



P.- 56.041

09-21-0876A SP

CO7F//A01N

F.C.-29-1-76

421263

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de MONSANTO COMPANYY

entidad norteamericana

establecida en 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis,  
Missouri 63166, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN N-OXIDO  
DE N-ORGANO-N-FOSFONOMETIL-GLICINA"

(Clase Internacional CO7f)

14.11.73.

424263



Esta invención se refiere a N-óxidos de N-órgano-N-fosfometilglicina novedosos y a métodos para su preparación. Estos N-óxidos de N-órgano-N-fosfometilglicina son útiles como herbicidas o fitotóxicos y como reguladores del crecimiento de las plantas. Esta invención se refiere además a composiciones fitotóxicas y a métodos herbicidas y de regulación del crecimiento de las plantas.

El término "regulador del crecimiento de las plantas" según se utiliza en la presente representa materiales que tienen un efecto modificador sobre el crecimiento de las plantas. Dichos efectos modificadores incluyen todas las desviaciones del desarrollo natural; por ejemplo, retardo, defoliación, desecación, rapidez de maduración incrementada, necrosis, rizamiento de hojas, inhibición terminal, efecto de extensión fibrosa, clorosis, falta de crecimiento, renovación, enraizamiento, estimulación, latencia prolongada, albinismo, senectud retardada, enanismo, incremento de azúcar, corte de fruto y similares.

El término "fitotóxico" según se utiliza en la presente representa materiales que (1) controlan efectivamente todas las plantas en un foco dado o (2) controlan selectivamente el crecimiento de una o más especies de plantas en presencia de otras plantas. De 14.11.73.

4233



manera similar, "fitotóxico" y "fitotoxicidad" se utilizan para identificar la actividad de control global y selectivo de los compuestos y composiciones de esta invención. El término "control" según se utiliza en la presente incluye las acciones de (1) matar, (2) inhibir el crecimiento, reproducción o proliferación, y (3) remover, destruir o de otro modo disminuir la ocurrencia y actividad de plantas, y es aplicable a cualquiera de las acciones establecidas, o cualquier combinación de las mismas.

El término "planta" según se utiliza en la presente representa plantas terrestres y plantas acuáticas.

El término "planta terrestre" incluye semillas en germinación, brotes emergentes, y vegetación herbácea, incluyendo las raíces y las porciones que se encuentran por arriba del terreno, así como plantas maderosas establecidas.

El término "planta acuática" representa algas y plantas acuáticas superiores. El término "planta acuática superior" representa plantas acuáticas que son botánicamente superiores a las algas, e incluye organismos vegetativos que crecen en agua, en donde una mayor parte de tales organismos son normalmente sumergidos en su mayor parte, v.gr. raíces como en Lemna,

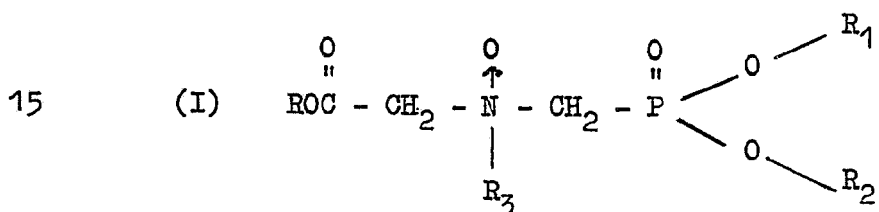
14.11.73.

421263



5 hojas como en Vallisneria o plantas completas tales como Anacharis. Así, el término "planta acuática superior" incluye todas las plantas acuáticas ya sea normalmente de flotación libre en su agua ambiental tal como Salvinia, o especies sumergidas que están normalmente enraizadas en el suelo tales como Vallisneria, así como especies que parecen crecer normalmente en todos los aspectos, ya sea libremente flotantes o enraizadas, tales como Anacharis o Alternanthera.

10 Los N-óxidos de N-órgano-N-fosfonometilglicina de esta invención son aquellos que tienen la fórmula



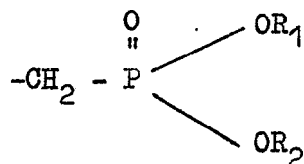
20 en donde R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> se seleccionan cada uno, independientemente, del grupo que consiste de hidrógeno, grupos de hidrocarburo monovalente, cada uno conteniendo de 1 a 10 átomos de carbono, grupos de hidrocarburo monovalentes halogenados, que contienen de 1 a 10 átomos de carbono y de 1 a 3 substituyentes halógeno, grupos

25 de hidrocarbonoxihidrocarburo monovalentes, cada uno

14.11.73.



conteniendo de 1 a 10 átomos de carbono y cationes de metal alcalino o alcalino-térreo formadores de sal, grupos de amonio y amonio orgánico y  $R_3$  es un grupo orgánico monovalente seleccionado de la clase que consiste de grupos de hidrocarburo alifático que contienen de 1 a 18 átomos de carbono, y grupos hidrocarbonoxialquilo que contienen de 1 a 18 átomos de carbono, y grupos de hidrocarburo alifático substituido con halógeno, carboxilo, carboalcoxi, ciano, nitro, alcoxi, ariloxi, alquilo, arilo o grupos heterocíclicos, y grupos



15

en donde  $R_1$  y  $R_2$  son según se definió anteriormente. Los compuestos herbicidamente activos son aquellos en los cuales por lo menos uno de los grupos  $R_1$  o  $R_2$  en la molécula es diferente de un hidrocarburo monovalente, hidrocarbonoxi-hidrocarburo monovalente, o un grupo heterocíclico, es decir, un hidrógeno o un catión.

