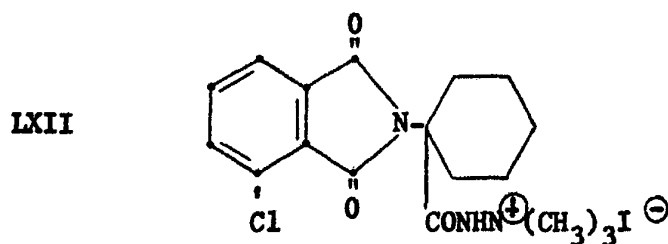
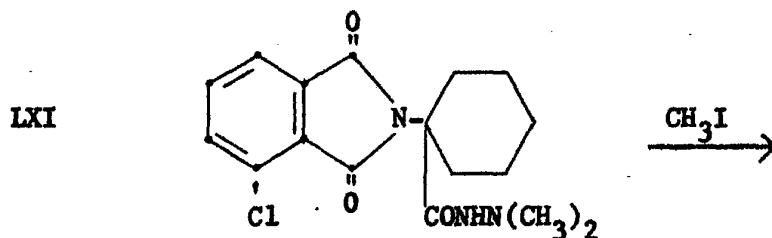




5. A una solución helada de cloruro de ácido en tetrahidrofurano se agrega gota a gota dos equivalentes de 1,1-dimetilhidracina. Luego de agitar 0,5 hr más, los sólidos se separan por filtración y el solvente se elimina en vacío del filtrado. El residuo se cristaliza con acetonitrilo para dar el producto, punto de fusión 184° C a 185° C.

EJEMPLO 6

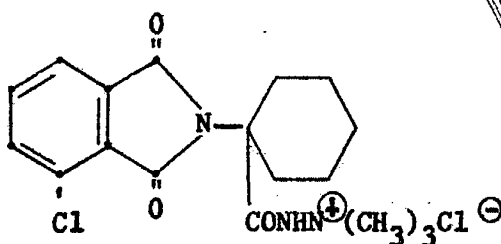
10. Preparación de cloruro de 2-[1-(3-clorofthalimido)ciclohexil]carbonil-1,1,1-trimetilhidrazinio



Amberlyst A21  
(forma de cloruro)



LXIII

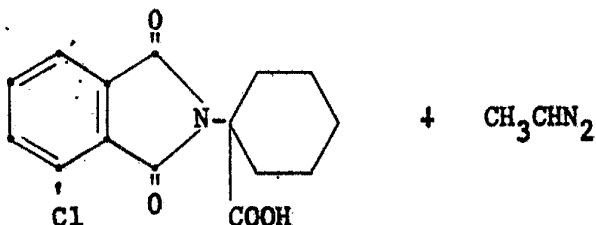


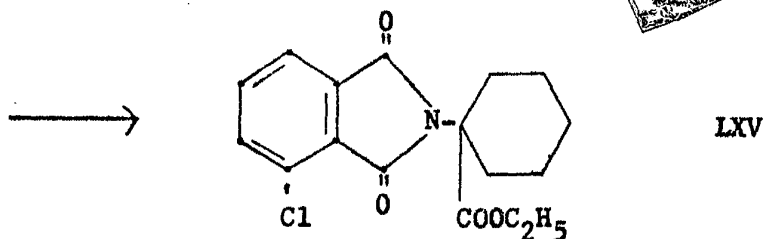
5. A la dimetilhidracida preparada como se describe en el ejemplo 5 en tetrahidrofurano se agrega exceso de ioduro metílico y la mezcla se calienta bajo reflujo durante 4 horas. Los sólidos se separan por filtración y se secan al aire para dar ioduro cuaternario. El ioduro se convierte al cloruro haciendo pasar una solución de etanol acuoso al 50 % de la sal lentamente a través de una columna rellena con Amberlyst A21, una resina de intercambio iónico orgánica, en su forma de cloruro y evaporando el eluyente. El residuo se cristaliza con etanoléter para dar la sal de cloruro, punto de fusión 202° C a 203° C.

EJEMPLO 7

15. Preparación de etil y metil 1-(3-clorofthalimido)-ciclohexanocarboxilato

LXIV





5. Un exceso de una solución de éster de diazoetano se agrega a una solución de ácido 1-(2-cloroftalamido) ciclohexanocarboxílico en tetrahidrofurano. Después de reposar a temperatura ambiente durante 1 hr, la solución se lava con un exceso de solución de carbonato de sodio acuosa, seguido por dos lavados con agua. La fase orgánica se seca y el solvente se evapora bajo presión reducida. El residuo se cristaliza con hexano para dar el éster, punto de fusión 70° C a 71° C.

10.

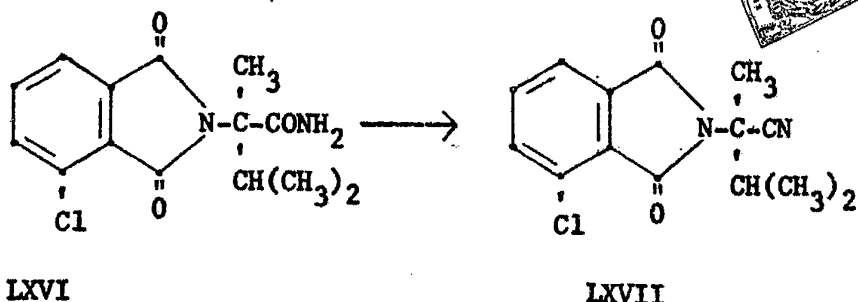
Alternativamente, este éster puede prepararse mediante la acción de etanol y piridina en el cloruro de ácido, descrito en el Ejemplo 2.

15. Se prepara 1-(3-cloroftalamido)ciclohexanocarboxilato de metilo calentando 5,7 g. de anhídrido 3-cloroftálico con 4,9 g. de 1-aminociclohexanocarboxilato de metilo en 100 ml de tolueno que contiene 2 ml de trietilamina bajo un separador Dean-Stark durante 24 horas. El disolvente se elimina bajo presión reducida y el residuo se disuelve lo más posible en etanol. El producto se cristaliza con una mezcla de éter y hexano para dar 5,7 g. de éster metílico, p.f. 90-92° C.

20.

EJEMPLO 8

25. Preparación de α-(3-cloroftalimido)-α-isopropil-α-metilacetonitrilo



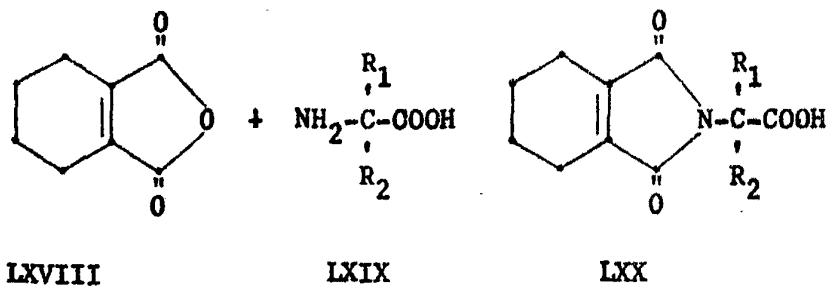
5. A 60 ml de tetrahidrofurano seco, agitado y enfriado a 0° C se agrega gota a gota 11,5 ml de tetracloruro de titanio en 15 ml de tetracloruro de carbono seco. A esta mezcla fría se agregan 8,82 gramos de  $\alpha$ -(3-cloroftalimido)- $\alpha$ -isopropil- $\alpha$ -metilacetamida en 50 ml de tetrahidrofurano seco, seguido por 12,3 gramos de trietilamina en 20 ml de tetrahidrofurano seco. La mezcla de reacción se deja calentar lentamente hasta temperatura ambiente y se deja reposar durante la noche. Luego se agrega agua cuidadosamente a la mezcla mientras que se extrae tres veces con éter. Los extractos combinados se lavan con éter, se secan, y se evaporan. El residuo se cristaliza con éter-hexano para dar 6,1 gramo del nitrilo, punto de fusión 71° C a 72° C.
- 10.
- 15.

La amida de partida puede deshidratarse con otros reactivos, como ser pentóxido de fósforo y oxiclórico de fósforo en benceno, anhídrido acético y anhídrido trifluoroacético para proporcionar el mismo producto.

20.

EJEMPLO 9

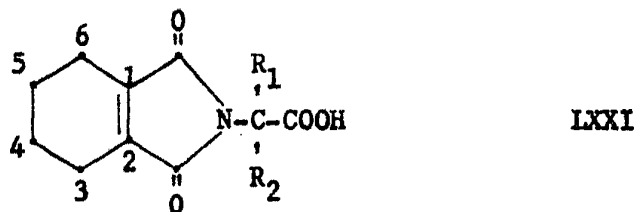
Preparación de ácidos 2,2-disustituido-2-(3,4,5,6-tetrahidroftalimido)acético



Utilizando el procedimiento del ejemplo 1 pero utilizando anhídrido 3,4,5,6-tetrahidroftálico en lugar de anhídrido 3-cloroftálico proporciona los compuestos indicados en la Tabla V.

5.

TABLA V



R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Disolvente	Método	Punto de fusión
	(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub>	Xileno	A	134-136°
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	Xileno	A	86-87°
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -	Xileno	A	aceite
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Xileno	A	118-119,5°
CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Xileno	A	aceite

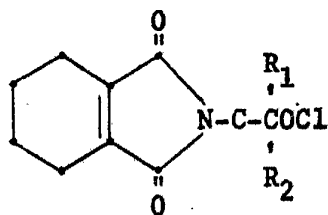


EJEMPLO 10

Preparación de cloruro de 2,2-disustituido-2-(3,4,5,6-tetrahidroftalimido)acetilo

5. Utilizando el procedimiento del ejemplo 2 pero utilizando los ácidos indicados en la tabla V y ejemplo 9 en lugar de ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico, se preparan los cloruros de ácido indicados en la tabla VI. Estos cloruros de ácido se obtienen como aceites y se utilizan directamente sin una purificación adicional y se caracterizan solamente por su espectro infrarrojo.
- 10.

Tabla VI



LXXII

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -
CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
CH <sub>3</sub>	CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>



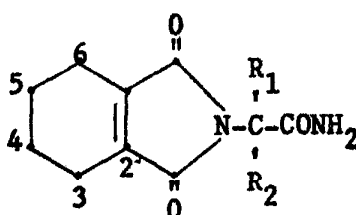
EJEMPLO 11

Preparación de 2,2-disustituido-2-(3,4,5,6-tetrahidroftalimido)acetamida

5. Utilizando el procedimiento del ejemplo 3 pero empleando los cloruros de ácido indicados en la tabla VI en lugar de los cloruros de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarbonilo, se preparan las amidas indicadas en la tabla VII.

Tabla VII

10.



LXXIII

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Punto de fusión °C
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	203-204
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	172-173
	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -	133-134
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	129-130
CH <sub>3</sub>	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	142,5-143,5

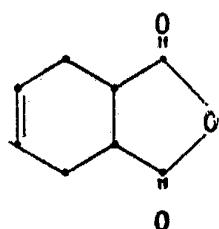
EJEMPLO 12

Preparación de ácido 1-(1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-1-ciclohexanocarboxílico

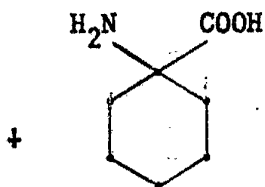
15. Utilizando el procedimiento del ejemplo 1 pero empleando anhídrido 1,2,3,6-tetrahidroftálico en lugar de anhídrido 3-cloroftálico, se prepara el siguiente com-



puesto.