20

De conformidad con el procedimiento de esta invención, los N-óxidos de la fórmula (I) se producen mediante el siguiente procedimiento general:

25

Una mezcla de una N-órgano-N-fosfonometil

14.11.73.

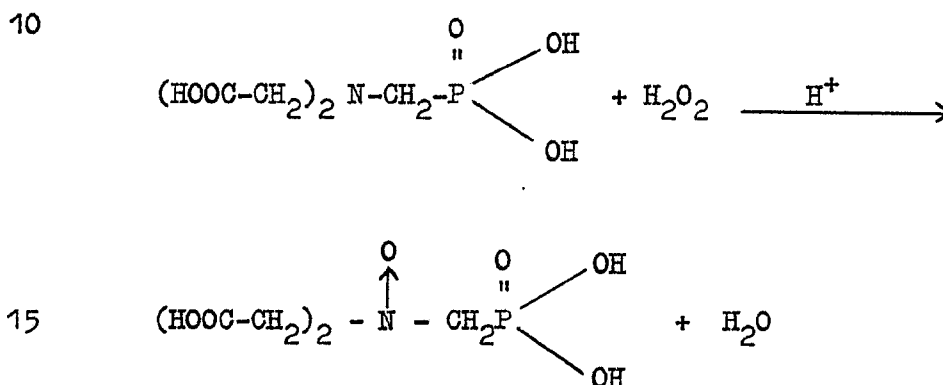


263



blemente 20-60°C). La sal alcalina del N-óxido que se forma es soluble en el medio de reacción y se recupera generalmente por concentración a presión reducida o se precipita mediante la adición de un solvente adecuado.

5 Se cree que la reacción procede de conformidad con la siguiente ecuación que, por conveniencia, muestra la oxidación de ácido N-fosfonometilimino-diacético en un medio ácido:



20 Por supuesto, será evidente para aquellos que tengan experiencia ordinaria en la tecnología, que las sales pueden ser entonces obtenidas por reacción con la base apropiada.

25 La relación de reactivos empleados en el procedimiento de esta invención no es estrictamente crítica. Es obvio para aquellos expertos en la tecnología que para obtener mejores rendimientos, debe emplearse

14.11.73.

421263



5 por lo menos una mol de peróxido de hidrógeno por cada mol del reactivo de N-órgano-N-fosfonometilglicina. Para obtener mejores resultados, se prefiere emplear de 2 a 3 moles de peróxido de hidrógeno por cada mol del reactivo de N-órgano-N-fosfonometilglicina.

10 La temperatura a la cual se conduce el procedimiento de esta invención no es estrechamente crítica y puede variar de 0 a 100°C. Se ha encontrado que si la temperatura es demasiado elevada, entonces el N-óxido producido se descompone, produciendo una mezcla de material de partida y productos de descomposición. En la mayor parte de los casos se prefiere conducir el procedimiento de esta invención en la escala de 25 a 80°C con el fin de obtener los mejores rendimientos del producto de N-óxido y evitar su descomposición.

15 Los agentes oxidantes que pueden emplearse en el procedimiento de esta invención incluyen peróxidos inorgánicos tales como peróxido de hidrógeno, peróxido de sodio, peróxido de potasio, peróxido de litio, peróxido de cesio y similares; ácido persulfúrico y ácido perbórico y las sales de estos perácidos tales como los persulfatos y perboratos de sodio, litio y potasio; ácidos peroxiorgánicos y sus sales tales como por ejemplo, ácido peroxiacético, ácido peroxibenzóico, ácido m-cloroperoxibenzóico, ácido 2,4-dicloroperoxibenzóico,

25  
14.11.73.



ácido peroxifórmico, ácido peroxitri-fluoroacético y similares; peróxidos orgánicos tales como peróxido de benzoílo, etc. y ozono.

5 Ya que la reacción en el procedimiento de esta invención es exotérmica, se prefiere emplear un solvente para ayudar a la disipación del calor de reacción y para llevar los reactivos a un contacto más íntimo. Los solventes que pueden emplearse en el procedimiento de esta invención son aquellos que no reaccionan  
10 substancialmente con el agente oxidante o los reactivos de ácido N-órgano-N-fosfonometiliminoacético bajo las condiciones empleadas. Tales solventes son, por ejemplo, agua, ácidos líquidos tales como ácido acético, ácido trifluoroacético, ácido fórmico, ácido propiónico,  
15 ácido sulfúrico y similares; alcoholes tales como metanol, etanol, isopropanol, carbitol, metilcelosolve y similares; éteres tales como dioxano, tetrahidrofurano, éteres dimetílicos de etilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol y similares; sulfonas tales como  
20 sulfolano y similares, cetonas tales como acetona y nitrilos tales como acetonitrilo.