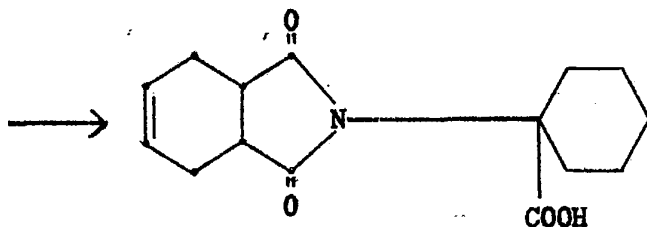


LXXIV



LXXV

Método  
A



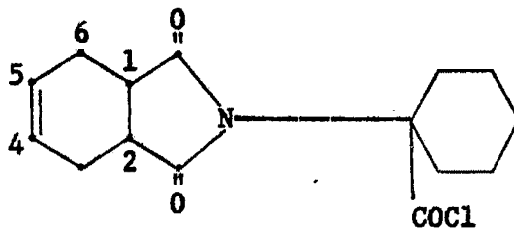
LXXVI

Punto de Fusión °C  
159 - 161

### EJEMPLO 13

#### Preparación de cloruro de 1-(1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-1-ciclohexanocarbonilo

5. Utilizando el procedimiento del ejemplo 2 pero empleando el ácido del ejemplo 12 en lugar de ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico, se prepara el cloruro de ácido ilustrado mas abajo. El cloruro de ácido se utiliza directamente sin purificación adicional y se caracteriza solamente por el espectro infrarrojo.
- 10.



LXXVII

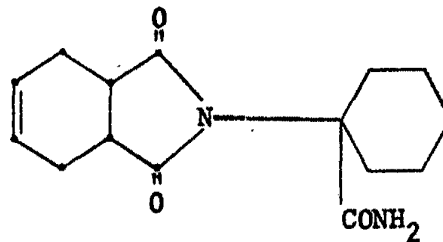


EJEMPLO 14

Preparación de 1-(2,3,4,6-tetrahydroftalimido)-1-ciclohexanocarboxamida

5. Utilizando el procedimiento del ejemplo 3 pero empleando el cloruro de ácido del ejemplo 13 en lugar de cloruro de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarbonilo, da la amida siguiente

Tabla VIII



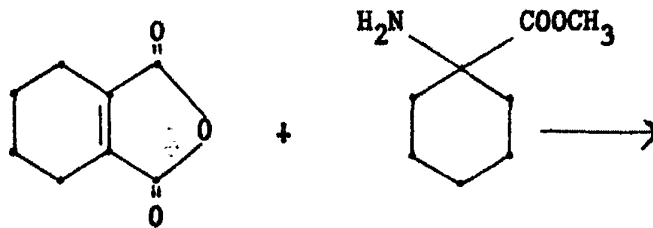
LXXVIII

Punto de Fusión: 192 - 194° C.

10.

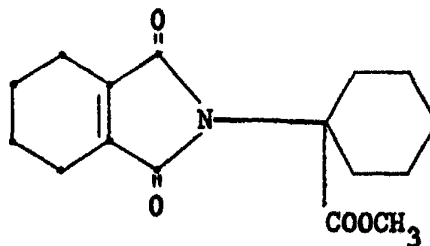
EJEMPLO 15

Preparación de metil 1-(3,4,5,6-tetrahydroftalimido)-1-ciclohexanocarboxilato



LXXVIII

LXXIX



LXXX



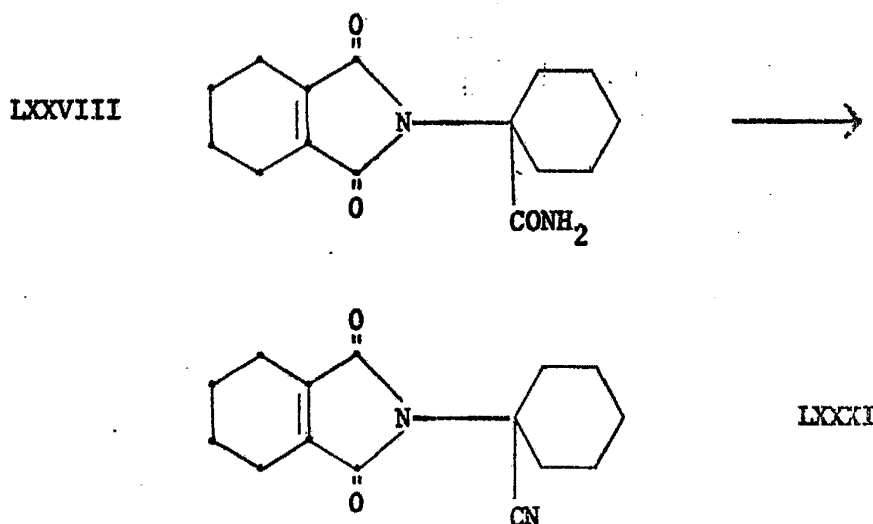
5.

Una mezcla que contiene 11,4 g. de anhídrido de ácido 1-ciclohexano-1,2-dicarboxílico, 11,8 g. de metil 1-aminociclohexanocarboxilato y trietilamina en 150 ml de tolueno se calentó a reflujo bajo una trampa de agua durante la noche. La eliminación del disolvente dejó un aceite que se purificó por cromatografía sobre silicato de magnesio para dar el éster cristalino, p.f. 44 - 45° C.

EJEMPLO 16

10.

Preparación de 1-(3,4,5,6-tetrahydroftalimido)-1-ciclohexanocarbonitrilo

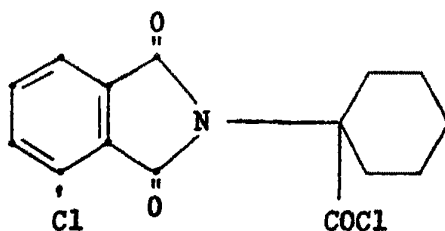


15.

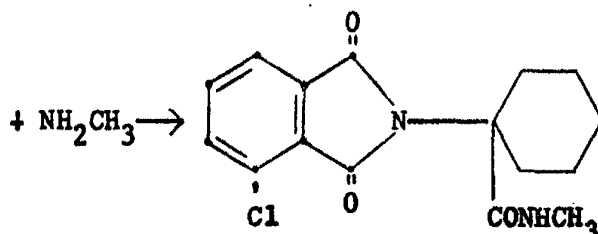
Utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo 8 pero empleando 1-(3,4,5,6-tetrahydroftalimido)-1-ciclohexanocarboxamida en lugar de  $\alpha$ -(3-cloroftalimido)- $\alpha$ -isopropil- $\alpha$ -metilacetamida, se formó el compuesto del encabezamiento, p.f. 55,5 - 56,5° C.

EJEMPLO 17

Preparación de 1-(2-cloroftalimido)-N-metil-1-ciclohexanocarboxamida



LXXXII

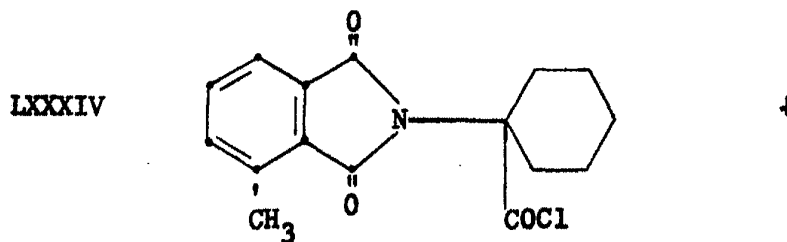


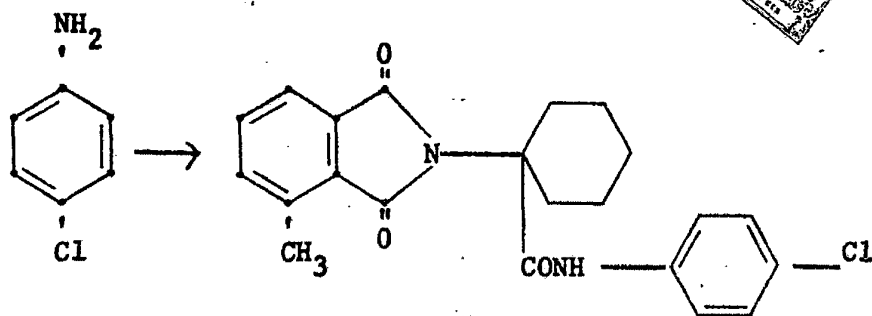
LXXXIII

5. Utilizando el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 3 pero reemplazando el amoníaco con metilamina proporciona la mono-metilamida del encabezamiento, p.f. 168,5 - 170° C. Similarmente, haciendo reaccionar cloruro de 1-(3-acetamidofthalimido)-ciclohexanocarbonio con metilamina proporciona 1-(3-acetamidofthalimido)-N-metilciclohexanocarboxamida, p.f. 205 - 207,5° C.

EJEMPLO 18

10. Preparación de 4'-cloro-1-(3-metilftalimido)-1-ciclohexanocarboxanilida





LXXXV

LXXXVI

5.

A una solución que contenía 13,16 g. del cloruro de ácido descrito en la tabla II en 125 ml de tetrahydrofurano se agregó gota a gota con agitación a temperatura ambiente una solución que contenía 11,0 g. de p-cloroanilina en 75 ml de tetrahydrofurano. Luego de 0,5 hr adicional, la mezcla se filtró, el filtrado se evaporó y el residuo se cristalizó con acetonitrilo para dar la carboxanilida deseada, p.f. 208,5 - 209° C.

10.

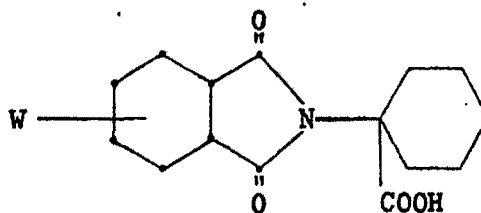
EJEMPLO 19

Preparación de ácidos 1-(hexahidroftalimido)ciclohexano-carboxílico

15.

Utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo 1 pero empleando anhídrido ciclohexano-1,2-dicarboxílico y anhídrido 4-metilciclohexano-1,2-dicarboxílico en lugar de anhídrido 3-cloroftálico, se preparan los compuestos de hexahidroftalimido de la tabla IX.

Tabla IX



LXXXVII



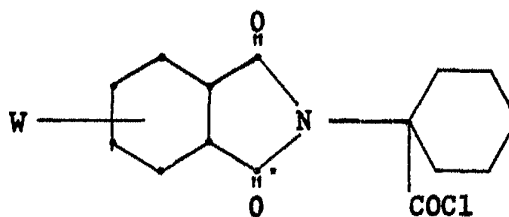
W	Disolvente	Método	Punto de Fusión °C
H	Tolueno	A	135 - 136
CH <sub>3</sub>	Xileno	A	92 - 97

EJEMPLO 20

Preparación de cloruros de 1-(hexahidroftalimido)ciclohexanocarbonilo

5. Utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo 2 pero empleando los ácidos indicados en la tabla IX en lugar de ácido 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico, se preparan los cloruros de ácido indicados en la tabla II. Estos cloruros de ácido fueron caracterizados solamente por su espectro infrarrojo y luego se convirtieron directamente las amidas indicadas en la tabla X.

Tabla X



LXXXVIII

W = H ó 4-CH<sub>3</sub>

EJEMPLO 21

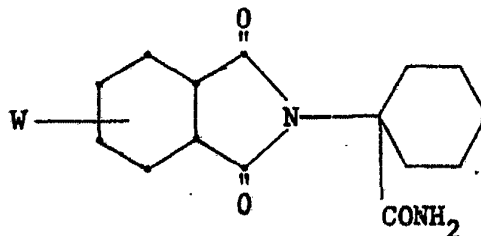
15. Preparación de 1-(hexahidroftalimido)ciclohexanocarboxamidas

20. Utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo 3 pero empleando los cloruros de ácido indicado en la tabla X en lugar de cloruro de 1-(3-cloronaftalimido)ciclohexanocarbonilo, se preparan las amidas indica-



das en la tabla XI.

Tabla XI



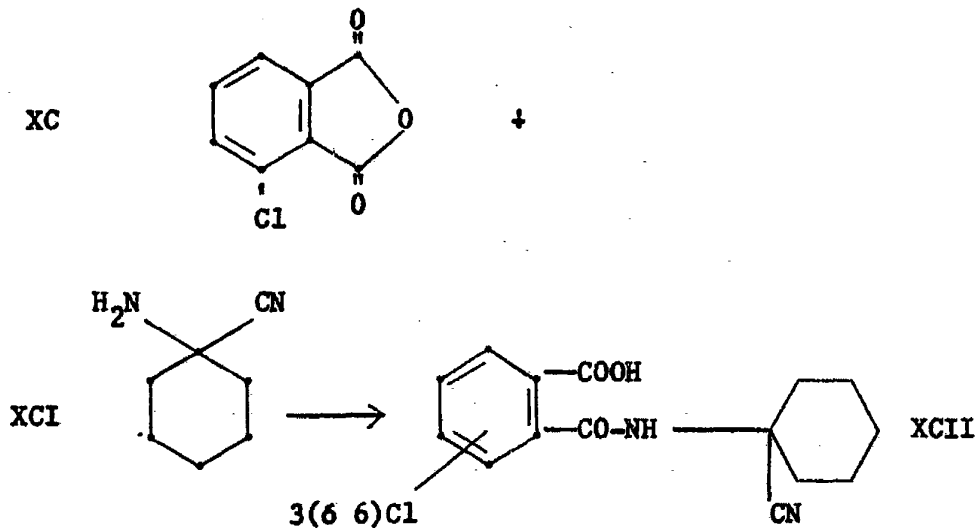
LXXXIX

<u>W</u>	<u>Punto de Fusión °C</u>	<u>No. Cl</u>
H	186-188	99.488
4-CH <sub>3</sub>	150-152	99.622

EJEMPLO 22

5.

Preparación de ácido 3(6 6)-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalámico



10.

Una mezcla que contenía 18,26 g. de anhídrido 3-cloroftálico y 12,4 g. de 1-aminociclohexanocarbonitrilo en 250 ml se calentó bajo reflujo durante 2 horas. La mezcla se enfrió y el producto sólido cristalino se separó por cristalización. El ácido 3(6 6)-cloro-N-(1-ciano-

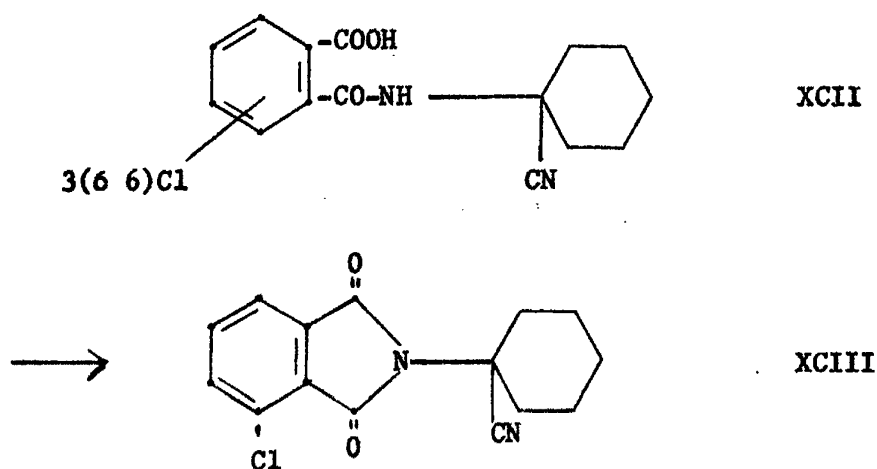


ciclohexil)-ftalámico puede recristalizarse con acetona/hexano para dar material analíticamente puro p.f. 154 - 155° C.

5. Similarmente, cuando anhídrido ftálico es sustituido por anhídrido 3-cloroftálico, se forma el producto, ácido N-(1-cianociclohexil)-ftalámico, p.f. 154,5 - 156° C.

EJEMPLO 23

Preparación de 3-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalimida



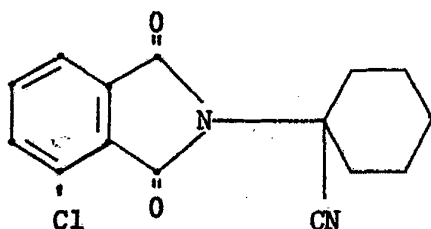
10. Una suspensión de 1,5 g. de ácido 3(6 6)-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalámico en 10 ml de anhídrido acético se calienta a reflujo durante 4 hr. El anhídrido se separa por evaporación bajo presión reducida para dejar un residuo cristalino. El residuo se recristaliza con isopropanol para dar 3-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalimida analíticamente pura, p.f. 153,5 - 154,5° C.

15. Similarmente, cuando se reemplaza ácido 3(6 6)-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalámico por ácido N-(1-cianociclohexil)-ftalámico se forma el producto, N-(1-cianociclohexil)-ftalimida, p.f. 115 - 116° C.
- 20.

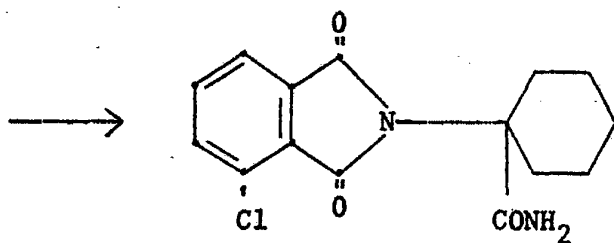


EJEMPLO 24

Preparación de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida



XCI

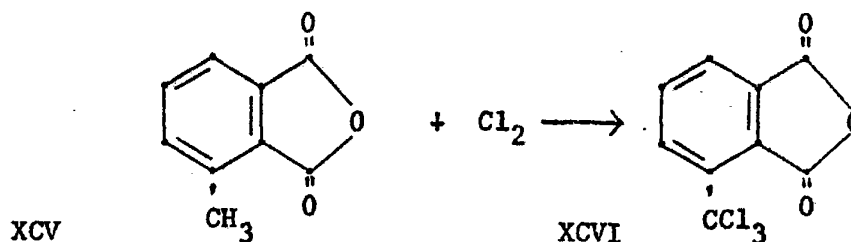


XCIV

5. A una solución que contenía 300 mgs de 3-cloro-N-(1-cianociclohexil)-ftalimida en 3 ml de cloruro de metileno se agrega, con agitación, 0,38 ml de ácido sulfúrico concentrado. Luego de 0,5 horas, se agrega hielo y la fase acuosa se extrae con cloroformo. La fase orgánica se lava con agua, se seca y se evapora para dar 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida que puede purificarse mediante recristalización con etanol acuoso, p.f. 193-194° C.
- 10.

EJEMPLO 25

Preparación de anhídrido 3-triclorometilftálico



XCV

XCVI

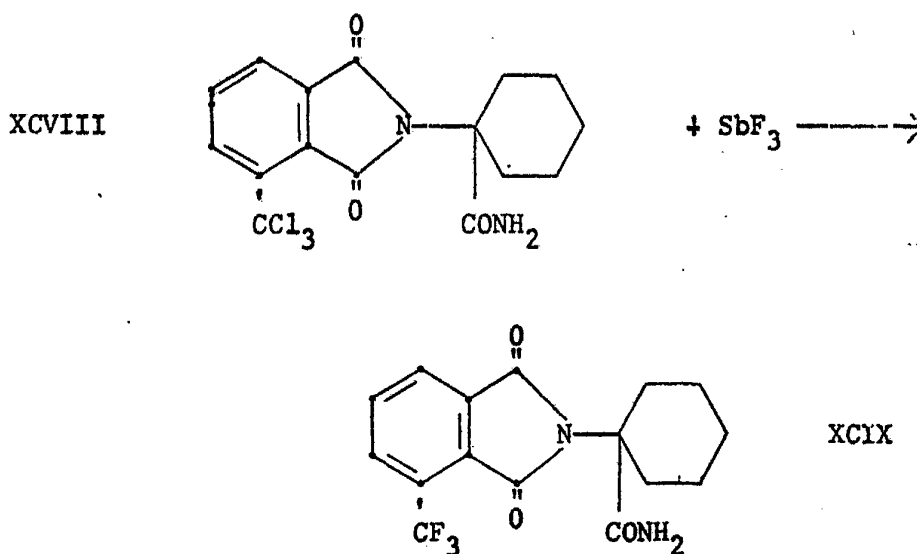




lución orgánica resultante se lava con agua y salmuera, se seca, y el disolvente se evapora dejando 7,29 g. de un sólido color castaño, p.f. 65-67° C.

EJEMPLO 27

5. Preparación de 1-(3-trifluormetilftalimido)ciclohexanocarboxamida



10. Se calientan juntamente pesos iguales del derivado de triclorometilo y trifluoruro de antimonio a 200° C con cierta cantidad de arena durante 1 hr. La mezcla se enfría, se agita con tolueno y agua, la mezcla se filtra y la fase orgánica se separa. La fase orgánica se lava con agua y salmuera, se seca y el disolvente se evapora para proporcionar el derivado de trifluormetilo que puede recristalizarse con nitrometano, p.f. 166-167° C.

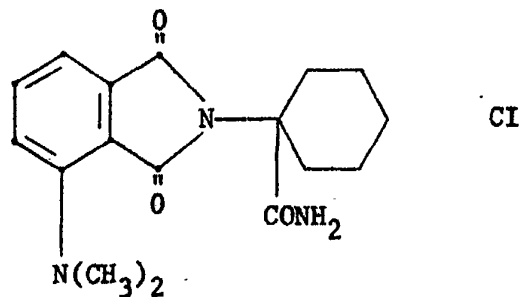
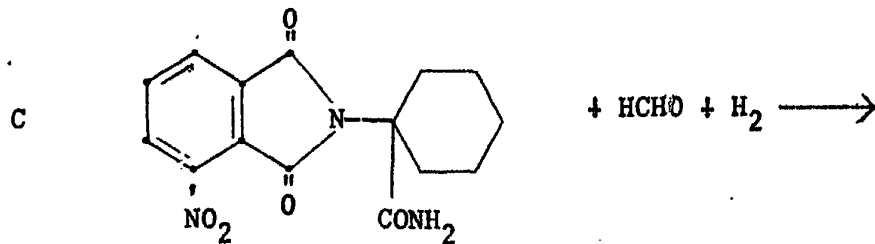
15.

Alternativamente, puede obtenerse el mismo producto a partir del anhídrido trifluormetilftálico utilizando los métodos descritos en los ejemplos 1-3.