El procedimiento de esta invención puede conducirse a presión atmosférica, a presión inferior a la atmosférica o a presión superior a la atmosférica.  
25 Por conveniencia y economía, se prefiere generalmente  
14.11.73.

42:263



conducir el procedimiento de esta invención a presión atmosférica.

El término halógeno según se emplea en la presente representa cloro, bromo, yodo y fluor.

5 El término hidrocarburo monovalente según se utiliza en la presente, incluye alquilo, alqueno, alquino, y aralquilo inclusive, de radicales de cadena tanto recta como ramificada, tales como metilo, etilo, isopropilo, ciclopropilo, ciclohexilo, ter-butilo, 10 n-butilo, y los varios isómeros de amilo, hexilo, heptilo, octilo, nonilo, decilo, undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo, octadecilo, bencilo, feniletilo, naftiletilo, toliletilo, metilbencilo, fenilbencilo, y los correspondientes 15 grupos alqueno, y grupos alquino y similares; grupos arilo y grupos alcarilo tales como fenilo, toli, xililo, naftilo, vinilfenilo y similares.

Los grupos de hidrocarbonohidrocarburo monovalente representados por R, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> incluyen 20 alcoxialquilo, alquenoalquilo, alcoxialcoxialquilo, alquenoalcoxialquilo, dialcoxialquilo, alqueno(alcoxi)alquilo, alquenoalcoxi(alcoxi)alquilo, alcoxialcoxi(alcoxi)alquilo, ariloxialquilo y alcoxiarilo tales como 2-metoxietilo, 4-etoxi-2-metilbutilo, 2-etoxietilo, 3-propoxipropilo, 4-metoxibutilo, 4-metoxi-2-etilbu 25 14.11.73.

4.11.73



tilo, 4-butoxibutilo, 2-aliloxietilo, 2-butenoxietilo, 4-butenoxibutilo, 2-(2-metoxietoxi)etilo, 2-(2-butoxietoxi)etilo, 4-(3-metoxipropoxi)-butilo, 2-(3-aliloxipropoxi)etilo, 2-(2-butenoxietoxi)etilo, fenoxietilo, 5 naftoxietilo, toliloxietilo, 4-fenoxibutilo, y similares. R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> pueden ser también trifluorometilfenilo, etoxifenilo, metoxifenilo, clorofenilo y similares.

Son ilustraciones de los grupos de hidrocarburo monovalente halogenado representados por R, R<sub>1</sub>, 10 R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub>, halogenoalquilo tales como clorometilo, yodom<sup>u</sup>etilo, bromometilo, fluorometilo, cloroetilo, yodoeti<sup>u</sup>lo, bromoetilo, 1,2-dicloroetilo, 1,2-diyo<sup>u</sup>doetilo, 2,2-dibromoetilo, cloro-n-propilo, bromo-n-propilo, yo<sup>u</sup>doisopropilo, bromo-n-butilo, bromo-ter-butilo, 1,3,3-15 -triclorobutilo, 1,3,3-tribromobutilo, cloropentilo, bromopentilo, 2,3-dicloropentilo, 3,3-dibromopentilo, clorohexilo, bromohexilo, 2,4-diclorohexilo, 1,3-di- bromohexilo, 1,3,4-triclorohexilo, cloroheptilo, bromo<sup>u</sup>heptilo, fluoroheptilo, 1,3-dicloroheptilo, 1,4,4-tri-20 cloroheptilo, 2,4-diclorometilheptilo, clorooctilo, bromooctilo, yodooctilo, 2,4-diclorometilhexilo, 2,4-di- clorooctilo, 2,4,4-triclorometilpentilo, 1,3,5-tribro- mooctilo, y nonilo, decilo, undecilo, dodecilo, trideci<sup>u</sup>lo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo y 25 octadecilo de cadena recta y ramificada, halogenados;

14.11.73.



421263

5 halógenoalqueno tales como clorovinilo, bromovinilo, cloroalilo, bromoalilo, 3-cloro-n-butenilo-1, 3-cloro-n-pentenilo-1, 4-cloro-n-hexenil-2, 3,4-diclorometil-pentenilo-1, 3-fluoro-n-heptenilo-1, 1,3,3-tricloro-n-heptenilo-5, 1,3,5-tricloro-n-octenilo-6, 2,3,3-triclorometilpentenilo-4, y los varios homólogos e isómeros de halógenoalqueno que tienen de 2 a 12 átomos de carbono. Son ilustraciones de los grupos halogenoarilo representados por R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>, o-clorofenilo, m-clorofenilo, m-bromofenilo, p-clorofenilo, 2,4-diclorofenilo, 3,5-diclorofenilo, 2,5-diyodofenilo y similares. Los grupos de hidrocarbonohidrocarburo monovalentes, halogenados, representados por R<sub>3</sub> son los derivados alcoxi y ariloxi substituidos de los grupos de hidrocarburo monovalentes, halogenados, anteriores, en donde los grupos alquilo son aquellos previamente establecidos.

15 Son ilustraciones de los grupos heterocíclicos que están substituidos sobre el grupo alifático, representados por R<sub>3</sub>, por ejemplo, piperazinilo, quinolinilo, piridinilo, morfolinilo, piperadinilo, pirrolidinilo, indolinilo, azepinilo, furilo, tienilo, tenilo, furfurilo y similares.

25 El término "metal alcalino" abarca litio, sodio, potasio, cesio y rubidio; y el término "metal alcalino-térreo" incluye berilio, magnesio, calcio, estroncio.

14.11.73.

421263



cio y bario.

Las sales orgánicas de amonio de la fórmula anterior son aquellas preparadas de aminas orgánicas de peso molecular bajo, es decir, que tienen un peso molecular menor que aproximadamente 300, y tales aminas orgánicas incluyen las alquilaminas, alquilenaminas y alcanolaminas que contienen no más de dos grupos de amina, tales como metilamina, etilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, isobutilamina, sec-butilamina, n-amilamina, iso-amilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, nonilamina, decilamina, undecilamina, dodecilamina, tridecilamina, tetradecilamina, pentadecilamina, hexadecilamina, heptadecilamina, octadecilamina, metiletilamina, metilisopropilamina, metilhexilamina, metilnonilamina, metilpentadecilamina, metiloctadecilamina, etilbutilamina, etilheptilamina, etiloctilamina, hexilheptilamina, hexiloctilamina, dimetilamina, dietilamina, di-n-propilamina, diisopropilamina, di-n-amilamina, diisoamilamina, dihexilamina, di-heptilamina, dioctilamina, trimetilamina, trietilamina, tri-n-propilamina, triisopropilamina, tri-n-butilamina, triisobutilamina, tri-sec-butilamina, tri-n-amilamina, etanolamina, n-propanolamina, isopropanolamina, dietanolamina, N,N-dietiletanolamina, N-etilpropanolamina, N-butiletanolamina, alilamina, n-butenil-2-amina, n-pentenil-2-amina,

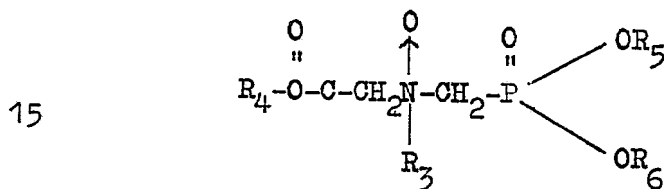
14.11.73.

421263

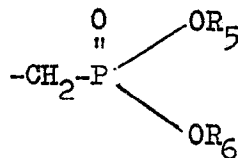


2,3-dimetilbutenil-2-amina, di-butenil-2-amina, n-hexe  
 nil-2-amina y propilendiamina, arilaminas primarias ta-  
 les como anilina, metoxianilina, etoxianilina, o,m,p-to  
 luidina, fenilendiamina, 2,4,6-tribromoanilina, bencid  
 5 na, naftilamina, o,m,p-cloroanilina, y similares; ami-  
 nas heterocíclicas tales como piridina, morfolina, pipe  
 ridina, pirrolidina, indolina, azepina, piperazina, qui  
 nolina y similares.

Entre los compuestos biológicamente acti-  
 10 vos preferidos de esta invención se encuentran aquellos  
 de la fórmula



en donde  $R_3$  es



25 o un grupo alquilo de 1 a 12 átomos de carbono;  $R_4$  es  
 14.11.73.

427253



5 hidrógeno, alquilo inferior o un catión formador de sal,  $R_5$  y  $R_6$  son, cada uno independientemente, hidrógeno, un catión formador de sal, amonio, o amonio orgánico. Los compuestos preferidos son aquellos en los cuales por lo menos uno de los grupos  $R_4$ ,  $R_5$  y  $R_6$  es un catión forma-

10 Los compuestos de esta invención en los cuales  $R$ ,  $R_1$  y  $R_2$  son grupos de hidrocarburo monovalente tienen sólo actividad herbicida moderada o ninguna actividad herbicida; sin embargo, estos grupos pueden ser hidrolizados parcialmente en medios acuosos alcalinos para producir sales que son útiles como herbicidas.

15 Las sales de los N-óxidos de N-órgano-N-fosfonometilglicina se preparan por neutralización parcial o completa del ácido con la base, carbonato básico, amoníaco o amina orgánica apropiado.

20 De conformidad con esta invención, se ha encontrado que el crecimiento de semillas en germinación, brotes emergentes, vegetación maderosa y herbácea en maduración y establecida y plantas acuáticas, puede controlarse exponiendo los brotes emergentes o las porciones de vegetación en maduración y establecida que se encuentran por arriba del terreno, o las plantas acuáticas, a la acción de una cantidad efectiva de los N-óxidos de N-órgano-N-fosfonometilglicina de la presente in  
25  
14.11.73.