EJEMPLO 28



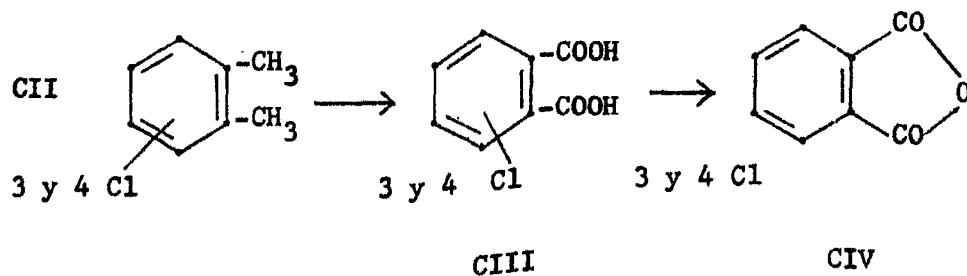
Preparación de 1-(3-dimetilaminoftalimido)ciclohexanocarboxamida

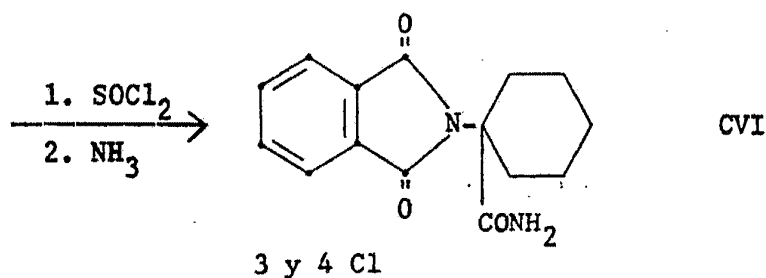
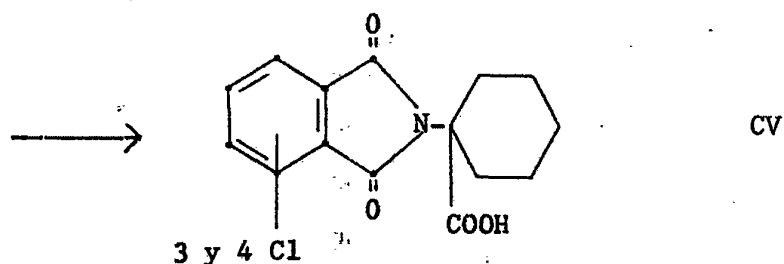


5. La alquilación reductiva de 1-(3-nitroftalimido)ciclohexanocarboxamida se lleva a cabo con formaldehído de hidrógeno en presencia de un catalizador de metal de platino a temperatura ambiente en etanol para dar el compuesto del encabezamiento, p.f. 166,5 -169° C.

EJEMPLO 29.

10. Preparación de una mezcla de 1-(2- y 4-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida





5. Una mezcla que contenía 14,0 g. de cloroxileno mezclado (aproximadamente 55 % de 4-cloroxileno y 45 % de 3-cloroxileno) en 400 ml de agua que contenía 69 g. de permanganato de potasio se calienta a reflujo durante 4 horas. La mezcla se filtra y el filtrado se acidifica con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado hasta un pH de 1. La evaporación del agua deja un residuo sólido que se extrae en una mezcla 1:1 de cloroformo:isopropanol. La evaporación del disolvente deja los ácidos 3- y 4-cloroftálicos mezclados, p.f. 115° C (descomp).

10. Los ácidos cloroftálicos mezclados se calientan en 50 ml de anhídrido acético durante 1 hr, el disolvente se elimina para dar los anhídridos 3- y 4-cloroftálicos mezclados, p.f. 52-66° C.

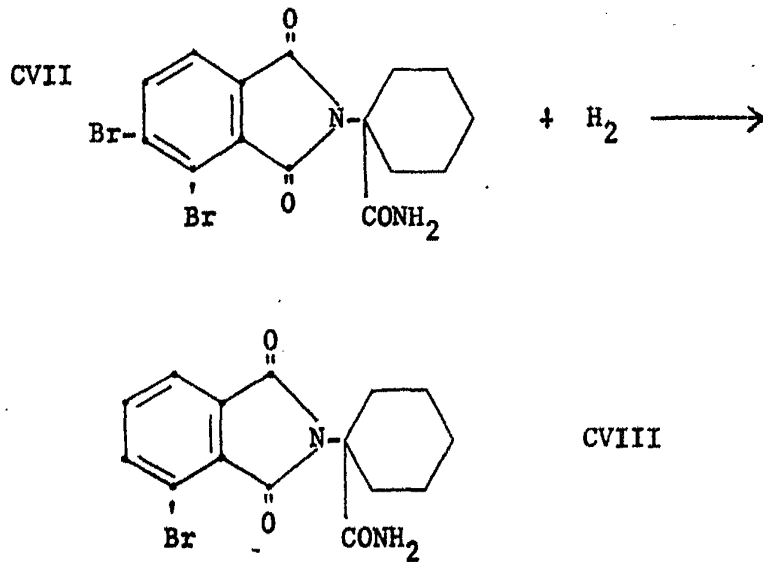
15. La condensación de los anhídridos mezclados con ácido 1-aminociclohexanocarboxílico, como se describe en el ejemplo 1, da los ácidos 1-(3- y 4-cloroftalimido)ciclohexanocarboxílico mezclados, p.f. 166-177° C, que,



5. cuando se hacen reaccionar con cloruro de tionilo, en benceno, como se describe en el ejemplo 2, proporcionan los cloruros mezclados de 1-(3- y 4-cloroftalimido)-ciclohexanocarbonilo como un aceite. La reacción de los cloruros de carbonilo precedentemente descritos con amoníaco, como se describe en el ejemplo 3, da la mezcla deseada del encabezamiento, p.f. 167-175° C.

EJEMPLO 30

Preparación de 1-(3-bromoftalimido)ciclohexanocarboxamida

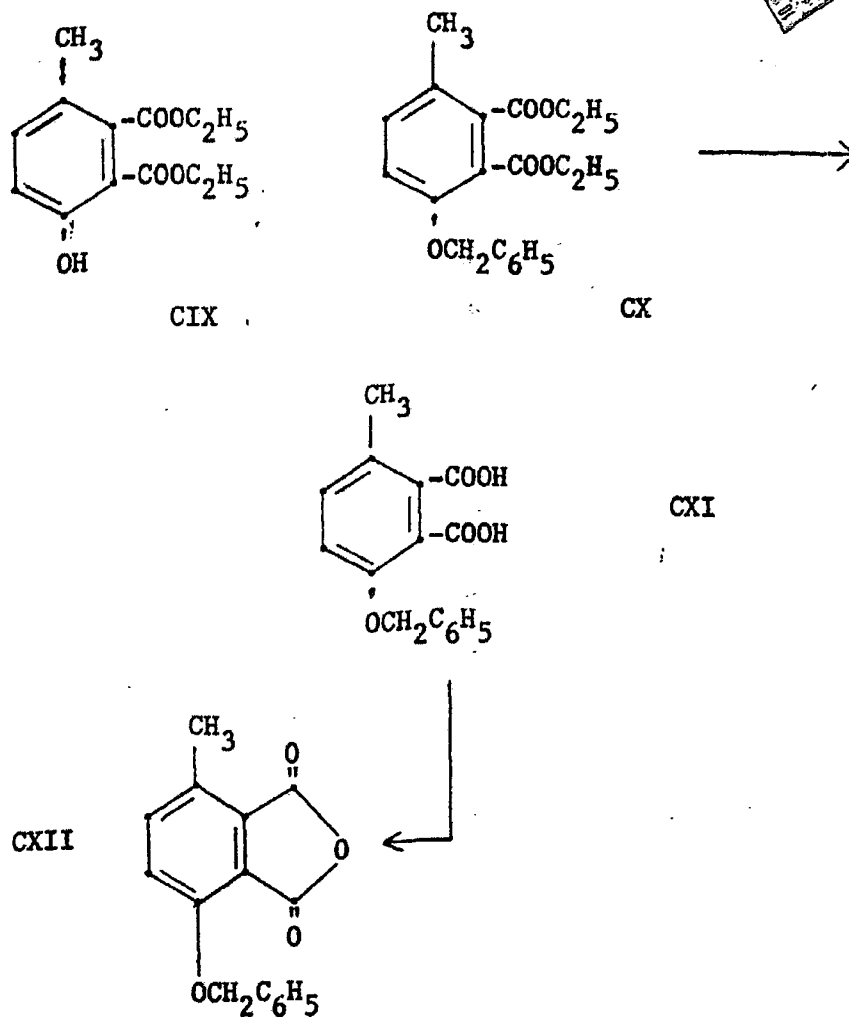


10. Una solución de 1-(3,4-dibromoftalimido)ciclohexanocarboxamida en ácido acético que contiene un equivalente de acetato de sodio, se reduce con hidrógeno, en presencia de paladio sobre carbón, para dar el producto 1-(3-bromoftalimido)ciclohexanocarboxamida, p.f. 199-200° C.

15.

EJEMPLO 31

Preparación de anhídrido 3-benzoiiloxi-6-metilftálico



5. A una solución agitada que contiene 25,2 g. de fenol en 250 ml de t-butanol seco, se agregó 11,2 g. de t-butóxido de potasio en una atmósfera de nitrógeno. Después de 15 minutos, se agregaron gota a gota 17,1 g. de bromuro de bencilo. La reacción se agita durante la noche y luego se vierte en agua y el producto se extrae con éter, El extracto se lava sucesivamente con agua, NaOH 2N frío, agua y salmuera, se seca y el solvente se evapora para dejar 32,9 g. de dietil 3-benciloxi-6-metil ftalato crudo.

10.

El éster crudo se calienta bajo reflujo du-

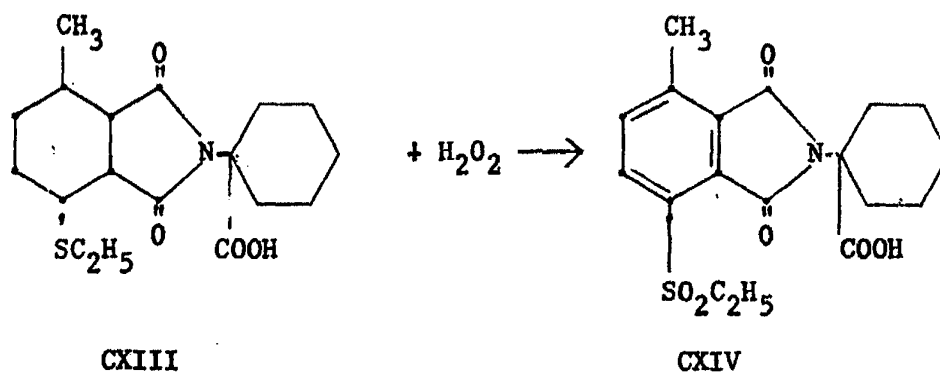


5. rante 3 horas en 150 ml de agua y 100 ml de etanol al 95 % que contiene 20 g. de NaOH. La mezcla se vierte en agua y el sólido resultante se separa por filtración, se lava con agua y se seca al aire para dar 24,4 g. de ácido 3-bencil-oxi-6-metil-ftálico.

10. El ácido ftálico crudo preparado precedentemente se calienta en 150 ml de anhídrido acético durante 2 horas. El disolvente se elimina bajo presión reducida y el residuo cristalino se recoge y se lava con éter. El anhídrido puede recristalizarse con nitrometano para dar una muestra analítica, p.f. 200-203° C.

EJEMPLO 32

Preparación de ácido 1-(3-(etilsulfonil)-6-metilftalimido)-7-ciclohexanocarboxílico



15. A una solución de 15,6 g. de peróxido de hidrógeno al 30 % en 15 ml de ácido acético se agregan 8,9 g. de sulfuro en 80 ml de ácido acético y la mezcla se calienta bajo reflujo durante 1,5 horas. El volumen de la solución se reduce en tres cuartos y el residuo se

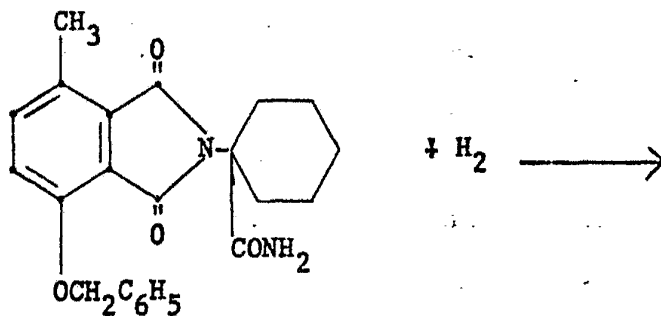
20. vierte en agua. El producto se extrae con éter, el extracto se lava con agua, la fase orgánica se seca y el solvente se evapora. El residuo se cristaliza con benceno para



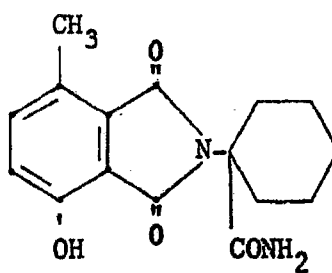
dar el derivado de etilsulfonilo con p.f. 152-153° C.

EJEMPLO 33

Preparación de 1-(2-hidroxi-6-metilftalimido)-ciclohexano-  
carboxamida



CXV



CXVI

5. Una solución que contenía 2,7 g. del éter ben-  
cílico en 100 ml de ácido acético se agita en una atmós-  
fera de hidrógeno en presencia de 2 g. de paladio sobre  
carbón al 5 %. La hidrogenación se completa en 20 minu-  
tos y el catalizador se separa por filtración y el filtra-  
do se evapora para dar 500 mg del producto. La torta de  
filtro se lava con dimetilformamida y el filtrado se vier-  
te en agua. El precipitado se separa por filtración, se  
lava con agua y se seca al aire para dar 800 mg adiciona-  
les del producto. La recristalización de las fracciones  
combinadas con ácido acético proporciona el producto ana-
- 10.
- 15.



líticamente puro, p.f. 265º C. (descomp).

EJEMPLO 34

Efectos de regulación del crecimiento de plantas de derivados de ftalimido en una variedad de especies de plantas

5. En estos ensayos, una mezcla 50/50 de agua/acetona con 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida se roció sobre una superficie de tierra de semillero de 929 cm<sup>2</sup> en cantidad suficiente para proveer 4,48 kilogramos por hectárea del compuesto activo. Luego se colocan semillas

10. de una variedad de plantas sobre la tierra tratada y se cubren con tierra no tratada hasta una profundidad de 2,54 cm. Los semilleros tratados luego se colocaron en bancos de invernadero, y se regaron y se mantuvieron de acuerdo con las prácticas de invernadero normales. Todos los ensayos se llevaron a cabo en duplicado y los semilleros no

15. tratados se utilizaron como controles.

Todos los semilleros se examinaron periódicamente y los resultados se observaron y se registraron. Las especies de plantas utilizadas se indican seguidamente en

20. la tabla XII junto con los tiempos de emergencia y la altura de la planta para dar especie. Todos los ensayos se completaron 28 días después de la plantación.

TABLA XII

25.	Algodón	Maiz (dulce)	Remolacha	Apio
	Guisante	Trigo	Soya	Pasto Sudanés
	Sorgo	Tomate	Alfalfa	Mani
	Nabo	Haba naval	Arroz	Cártamo
	Avena	Haba lima	Rábano	Repollo
	Pepino	Patata	Trébol de pata de pájaro	Haba saltadora
30.	Lino	Cebada	Zanahoria	Lechuga



TABLA XII Continuación

Tiempos de Emergencia

	Emergió en	Plantas tratadas
	3 días	Rábano y alfalfa
5.	4 días	cebada y soya, pepino, remolacha, pasto sudanés, trigo, nabo, guisante
	5 días	lino, maiz, cártamo, avena, haba naval, algodón, haba lima, repollo, haba saltadora, trébol de pata de pájaro
10.	6 días	sorgo, tomate, patata
	7 días	mani, lechuga, arroz, zanahoria
	12 días	apio
	Emergió en	Plantas de control
15.	6 días	Algodón, soya
	7 días	haba naval, haba saltadora
	8 días	tomate
	10 días	patata
	15 días	apio

20. Las plantas restantes emergieron en el mismo momento que las plantas tratadas.

ALTURA OBSERVADA DE LAS PLANTAS 28 DIAS DESPUES DEL TRATAMIENTO.

Plantas 50 % o más altas que los controles

25.	Patata	Soya	Avena	Remolacha
	Lechuga	Pepino	Arroz	algodón
	Haba lima	Trigo	maiz	lino
	Haba saltadora	cebada	tomate	nabo



TABLA XII Continuación

Plantas 25 % ó 50 % más altas que los controles

	Rábano	Pasto sudanés	Sorgo
	Zanahoria	Repollo	Haba naval
5.	cártamo	Guisante	maní

Plantas aproximadamente de la misma altura que los controles

	Alfalfa	Trébol de pata de pájaro	Apio
--	---------	--------------------------	------

EJEMPLO 35

10. Efecto de regulación del crecimiento de plantas de derivados de ftalimido sobre tabaco de Xanthia

En este ensayo, plantas de tabaco no cubiertas de aproximadamente una altura similar se tratan con mezclas de 50/50 acetona/agua que contienen 100 ppm, 200 ppm, ó 400 ppm de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida y luego se colocan en bancos de invernadero. Todos los tratamientos se duplican 4 veces y se utilizan plantas no tratadas como controles. 28 días después del tratamiento, todas las plantas se examinan y se miden.

15. Los datos obtenidos se registran seguidamente en la tabla XIII, donde puede apreciarse que las plantas tratadas con 100 ppm del compuesto de ensayo tienen una ganancia de 18 % con respecto a los controles y aquellas tratadas con 200 ppm y 400 ppm muestran ganancias de 28 % y 50 %, respectivamente, con relación a los controles.

25. 5 semanas después del tratamiento, las plantas más altas y más cortas de cada tratamiento se cortan y se pesan y se determina el peso promedio por tratamiento. De estos datos, puede apreciarse que la ganancia porcentual de las plantas tratadas respecto a los controles no tratados es del 30 % al 70 %. Los pesos en seco de las

30.



2 plantas del medio en las 4 réplicas se toman 9 semanas después del tratamiento y muestran un aumento de 12 % a 54 % respecto a los controles no tratados. Estos datos se dan seguidamente en la tabla XIII.

5.

TABLA XIII

Tabaco de Xanthia

Compuesto	Altura en centímetros a regímenes de:			
	400 ppm 16mg/planta	200 ppm 8mg/planta	100 ppm 4mg/planta	Control Acetona/ agua 50/50
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida				
Réplica I	87,9	71,1	62,2	58,4
II	83,8	71,1	68,6	58,4
III	83,8	76,2	73,7	66,1
IV	94,0	81,3	72,4	50,8
Promedio	87,5	75,0	69,2	58,4

Compuesto	Ganancia % respecto a controles a regímenes de:		
	400 ppm	200 ppm	100 ppm
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida	+50 %	+28 %	+18 %

Compuesto	Peso húmedo en gramos de dos réplicas (la más alta y la más corta) a régi- menes de tratamiento de:			Control Acetona/ agua 50/50
	400 ppm	200 ppm	100 ppm	
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida				
Réplica I	111	84	100	75
II	151	114	115	77
Promedio	131	99	107,5	76



TABLA XIII Continuación

Tabaco de Xanthia

Compuesto	Ganancia % respecto a controles en peso en húme- do a regimenes de:		
	400 ppm	200 ppm	100 ppm
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida	+72 %	+30 %	+41 %

Las plantas tratadas fueron más altas que las plantas no tratadas, pero no tenían mas hojas. Los espacios internodales eran alargados, sin embargo los tallos no parecían mas delgados que los controles.

Compuesto	Pesos secos en gramos de dos répli- cas (dos plantas del medio) a ré- gimenes de tratamiento de:			Control Acetona/agua 50/50
	400 ppm	200 ppm	100 ppm	
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida	31,5	23	26,5	20,5

Compuesto	Ganancia % respecto a controles en peso en seco a regimenes de:		
	400 ppm	200 ppm	100 ppm
1-(3-clorof- talimido)ci- clohexanocar- boxamida	+53,6 %	+12,2 %	+29 %

EJEMPLO 36

Tratamiento de semillas para mejorar los pesos frescos y pesos secos de plantas

5.

En estos ensayos, se sumergen semillas de maiz de campo (DeKalb XL-45) durante 2 horas en agua en una solución acuosa que contiene 10 ppm, 100 ppm ó 1000 ppm de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida. Luego de este tratamiento, las semillas se plantan, cinco por tiesto, en tiestos plásticos de 12,7 centímetros y se colocan en



un invernadero donde se cuidan de acuerdo con procedimientos comunes de invernadero.

Tres semanas después del tratamiento, todas las plantas se miden, se cosechan y se pesan. Luego de pesar, las plantas cosechadas se secan y se determinan los pesos en seco de cada tratamiento. Los datos obtenidos se dan a continuación en la tabla XIV, donde puede apreciarse que se obtiene aproximadamente 20 % a 36 % de aumento en altura, 15 % a 28 % en aumento en peso fresco, y 5 % a 21 % en aumento en peso seco de las plantas tratadas.