1421203



5 vención. Los compuestos pueden utilizarse individualmente, como mezclas de dos o más compuestos, o en mezcla con un auxiliar. Estos compuestos son efectivos como fitotóxicos o herbicidas de post-emergencia, v.gr., el control selectivo del crecimiento de una o más especies monocotiledóneas y/o una o más especies dicotiledóneas en presencia de otras monocotiledóneas y/o dicotiledóneas. Además, estos compuestos están caracterizados por una actividad de amplio espectro, es decir, controlan el crecimiento de una amplia variedad de plantas, incluyendo, pero sin limitarse a, helechos, coníferas, (pino, abeto y similares), acuáticas, monocotiledóneas y dicotiledóneas.

10

15 En los ejemplos siguientes, que ilustran la invención, y a través de la especificación, las partes y porcentajes están en peso, a menos que se indique otra cosa.

#### EJEMPLO 1

20 Se cargó una mezcla de 2,3 g (0,01 moles) de ácido N-fosfonometiliminodiacético, 7 ml de ácido trifluoroacético y 9 ml de peróxido de hidrógeno al 30% (0,08 moles) en un recipiente de reacción de vidrio pirrex. La mezcla se calentó y a aproximadamente 55°C pareció iniciarse una reacción. La temperatura se elevó a 65°C, en cuyo punto la mezcla se aclaró y se realizó

25  
14.11.73.



421263

un desprendimiento vigoroso de gas. La temperatura se mantuvo en aproximadamente 50-60°C, hasta que pareció completarse la precipitación de un sólido blanco. La mezcla se enfrió a temperatura ambiente (a 25°C) y se almacenó durante aproximadamente 72 horas. El sólido blanco se recogió después, se lavó con etanol y éter y se secó al aire. Se obtuvieron aproximadamente 2 g del sólido blanco. El sólido blanco fue soluble en agua, fundió a 149°C con descomposición, liberando lentamente yodo de una solución de yoduro de sodio, se identificó como N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético por análisis elemental, análisis infrarrojo y análisis espectral de resonancia magnética nuclear. Una muestra recristalizada en tetrahidrofurano tuvo un punto de fusión de 146,5°C con descomposición, y dio el siguiente análisis:

Calculado : C, 24,70%; H, 4,15%; N, 5,76%; P, 12,74%

Encontrado : C, 24,61%; H, 4,21%; N, 5,64%; P, 12,70%

#### EJEMPLO 2

Se colocó una mezcla de 13,7 g (0,06 moles) de ácido N-fosfonometiliminodiacético, 100 ml de ácido acético glacial y 0,6 g de ácido sulfúrico concentrado en un matraz pyrex de 250 ml, equipado con agitador, condensador y termómetro. La mezcla se agitó a 75-80°C mientras se agregaban gota a gota 24 ml (0,21 moles) de yodo en solución de yoduro de sodio.

14.11.73.

421203



les) de peróxido de hidrógeno al 30% durante 25 minutos. Se desprendió gas lentamente, la rapidez haciéndose mayor a medida que progresaba la adición. La mezcla adquirió una apariencia lechosa y el material sólido fue reemplazado por un coloide. La mezcla de reacción se agitó después a 80°C durante 1 hora. Aproximadamente 50 minutos después de que se completó la adición, se inició la precipitación de un sólido granular. La mezcla se agitó a 75°C durante 1 hora más y se separó una muestra del sólido, se lavó con etanol y éter dietílico y se analizó por espectros de resonancia magnética nuclear. Los espectros indicaron que no se encontró presente material de partida en la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se enfrió después en un refrigerador, el sólido se recogió, se lavó con ácido acético glacial, etanol y éter, y después se secó al aire. Se obtuvo un sólido blanco (9,2 g) teniendo un punto de fusión de 152°C con descomposición, que se identificó como N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético.

20

### EJEMPLO 3

Una mezcla de 9,2 g (0,05 moles) de N-metil-N-fosfometilglicina, 25 ml de agua y 6 g (0,15 moles) de hidróxido de sodio, se agitó a 35°C a medida que se agregaban en una porción de 6 ml de peróxido de hidrógeno al 30% (0,55 moles). Ocurrió una reacción

25

14.11.73.



exotérmica y la temperatura se elevó a 50°C, en cuyo punto se aplicó enfriamiento con agua. Ocurrió también desprendimiento de gas durante este período. Después de un tiempo corto, el desprendimiento de gas cesó y

5 los medios de enfriamiento se separaron. La temperatura empezó a caer lentamente. La solución de reacción se concentró a 20 mm de mercurio con calentamiento para eliminar la mayor parte del agua. El residuo se concentró después a 0,5 Torr y finalmente se secó en un desecador

10 durante 4 días. El rendimiento del sólido blanco fue de 15,9 g. El material se secó ulteriormente en el desecador, en cuyo tiempo el peso disminuyó a 14 g. El material se identificó como un dihidrato de la sal trisódica del N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina, p. f. 135°C (descomposición), y dio el siguiente análisis:

15 Calculado : C, 15,96%; H, 3,68%; N, 4,65%; S, 22,91%  
Encontrado: C, 15,82%; H, 3,73%; N, 4,70%; S, 22,54%

#### EJEMPLO 4

Una mezcla de 26,3 g (0,10 moles) de N,N-

20 -bis(fosfonometil)glicina, 30 ml de agua y 20 g (0,5 moles) de hidróxido de sodio, se agitó a 70°C y después se enfrió a 30°C para formar la sal pentasódica. En este punto, se agregó peróxido de hidrógeno (30%, 12 g, 0,11 moles) en una porción. El material empezó a calentarse y a medida que la temperatura se elevaba a 52°C,

25

14.11.73.