TABLA XIV

TRATAMIENTO DE SEMILLA PARA MEJORAR EL PESO FRESCO, ALTURA Y PESO EN SECO DE MAIZ DE CAMPO

Compuesto de ensayo: 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida

Regímenes de tratamiento	Peso fresco de partes inferiores en gramos			Peso en seco de partes superiores en gramos		
	Réplica I	Réplica II	Réplica III	Réplica I	Réplica II	Réplica III
	0 ppm	14,8	19,5	20,1	1,70	2,05
10 ppm	20,9	21,3	20,8	2,00	2,02	1,94
100 ppm	22,0	24,5	21,9	2,18	2,21	2,18
1000 ppm	23,2	25,3	21,5	2,24	2,26	2,33

Regímenes de tratamiento	Altura (cm) hasta 2ª hoja			Altura total (cm)		
	Réplica I	Réplica II	Réplica III	Réplica I	Réplica II	Réplica III
	0 ppm	9	9	9	30	37
10 ppm	10	12	10	38	41	37
100 ppm	10	13	11	39	42	40
1000 ppm	12	13	12	43	45	42



TABLA XIV Continuación

TRATAMIENTO DE SEMILLA PARA MEJORAR EL PESO FRESCO, ALTURA Y PESO EN SECO DE MAIZ DE CAMPO

Compuesto de ensayo: 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida

Regímenes de tratamiento	peso fresco promedio de 3 réplicas	Cambio % peso en seco promedio de 3 réplicas
0 ppm	-	-
10 ppm	+15	+5
100 ppm	+26	+16
1000 ppm	+28	+21

Regímenes de tratamiento	segunda hoja	Cambio % Promedio total
0 ppm	-	-
10 ppm	+19	+18
100 ppm	+25	+21
1000 ppm	+36	+30

EJEMPLO 37

Efectos de regulación en el crecimiento de plantas de derivados de ftalimido

5. En estos ensayos, semillas y partes de semillas de tomate y patata, respectivamente, se colocan en hileras en una superficie de tierra en semilleros. Se aplica un rocío, de 50/50 de acetona/agua que contiene el compuesto de ensayo sobre la semilla y la superficie de tierra en cantidad suficiente para proveer 0,56, 1,12, 2,24, 4,48 kilogramos por hectárea del compuesto de ensayo. La semilla se cubre con aproximadamente 1,27 cm de tierra no tratada y se riega. Los semilleros se colocan en bancos de invernadero y se cuidan de acuerdo con prácticas de invernadero. Tres semanas después del tratamiento, los semi-
- 10.



llos se examinan y se determinan la altura y el peso fresco de las plantas de tomate y batata. El número de tallos en las plantas de patata también se cuenta dado que el número de tallos por planta es un indicio del número de patatas que se fijarán. Los datos obtenidos se registran a continuación en la tabla XV.

TABLA XV

EFFECTOS DE REGULACION DEL CRECIMIENTO DE PLANTAS DE COMPUESTOS DE ENSAYO

10.

COMPUESTO	TOMATE			PATATA		
	Régimen kg/Ha	Altura cm	Gr. 5 plantas	Altura cm	Número de ta- llos	Peso fresco gm
Cloruro de 2- /1-(3-clorofta- límido)-ciclohe- xilcarbonil-1, 1,1-trimetilhi- drazinio	0,56	11	8	20	24	109
	1,12	12	9	21	23	124
	2,24	11	9,5	21	21	130
	4,48	11	10,5	25	21	181
1-(3-clorftali- mido)-ciclohexa- nocarboxamida	0,56	17	17	32	16	134
	1,12	--	--	33	13	109
	2,24	17	15,5	34	25	147,5
	4,48	16	10,5	36	19	104
α-(3-clorofta- límido)-α-metil- -α-150 propil- acetamido	0,56	11	10	23	19	145
	1,12	10	9,5	21	9	85,5
	2,24	7	3	19	7	30
	4,48	6	1,5	13	2	22
1-(3-cloroftali- mido)-ciclohep- tanocarboxamida	0,56	8	7	22	19	155
	1,12	8	8,5	18	13	65,5
	2,24	11	14,5	20	21	122
	4,48	6	4	22	22	145
Acido 1-(3-clo- roftalímido)-2, 2-dimetilhidra- zida ciclohexa- nocarboxílico	0,56	11	12,5	19	18	153
	1,12	12	13	19	15	137
	2,24	12	14,5	21	19	179
	4,48	12	14,5	24	12	123,5
Acido 1-(3-clo- roftalímido)-ci- clopentanocarbo- xilico	0,56	12	16,5	18	14	113,5
	1,12	11	14	18	19	95,5
	2,24	12	12	20	26	149,5
	4,48	10	12	18	20	139,0



TABLA XV Continuación

EFFECTOS DE REGULACION DEL CRECIMIENTO DE PLANTAS DE COMPUESTOS DE ENSAYO.

Compuesto	TOMATE			PATATA		
	Régimen kg/Ha	Altura cm	Gt. 5 plantas	Altura cm	Número de tallos	Peso fresco gm
$\alpha$ -(3-cloroftalimido)- $\alpha$ -isobutil- $\alpha$ -metilacetamido	0,56	15	14,5	17	16	84,5
	1,12	15	17,5	24	19	188
	2,24	15	13,0	24	16	98,5
	4,48	13	11,0	26	20	177
Acido 1-(3-nitroftalimido)-ciclohexanocarboxílico	0,56	12	12,5	25	17	146,5
	1,12	13	10,0	22	18	182,5
	2,24	13	12,5	27	13	170,5
	4,48	15	13,0	21	11	150,5
$\alpha$ -(3-nitroftalimido)- $\alpha$ -isobutil- $\alpha$ -metilacetamida	0,56	14	15,0	23	26	182
	1,12	10	11,5	20	21	141
	2,24	11	11,5	21	16	117
	4,48	9	7,5	23	19	174
Etil éster de ácido 1-(3-cloroftalimido)-ciclohexanocarboxílico	0,56	10	11,5	22	20	152
	1,12	7	7,0	21	17	144
	2,24	12	10,0	23	15	143
	4,48	10	8,5	22	13	98
N,N-dimetil-1-(3-nitroftalimido)ciclohexanocarboxamida	0,56	8	6	19	19	135,5
	1,12	9	9,5	23	18	192
	2,24	12	11,0	23	13	141
	4,48	11	9,5	21	29	160,5
1-(3-cloroftalimido)-N,N-dimetil ciclohexanocarboxamida	0,56	13	12,0	22	19	138
	1,12	12	12,5	18	19	119
	2,24	10	8,5	21	17	159
	4,48	10	12,5	21	15	145
1-(3-nitroftalimido)-ciclohexanocarboxamida	0,56	13	13,0	20	18	169
	1,12	11	13,5	18	14	111,5
	2,24	12	13,0	20	22	152
	4,48	10	10,0	19	21	132,5
1-(3-cloroftalimido)-ciclohexanocarboxamida	0,56	14	14,5	26	27	212
	1,12	11	9,5	23	17	124,5
	2,24	12	12,0	30	23	204
	4,48	12	11,5	32	15	140
Acido 1-(3-cloroftalimido)-cicloheptanocarboxílico	0,56	10	7,5	19	18	142,5
	1,12	10	7,0	24	15	197
	2,24	11	10,0	20	17	121,5
	4,48	10	13,5	25	18	184



TABLA XV Continuación

EFFECTOS DE REGULACION DEL CRECIMIENTO DE PLANTAS DE COMPUESTOS DE ENSAYO.

COMPUESTO	TOMATE			PATATA		
	Régimen kg/Ha	Altura cm	Gr. 5 plantas	Altura cm	Número de tallos	Peso fresco gm
Acido 1-ftalimidociclohexanocarboxílico	0,56	13	18,0	11	14	62
	1,12	12	9,5	22	13	111
	2,24	12	14,0	24	13	111
	4,48	11	10,5	23	13	142,5
1-ftalimidociclohexanocarboxamida	0,56	7	6,0	22	14	80,5
	1,12	6	5,0	24	16	148,5
	2,24	10	9,0	20	17	75,5
	4,48	10	7,0	26	17	76,5
1-ftalimidoclopentanocarboxamida	0,56	10	11	13	14	33,5
	1,12	8	7,5	19	17	118,5
	2,24	11	11,5	27	22	121,5
	4,48	10	10,0	28	14	135,5
<u>Controles</u>						
Promedio de 6 réplicas 3 agua y 3 acetona/agua	-	10,6	12	19,5	17,3	122,6

EJEMPLO 38

Efecto de 1-(2-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida en patatas

5. En estos ensayos, partes de semillas de patatas se colocan en la superficie de tierra en semilleros profundos de aproximadamente 1858 centímetros cuadrados y se rocían con una solución acuosa de compuestos en ensayo en una mezcla de 50/50 acetona/agua. Las aplicaciones son suficientes para proveer de 0 4,48 kilogramos por hectárea de compuesto activo, y luego de rociar las partes de las semillas se cubren con tierra. Los semilleros se colocan en el invernadero y se cuidan de acuerdo con procedi-
- 10.



5. mientos normales de invernadero. Ocho semanas después del tratamiento, las plantas con raíces y tubérculos se cosechan y se examinan. De los datos obtenidos, que se registran seguidamente en la tabla XVI, puede apreciarse que los retoños de las plantas tratadas son más altos, más fuertes y pesan más que los controles no tratados. El número de retoños aumenta 16 % a 33 %, las raíces son más pesadas, y el número de tubérculos iniciados es superior.

TABLA XVI

10. RENDIMIENTO DE PATATA

Compuesto utilizado en estos ensayos

1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida

Tratamiento Ppm	Retoños		Tubérculos número	Raíces gramos
	Número	Altura Peso gm		
control	6	41 126,2	9	77,2
10	6	49 147,8	9	100,5
100	7	48 123,0	10	91,1
1000	7	64 134,6	9	101,0
10000	8	96 138,4	19	118,7
control	5	51 111,2	8	82,7
10	7	52 144,2	11	123,5
100	6	56 119,0	9	83,7
1000	8	73 155,4	15	108,8
10000	8	100 181,8	22	106,7

EJEMPLO 39

Mejorada resistencia de tallo en tabaco de Xanthia y efecto sobre la altura de las plantas y el número de hojas

15. En los siguientes ensayos, plantas de tabaco de Xanthia de aproximadamente dos meses y que se desarrollan en tiestos individuales se tratan en la primera flo-



5. ración con una mezcla 50/50 de agua/acetona que contiene 100 ppm. a 1600 ppm ó 800 ppm a 3200 ppm. de 1-(3-clorof-talimido)ciclohexanocarboxamida. Un mes después del trata-  
 miento, las plantas se examinan y los tallos se cosechan para determinar los pesos seco de los mismos o el número de hojas se cuentan y las plantas se miden. Los datos obtenidos se proveen seguidamente en la tabla XVII.

TABLA XVII

Tabaco de Xanthia

10.

Compuesto	Pesos en seco de tallos de tabaco en gramos (4 réplicas)					Control
	1600 ppm	800 ppm	400 ppm	200 ppm	100 ppm	0
1-(3-clorof-talimido)ciclohexanocarboxamida	74	86	87	83	83	72,6
Ganancia %	1,9%	18,4%	19,8%	14%	14%	-

Compuesto	3200 ppm		1600 ppm		800 ppm	
	altura cm	número de hojas	altura cm	número de hojas	altura cm	número de hojas
1-(3-clorof-talimido)ciclohexanocarboxamida	191	47	198	50	138	45

Control 0	
Altura cm.	número de hojas
97,5*	43*
107**	48**

\* réplica I

\*\* réplica II



EJEMPLO 40

Efectos de derivados de ftalimida en plantas de patatas

- En estos ensayos, se preparan mezclas 50/50 de agua/acetona que contienen de 0 a 10.000 pp, de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida. Partes de semillas de patatas (variedad superior) se sumergen durante 1 a 5 minutos en la solución seleccionada y luego se plantan en semilleros y se colocan en invernaderos. Las plantas se cuidan de acuerdo con procedimientos normales de invernadero, y dos meses después del tratamiento las plantas se examinan. Se cuenta el número de retoños y tubérculos desarrollados y también se determinan la altura y el peso de los retoños y el peso de la raíz. Estos datos se registran a continuación en la tabla XVIII, donde puede apreciarse que hay un aumento de 22 % a 60 % del número de retoños, un aumento de 2 % a 134 % en la altura de los retoños, hasta un aumento del 63 % en el peso de los retoños, hasta un aumento de 170 % en el número de tubérculos, y hasta el 53 % de aumento en el peso de la raíz.
- 5.
- 10.
- 15.



TABLA XVIII

Efecto de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida sobre tubérculo de patata bañada.