421263



se detuvo el calentamiento externo durante 10 minutos, en cuyo tiempo la mezcla de reacción empezó a enfriarse. La mezcla se calentó después a 54-55°C durante 2,5 horas más. Se obtuvieron 70 ml de una solución viscosa, incolora, con un peso de 96,1 g. Una porción de esta solución (10,9 g) se concentró a presión reducida (20 Torr) mientras se calentaba moderadamente sobre un baño de vapor. El residuo (6,7 g) se evacuó después con calentamiento a 0,5 Torr hasta que se obtuvo un peso de 5,8 g. Un secado final a 0,5 Torr en un desecador se realizó durante un día. El peso del residuo obtenido fue de 5,2 g. El sólido blanco dio el siguiente análisis elemental;

Calculado : C, 10,42%; H, 3,06%; N, 3,04%  
Encontrado: C, 10,35%; H, 3,25%; N, 3,03%

Esto corresponde a la sal pentasódica del tetrahidrato de N-óxido de N,N-bis(fosfonometil)glicina.

#### EJEMPLO 5

Una mezcla de 23 g (0,1 moles) de ácido N-fosfonometiliminodiacético, 100 ml de agua, 16 g (0,40 moles) de hidróxido de sodio y 12 g (0,11 moles) de peróxido de hidrógeno al 30% se calentó con agitación a 40°C. La mezcla de reacción se calentó después a aproximadamente 50°C durante aproximadamente 7 horas.

14.11.73.

421263



La mezcla de reacción se dejó enfriar durante la noche y después se concentró bajo presión reducida con calentamiento moderado hasta que permaneció un residuo viscoso. Este residuo viscoso se concentró ulteriormente a 0,5 Torr durante la noche y después se secó en un desecador a 0,5 Torr durante 6 días. Se obtuvo un material sólido blanco, pesando 36,3 g. Este material se identificó como la sal tetrasódica del dihidrato de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético y tuvo el siguiente análisis elemental:

Calculado : C, 16,36%; H, 2,75%; N, 3,82%

Encontrado: C, 16,19%; H, 2,72%; N, 3,79%

#### EJEMPLO 6

Una mezcla de 13,2 g (0,05 moles) de N,N-bis(fosfonometil)glicina, 75 ml de ácido acético glacial y 40 ml (0,35 moles) de peróxido de hidrógeno al 30%, se agitó a temperatura ambiente durante aproximadamente 48 horas. Durante este período, la mezcla heterogénea se convirtió en una solución aclarada, incolora. La solución se concentró a presión reducida (5 Torr) sobre un baño de agua caliente. Se agregaron 100 ml de agua al residuo de consistencia de jarabe y la solución se concentró de nuevo a un jarabe viscoso. Este jarabe se concentró ulteriormente a 50°C y 10 Torr hasta que se obtuvo un residuo poroso, espeso, blanco, gomoso.

25  
14.11.73.

421263



El residuo gomoso se concentró después a 0,2 Torr durante la noche, produciendo un polvo poroso, blanco (14,7 g). Este sólido blanco se identificó por análisis infrarrojo y análisis de espectros de resonancia magnética nuclear como monohidrato de N-óxido de N,N-bis(fosfonometil)glicina, y tuvo un punto de fusión de 65-75°C, con descomposición. Este sólido blanco dio el siguiente análisis:

Calculado : C, 16,17%; H, 4,41%; N, 4,71%; P, 20,85%  
Encontrado: C, 16,31%; H, 4,11%; N, 4,66%; P, 20,78%

#### EJEMPLO 7

Se cargaron 3,94 g (0,02 moles) de N-etil-N-fosfonometilglicina en un recipiente de reacción, y se hicieron lodo con 30 ml de ácido acético glacial y después se calentaron a 68°C. Se agregó peróxido de hidrógeno (al 30%, 4,5 g, 0,04 moles) gota a gota durante un período de 45 minutos, tiempo durante el cual el sólido se disolvió completamente. La mezcla se calentó a 63-70°C durante 3 horas más, se dejó enfriar a temperatura ambiente y el ácido acético se evaporó. Se obtuvo un jarabe viscoso que tuvo una capa cristalina dura sobre el fondo. El jarabe se trató con 25 ml de etanol absoluto y se precipitó una goma. El etanol se decantó y el residuo se colocó en un desecador de vacío sobre pentóxido de fósforo durante la noche, produciendo un mate

14.11.73.

421283



rial cristalino, duro, quebradizo. Un análisis de espectro de resonancia magnética nuclear de este material indicó que fue una mezcla del material de partida y el N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina. Se disolvió una porción de 2,5 g del producto en aproximadamente 15 ml de ácido acético glacial, se calentó a 63°C y se agregaron gota a gota durante un período de 30 minutos, 4,5 g de peróxido de hidrógeno al 30%. La temperatura se mantuvo en 63-69°C durante 10 horas, se dejó enfriar, se filtró para producir un residuo sólido blanco con un punto de fusión de 145-147°C con descomposición. Este material cristalino, blanco, se identificó como N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina mediante análisis de espectro de resonancia magnética nuclear.

Calculado : C, 28,18%; H, 5,68%; N, 6,57%  
Encontrado: C, 27,92%; H, 5,58%; N, 6,44%

#### EJEMPLO 8

Se cargaron 6,34 g (0,03 moles) de N,n-propil-N-fosfonometilglicina y 30 ml de ácido acético glacial en un recipiente de reacción y se agitaron. La mezcla se calentó a 70°C y se agregó peróxido de hidrógeno al 30% (17 g, 0,15 moles) gota a gota, durante un período de 3,75 horas. La temperatura se mantuvo en 55-70°C durante un total de 10 horas. La mezcla de reacción se dejó enfriar y dio una prueba activa al almidón-KI. La

14.11.73.

421263



mezcla de reacción se dejó evaporar en una campana y después se hizo pasar una corriente de dióxido de azufre en la solución para reducir el exceso de peróxido de hidrógeno. La solución se concentró después haciendo pasar una corriente de nitrógeno sobre el líquido. Se formó una costra cristalina, dura, sobre el fondo del líquido de consistencia de jarabe. La costra se rompió y se hizo lodo, y la masa se solidificó para producir un sólido blanco. Este sólido blanco se trituró con 15 ml de etanol y se filtró para producir un polvo blanco, fino. El polvo blanco se secó al aire y tuvo un punto de fusión de 138-139°C. El análisis de espectro de resonancia magnética nuclear y el análisis químico indicaron que el material fue N-óxido de N-n-propil-N-fosfonometilglicina.

Calculado : C, 31,72%; H, 6,21%; N, 6,17%

Encontrado: C, 31,45%; H, 6,07%; N, 5,98%

Siguiendo el procedimiento anterior, pero substituyendo por el material de partida la N-fosfonometilglicina-N-substituida apropiada, se prepararon los siguientes compuestos:

N-óxido de N-isopropil-N-fosfonometilglicina (p.f. 136-137°C, con descomposición)

N-óxido de N-bencil-N-fosfonometilglicina (p.f. 148 - 150°C, con descomposición)

25  
14.11.73.

42-263



N-óxido de N-3,4-diclorobencil-N-fosfonometilglicina  
(p.f. 135-136°C, con descomposición)

5 Trihidrato de la sal trisódica de N-óxido de N-sec-butil-N-fosfonometilglicina (p.f. 140-145°C, con descomposición)

Trihidrato de la sal trisódica de N-óxido de N-isobutil-N-fosfonometilglicina (p.f. 145-147°C, con descomposición)

10 Dihidrato de la sal trisódica de N-óxido de N-ciclohexil-N-fosfonometilglicina, (p.f. mayor que 290°C)

Dihidrato de la sal trisódica de N-óxido de N-fenetil-N-fosfonometilglicina (p.f. mayor que 290°C)

Dihidrato de la sal trisódica de N-óxido de N-dodecil-N-fosfonometilglicina, (p.f. mayor que 280°C).

15 EJEMPLO 9

Se disolvieron 8,5 g del éster dibutílico del ácido N-fosfonometiliminodiacético en 40 ml de ácido acético glacial, y se cargaron en un reactor adecuado. Se agregaron 10 ml (0,088 moles) de peróxido de hidrógeno al 30%, y la mezcla de reacción se dejó reposar a temperatura ambiente durante aproximadamente 20 horas. Una porción de la solución incolora se concentró a 50°C y 20 Torr y el residuo se diluyó con éter dietílico. Después de que la mezcla turbia se aclaró, la solución etérea se decantó de la goma precipitada. La goma se la

25  
14.11.73.

421263



vó con éter y después se concentró a 50°C y 20 Torr. El residuo, un sólido blanco, se trituroó con tetrahydrofu-  
rano y se filtró. El material insoluble en tetrahydrofu-  
rano se identificó como N-óxido de N-fosfonometilimino-  
5 diacetato dibutílico y tuvo un punto de fusión de 111 -  
113°C.