Tratamiento	Número de retoños					Altura de retoños cm.				
	Réplica			promedio	mas o menos %	Réplica			promedio	mas o menos %
	I	II	III			I	II	III		
* A-1	7	5	6	6	-	33	42	48	41	-
A-2	7	5	10	7,3	+22%	50	50	48	49	+19 %
A-3	6	7	9	7,3	+22%	50	48	46	48	+17%
A-4	9	6	7	7,3	+22%	60	68	65	64	+56%
A-5	8	9	7	8	+33%	90	90	110	96	+34%
B-1	6	4	5	5	-	46	56	50	50	-
B-2	8	8	6	7,3	+46%	50	50	55	51	+2%
B-3	7	9	6	7,3	+46%	53	55	58	55	+10%
B-4	10	9	6	8,3	+66%	73	83	65	73	+46%
B-5	7	9	8	8	+60%	94	100	105	99	+98%

\* Concentraciones: 1 = 0 ppm.

2 = 10 ppm.

3 = 100 ppm.

4 = 1.000 ppm.

5 = 10.000 ppm.

Duración de baño A = 1 minuto

Duración de baño B = 5 minutos



TABLA XVIII Continuación

Efecto de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida sobre tubérculo de patata bañada.

Tratamiento	Peso de altura (g)				
	Réplica			promedio	más o menos %
	I	II	III		
*A-1	116,8	126,2	135,6	126,2	-
A-2	153	136,7	153,5	147,7	+ 16 %
A-3	130	109,7	128,2	122,6	- 4 %
A-4	134,5	139,8	129,3	134,5	+ 4 %
A-5	165,4	161,3	88,0	138,2	+ 9 %
B-1	111,2	105,5	116,8	111,1	-
B-2	154	130	148,6	144,2	+ 29 %
B-3	118,7	106,8	141,4	122,3	+ 9 %
B-4	147,1	174,1	145	155,4	+ 39 %
B-5	177,3	181,5	186,5	181,7	+ 63 %

\* Concentraciones: 1 = 0 ppm.

2 = 10 ppm.

3 = 100 ppm.

4 = 1.000 ppm.

5 = 10.000 ppm.

Duración de baño A = 1 minuto

Duración de baño B = 5 minutos



TABLA XVIII Continuación

Efecto de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida sobre tubérculo de patata bañada.

Tratamiento	Número tubérculo				
	Réplica			promedio	mas o menos %
	I	II	III		
<sup>x</sup> A-1	10	10	8	9,3	-
A-2	5	13	9	9	- 4 %
A-3	14	9	8	10,3	+ 7 %
A-4	7	7	15	9,6	+ 3 %
A-5	11	27	20	19,3	+ 107 %
B-1	9	9	6	8	-
B-2	11	9	12	10,6	+ 32 %
B-3	10	6	10	8,6	+ 7 %
B-4	16	19	10	15	+ 87 %
B-5	15	32	18	21,6	+ 170 %

x Concentraciones: 1 = 0 ppm.

2 = 10 ppm.

3 = 100 ppm.

4 = 1.000 ppm.

5 = 10.000 ppm.

Duración de baño A = 1 minuto

Duración de baño B = 5 minutos



TABLA XVIII Continuación

Efecto de 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida sobre tubérculo de patata bañada.

Tratamiento	Peso de raíz (g)				
	Réplica			promedio	mas o menos %
	I	II	III		
*A-1	69,5	75,3	86,7	77,1	-
A-2	132,6	82,3	86,3	100,5	+ 30 %
A-3	115,3	81,3	76,6	91,0	+ 18 %
A-4	111,2	103,4	88,4	101,0	+ 31 %
A-5	104,7	129	122,4	118,7	+ 53 %
B-1	-	78,7	86,4	82,5	-
B-2	101,4	195,7	83,3	126,8	+ 53 %
B-3	86,5	67,8	96,8	83,7	+ 1 %
B-4	104,8	122	99,6	108,8	+ 31 %
B-5	86,1	94,1	140	106,7	+ 29 %

\* Concentraciones: 1 = 0 ppm.

2 = 10 ppm.

3 = 100 ppm.

4 = 1.000 ppm.

5 = 10.000 ppm.

Duración de baño A = 1 minuto

Duración de baño B = 5 minutos



EJEMPLO 41

Efecto de derivados de ftalimida en plantas de madera

- En estos ensayos, plantas de madera *Euonymus* en reposo que se desarrollan en tiestos individuales se
5. tratan con soluciones 50/50 de agua/acetona que contienen cantidades suficientes de la ftalimida de ensayo para proveer 0,56 ó 16,80 kilogramos por hectárea de la misma. Las ftalimidias utilizadas son 4-cloro- $\alpha$ -isobutil- $\alpha$ -metil-1,3-dioxo-2-isindolinacetamida y 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida, y la aplicación se hace como un baño
10. para la tierra. Las plantas se miden y se cuenta el número de ramas al ser tratadas. Dos meses después del tratamiento, las plantas nuevamente se miden y se cuenta el número de ramas. Los datos obtenidos se registran a continuación en la tabla XIX donde puede apreciarse que hay un
15. aumento del 10 % al 55 % en el desarrollo líder y un aumento del 23 % al 54 % del número de ramas en las plantas tratadas.



TABLA XIX

Efecto de 4-cloro- $\alpha$ -isobutil- $\alpha$ -metil-1,3-dioxo-2-isoin-  
dolinacetamida y 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida  
sobre Euonymous.

Compuesto	régimen kg/Ha	Altura lider en cm al tratamiento				número de ramas al tratamiento			
		Réplica				Réplica			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV
1-(3-clorofta- limido)ciclo- hexanocarboxa- mida	16,8 5,6	24	21,5	37	41	6	9	2	2
		21,5	25,5	32	38	3	6	6	2
4-cloro- $\alpha$ - isobutil- $\alpha$ - metil-1,3-dio- xo-2-isoin- dolinacetamida	16,8 5,6	19,5	21,5	43,5	28	6	5	5	7
		21,5	24	31	38	4	10	3	3
control	0	39,5	39,5	23,5	23	4	6	6	6
control	0	28	21,5	16,5	24	7	14	2	4

Lider-crecimiento adicional en cm.				Número de ramas				Promedio % crecimiento de Lider 4 réplicas	Promedio % aumento en número de ramas
Réplica				Replica					
I	II	III	IV	I	II	III	IV		
17	21	8	23	9	9	4	4	+ 55 % + 31 %	+ 36 % + 23 %
9	9	12	7	4	7	7	3		
2	4	2	4	8	6	10	8	+ 10 % + 18 %	+ 40 % + 54 %
4	8	2	7	5	11	9	6		
0	0	0	0	4	6	6	6	0 %	0 %
0	0	0	0	7	14	2	4	0 %	0 %



EJEMPLO 42

Efecto de derivados de ftalimido en la fijación de vaina en plantas de soya

5. En estos ensayos, se plantan plantas de soya (cv Corsoy) en tiestos individuales y se tratan con mezclas 50/50 de agua/acetona que contiene de 0 a 2,24 kilogramos por hectárea de la ftalimida activa, 1-(3-cloroftalimido)ciclohexanocarboxamida. Los tiestos luego se colocan en el invernadero y se cuidan de manera usual. Dos meses después del tratamiento, las plantas se examinan; para cada planta se determina la altura de fijación de la primera vaina por encima del suelo. De los datos obtenidos, puede apreciarse en la tabla XX que la altura de la fijación de la primera vaina de plantas tratadas es de 10 a 22 centímetros por encima de dichas plantas no tratadas.

TABLA XX

Compuesto	Régimen kg/Ha	cm. sobre el suelo de adhesión de primera cápsula
0	--	12 cm
20. 1-(3-cloroftalimido) -ciclohexanocarboxa- mida	1,12	20 cm
	2,24	32 cm

EJEMPLO 43

25. Evaluación de ftalimidias con respecto a la actividad de regulación del crecimiento de plantas

30. En estos ensayos, se llenan recipientes hasta 1,27 cms de la parte superior con tierra en tiesto de invernadero, se apisona, y se colocan en cada tiesto tres plantas de soya Amsoy. El tiesto se llena hasta la parte superior con tierra en donde semillas de cañuela de Ken-



tucky 31 han sido mezcladas en una cantidad suficiente para proveer cada tiesto con aproximadamente 625 semillas de cañuela.

5. Para preparar los compuestos de ensayo, se colocan 20 mg del compuesto en una botella de vidrio de boca amplia de 56 gramos y se disuelven o se dispersan en una mezcla 50/50 de acetona/agua suficiente para preparar una solución o suspensión de 1.000 ppm.

10. Una adición de 5 ml de la solución de 1.000 ppm en cada copa es equivalente a 11,2 kilogramos por hectárea. Justo antes de la aplicación de los compuestos, los tiestos de ensayo se riegan levemente para evitar la formación de cavidades de aire y conductos durante la aplicación que podrían evitar una distribución uniforme del compuesto de ensayo en la tierra. La aplicación se obtiene suministrando 5 ml de la solución o suspensión uniformemente sobre la superficie de la tierra con una pipeta. Se realizan tres réplicas para cada compuesto.

15. El ensayo se lleva a cabo semanalmente. Cada ensayo incluye 5 ml de controles de 1:1 de acetona:agua, 5 ml de controles de agua como una norma para comparación de la actividad de ensayo a ensayo. Las plantas tratadas se colocan en bancos en el invernadero y se siguen prácticas normales de riego. Se mantienen temperaturas mínimas de día y de noche de 18,3° C durante las partes más frescas del año. Cambios de temperatura diarios normales tienen lugar durante la estación de verano. Los datos obtenidos se registran a continuación en la tabla XXI.

Registro de Datos

20. Las observaciones iniciales se hicieron 3 a 5



5. días después del tratamiento durante la germinación temprana de ambas especies. Los cambios fisiológicos o morfológicos respecto a lo normal se anotan durante el periodo de ensayo. Las observaciones finales se hacen dos a tres semanas después del tratamiento (dependiendo del tiempo del año). En este momento, se hacen mediciones de la altura de las plantas de ambas especies. De estas mediciones se calculan los aumentos o las reducciones porcentuales en comparación con las plantas de control.

10.

TABLA XXI

Preemergencia con 11,2 kg/Ha

AUMENTO O REDUCCION % EN ALTURA COMPARADA CON CONTROL

Compuesto	SOYA		CAÑUELA	
	Primera medición	Ultima medición	Primera medición	Ultima medición
1-ftalimidociclohexanocarboxamida	-	58 GT*	-	46 GT
$\alpha$ -(3-cloroftalimido)- $\alpha$ -isopropil- $\alpha$ -metilacetamida	28	36 F	38	36 F
$\alpha$ -(3-cloroftalimido)- $\alpha$ -isobutil- $\alpha$ -metilacetamida	N	N	21	15
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)	73(7-10)	73(7-21)	51	49
ciclopentanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)	N	corte	24	10
ácido ciclohexanocarboxílico, 1-ftalimido-	-13	corte	-33	-31
ciclopentanocarboxamida, 1-ftalimido-	-	23 GT	-	17 GT
cicloheptanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)-	-	NGD	-	41 GD



TABLA XXI Continuación

Compuesto	SOYA		CAÑUELA	
	Primera medición	Ultima medición	Primera medición	Ultima medición
ácido ciclohexano-carboxílico, 1-(3-cloroftalimido)-2, 2-dimetilhidrazida	-	N	-	11
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)-N-metil	29	-	25	-
cicloheptanocarboxamida, 1-(3-metilftalimido)-	24	-	53	6
cicloheptanocarbox-p-anisidida, 1-(3-metilftalimido)	N	-	33	-
ácido cicloheptanocarboxílico, 1-(3-metilftalimido)-, 2,2-dimetilhidrazida	N	-	29	-
ácido cicloheptanocarboxílico, 1-(3-metilftalimido)-, metil éster	-20	-	17	1
ácido ciclohexanocarboxílico, 1-(3-acetamidofthalimido)-	14	-	22	-
ciclopentanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)-N-metil-	N	-	32	-
ciclopentanocarboxamida, 1-(4-cloroftalimido)-	31	-GT	35	-GT
ciclohexanocarboxamida, 1-(4-metilftalimido)-	31	-GT	50	-GT
ciclohexanocarboxanilida, 4'-cloro-1-(4-metilftalimido)	N	-	25	-
ciclohexanocarboxi-otoluidida, 3'-cloro-1-(4-metilftalimido)-	11	1	28	-
ácido ciclohexanocarboxílico, 1-(4-metilftalimido)-2,2-dimetilhidrazida	16	-	25	1



TABLA XXI Continuación

Compuesto	SOYA		CAÑUELA	
	Primera medición	Última medición	Primera medición	Última medición
ácido ciclopentano-carboxílico, 1-(4-metilftalimido)-	11	-	21	-
ciclopentanocarboxamida, 1-(3-cloroftalimido)-N,N-dimetil-	19	-	19	-
ciclohexanocarboxim-toluidida, 4'-cloro-1-(3-cloroftalimido)- $\alpha, \alpha, \alpha$ -trifluor-	23	-	26	-
ciclohexanocarboxamida, 1-(4-cloroftalimido)-	21	53GT	50	41GT
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-acetamidofthalimido)-N-metil	N	-24	14	N
ciclohexanocarbox-p-anisidida, 1-(3-iodofthalimido)-	N	N	14	N
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-iodofthalimido)-	N	26	28	28
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-fluorofthalimido)-	51	39	48	41
ciclopentanocarboxamida, 1-(3-metilftalimido)-	46	48GT	28	27GT
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-metilftalimido)-	60	66GT	39	56GT
ciclooctanocarboxamida, 1-(4-cloroftalimido)-	N	N	N	N
ciclohexanocarboxamida, 1-(3-bromofthalimido)-	46	44	47	56
ciclohexanocarboxamida, 1-(1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-1-	N	-23	12	N



TABLA XXI Continuación

Compuesto	SOYA		CAÑUELA	
	Primera medición	Ultima medición	Primera medición	Ultima medición
ciclohexanocarboxamida, 1-(1-ciclohexano-1,2-dicarboximido)-	51		61	
ciclohexanocarboxamida, 3-metil-1-(3-metilftalimido)-trans (CH, a CONH <sub>2</sub> )-	27		53	
ácido ciclohexanocarboxílico, 3-metil-1-(3-metilftalimido)-, trans (CH, a COOH)-	N		11	
ciclohexanocarboxamida, 1-(hexahidroftalimido)	N	N	28	26
ciclohexanocarboxamida, 1-(4-metilhexahidroftalimido)	N		18	

F = fitotóxico

N = normal

CA = crecimiento acilario

GD = germinación demorada

GT = germinación temprana

- = no fué leída para ese ensayo particular

(ya sea 1º ó 2º)

Ensayo especial - Evaluación de actividad de ftalimida

Semillas de algodón de plantas tratadas con 2,24 kilogramos por hectárea de compuestos de la presente invención en el momento de la primera floración y semilla de controles no tratados en el mismo experimento se plantaron 5 semillas por tiesto plástico de 15,2 centímetros en la primavera. Había 4 tiestos de cada tipo de semilla, tratadas y no tratadas. Los brotes tratados

5.



5. irrumpieron a través de la superficie el 17 de marzo (19 de 20 semillas emergieron, 95 % de emergencia) mientras emergieron 7 a 20 semillas de los controles no tratados, (35 % de emergencia). El 26 de marzo a la terminación del ensayo, la posición de las plantas tratadas era del 95 % y de los controles era 50 %. Estos datos sugieren que las plantas tratadas imparten una mejor viabilidad a las semillas.

EJEMPLO 44

10. Evaluación de ftalimidas respecto a la actividad de regulación del crecimiento de plantas

15. En estos ensayos se llenaron recipientes plásticos con tierra de tiestos hasta 1,90 cms de la parte superior. Luego se colocaron semillas de rábano Cherry Belle y cañuela Kentucky 31 en la superficie de la tierra y se cubrieron con 1,27 cm de tierra de tiesto. Se apisonó para nivelar la superficie de tierra y para afirmar la tierra.

20. Luego de plantar los tiestos se rociaror con una mezcla 1:1 de agua y acetona que contenía suficiente compuesto para proveer de aproximadamente 0,134 a 8.96 kilogramos por hectárea de compuesto de ensayo.

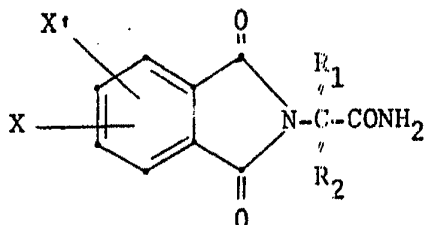
Los tiestos tratados se colocaron en el invernadero y se regaron según fue necesario.

25. Catorce días después del tratamiento los tiestos se examinaron y las plantas se retiraron y se lavaron y se pesaron. Cañuelas y rábanos desarrollados en tierra no tratada fueron utilizados como controles y los datos obtenidos se registran en la tabla XXII siguiente.



TABLA XXII

Actividad de regulación del crecimiento de plantas de compuestos que tienen la formula:



X	X'	kg/Ha	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Peso fresco de caña (g)	Peso fresco de ración (g)	Peso fresco total raíz (g)
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0,56	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		17,9	60,2	46,8
		2,24			21,8	59,6	45,8
3-SO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	6-CH <sub>3</sub>	0,56	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		18,4	61,0	46,5
		2,24			15,6	48,7	37,9
4-CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	0,134	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		17,7	61,3	48,7
Check		0			17,1	55,4	41,8
3-CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	2,24	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		28,4	74,5	55,9
3-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	5-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	8,96	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		25,7	76,5	59,3
		0			26,3	62,2	44,9
3-Br	4-Br	2,24	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		34,6	55,1	39,3
control		0			27,1	61,5	44,8
4-OCH <sub>3</sub>	H	0,134	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		26,8	77,0	56,5
4-OCH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	0,56	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		27,9	79,3	59,5
		2,24			35,8	60,3	59,5
3-CF <sub>3</sub>	H	0,56	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -		35,4	68,5	52,1
		2,24			35,4	77,4	58,7
		8,96			41,7	54,2	39,9



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica,

debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle

en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a dos Solicitudes

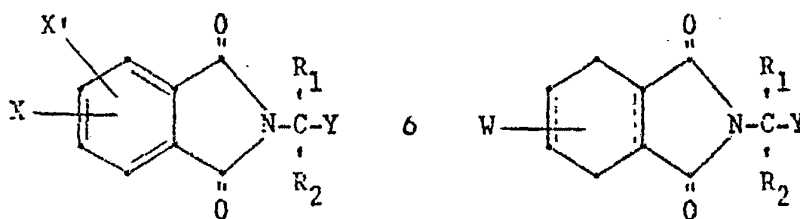
de Patente, presentadas en Norteamérica, con fechas 21 de agosto de 1972 y 5 de abril de 1973, bajo los números :

Ser. 282.537 y Ser. 348.355, respectivamente; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios

Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Pa-

tente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DERIVADOS DE FTALIMIDA; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para preparar derivados de ftalimida, de fórmula



en donde W es hidrógeno o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; X y X' representan cada uno hidrógeno, halógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

CF<sub>3</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, benciloxi, di(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alquilamino, alquiltio de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, hidroxilo, alquilsulfonilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

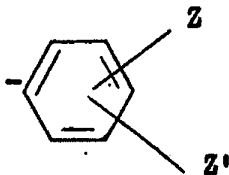
alcancilamino de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o nitro; Y es -COOR<sub>3</sub>, -CONHR<sub>8</sub>, -CONR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>, -CONHN(R<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, -CONHN<sup>+</sup>(R<sub>6</sub>)<sub>3</sub>, haluro<sup>-</sup>, -CN o

-COR<sub>7</sub> con la condición que por lo menos uno de X y X' es





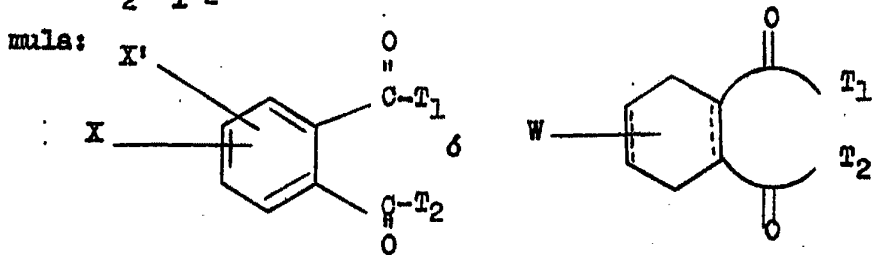
5. un sustituyente diferente a hidrógeno;  $R_1$  y  $R_2$  representan cada uno alquilo de  $C_1-C_4$  o tomados juntamente con el carbono al cual están fijados forman cicloalquilo de  $C_4-C_{11}$  opcionalmente substituido con metilo;  $R_3$  y  $R_4$  representan cada uno hidrógeno o alquilo de  $C_1-C_4$ ;  $R_5$  y  $R_6$  representan cada uno alquilo de  $C_1-C_2$ ;  $R_7$  es halógeno,  $R_8$  es  $-CH_3$  ó



10

donde Z y Z' son hidrógeno, alquilo de  $C_1-C_2$ , halógeno,  $-CF_3$  ó  $-OCH_3$  y  $\equiv$  es un enlace simple o doble con la condición de que solamente hay 0 ó 1 enlace doble en el anillo; caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto amino de fórmula  $NH_2CR_1R_2Y$  con un derivado de ácido o-ftálico de la fórmula:

15



20

III

V

25

en donde X, X', W,  $R_1$ ,  $R_2$  e Y se definen como anteriormente, con la condición de que Y no sea  $-COR_7$ ;  $T_1$  y  $T_2$  son sustituyentes nucleófilos a ser desplazados que pueden ser tomados juntamente para formar un anillo como en el caso de un anhidrido ácido.

30

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque  $T_1$  y  $T_2$  se seleccionan del grupo que comprende  $-Cl$ ,  $-OR$  ( $C_1-C_4$ ).





3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque W es -COOH y porque se realiza una etapa adicional de halogenación para formar el compuesto correspondiente en donde Y es -COR<sub>7</sub>.

4.- Procedimiento para preparar derivados de ftalimida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 90 hojas escritas a maquina por una sola cara.

17 NOV. 1975

Madrid

AMERICAN CYANAMID COMPANY

L. GOMEZ ACEBS Y MOUET  
p. p. Firmados L. Gomea Fernández

A large, stylized handwritten signature in black ink, which appears to be "L. Gomea Fernández", written over the typed name and company information.