Otros compuestos de la presente invención que pueden hacerse de conformidad con los procedimientos de los ejemplos anteriores incluyen:

- 10 N-óxido de N-cloroetil-N-fosfonometilglicina
- N-óxido de N-dicloropropil-N-fosfonometilglicina
- N-óxido de N-carboxipropil-N-fosfonometilglicina
- N-óxido de N-carboxibutil-N-fosfonometilglicina
- N-óxido de N-carboetoxietil-N-fosfonometilglicina
- 15 N-óxido de N-2-piridilmetil-N-fosfonometilglicina
- N-óxido de N-diclorobencil-N-fosfonilmetilglicina
- N-óxido de N-dibromofeniletal-N-fosfonilmetilglicina
- N-óxido de N-octil-N-fosfonilmetilglicina
- Sal de monopiridina del N-óxido de N-metil-N-fosfonome-  
20 tilglicina
- Sal de monobutilamina del N-óxido de N-etil-N-fosfonome-  
tilglicina
- Sal de mono-(trimetilamina) del N-óxido de N-sec-butil-  
-N-fosfometilglicina
- 25 Sal de monopirrolidina del N-óxido de N-propil-N-fosfo-

14.11.73.

421263



nometilglicina

Sal de mono(dietilentriamina) del N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina

5 Sal de mono(isopropilamina) del N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina

Sal de mono-n-propilamina del N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-2-morfoliniletal-N-fosfonometilglicina

10 Sal de mono(dipropargilamina) del N-óxido de N-hexil-N-fosfonometilglicina

Sal monosódica del N-óxido de N-propil-N-fosfonometilglicinato de etilo

Sal potásica del N-óxido de N-propil-N-fosfonometilglicinato de etilo

15 Sal de mono(dialilamina) del N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina

Sal de monolitio del N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina

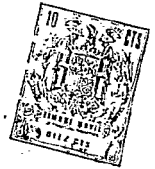
20 Sal monosódica del N-óxido de N-propil-N-fosfonometilglicina

Sal monosódica del N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina

Sal monosódica del N-óxido de N-cloroetil-N-fosfonometilglicina

25 Sal monosódica del N-óxido de N-hexil-N-fosfonometilglicina  
14.11.73.

421263



cina

Sal monopotásica del N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina

5 Sal monopotásica del N-óxido de N-propil-N-fosfonometilglicina

Sal monopotásica del N-óxido de N-butil-N-fosfonometilglicina

Sal monopotásica del N-óxido de N-hexil-N-fosfonometilglicina

10 Sal monopotásica del N-óxido de N-cloroetil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-3-carboxibencil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-4-cianobencil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-4-nitrobencil-N-fosfonometilglicina

15 N-óxido de N-4-etoxibencil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-3-carboetoxibencil-N-fosfonometilglicina

Sal de di(n-propilamina) del N-óxido de N-pentil-N-fosfonometilglicina

20 Sal de di(isopropilamina) del N-óxido de N-butil-N-fosfonometilglicina

Sal de di(morfolina) del N-óxido de N-propil-N-fosfonometilglicina

Sal de mono(oleilamina) del N-óxido de N-etil-N-fosfonometilglicina

25 Sal de mono(estearilamina) del N-óxido de N-metil-N-fos

14.11.73.

42263



fonometilglicina

Sal de mono(metilbutilamina) del N-óxido de N-decil-N-  
-fosfonometilglicina

Sal sódica de N-fenoxietil-N-fosfonometilglicina

5 N-óxido de N-cloropropil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-fenilpropil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-metoxietil-N-fosfonometilglicina

N-óxido de N-2,4-dimetilbencil-N-(fosfonometil)glicina

10 Sal de monoetilamina del N-óxido de N-etoxietil-N-(fos-  
fonometil)glicina

N-óxido de N-triclorobutil-N-(fosfonometil)glicina

N-óxido de N-dibromohexil-N-(fosfonometil)glicina

N-óxido de N-trifluorometilfenetil-N-(fosfonometil)gli  
cina

15 N-óxido de N-3,4-diclorobencil-N-(fosfonometil)glicina

Sal de dibutilamina del N-óxido de N-dodecil-N-(fosfono  
metil)glicina

N-óxido de N-octadecil-N-(fosfonometil)glicina

N-óxido de N-metoxibutil-N-(fosfonometil)glicina

20 Sal de etilendiamina del N-óxido de N-metil-N-(fosfono-  
metil)glicina

N-óxido de N-pirrolidiletel-N-(fosfonometil)glicina

Sal de dipropanolamina del N-óxido de metil-N-(fosfono-  
metil)glicina

25 N-óxido de N-clorobutil-N-(fosfonometil)glicina

14.11.73.

1421263



N-óxido de N-fenoxietil-N-(fosfonometil)glicina  
N-óxido de N-(N,N-dietilaminoetil)-N-(fosfonometil)gli-  
cina

EJEMPLO 10

5                   Se cargó una mezcla de 1 g de ácido N-fos-  
fonometiliminodiacético, 20 ml de ácido trifluoroacéti-  
co acuoso al 50% y 2,7 g de ácido cloroperóxibenzóico  
de una pureza de 85%, en un reactor de vidrio, se agitó  
a temperatura ambiente durante 3 horas. La mezcla se ca-  
10                   lentó después a 60-65°C durante 2 horas, tiempo durante  
el cual la mezcla se aclaró y después se precipitó un  
sólido blanco. El sólido blanco se separó por centrifu-  
gación y se supuso que era ácido m-clorobenzóico. Una  
porción de la solución aclarada se sometió a análisis  
15                   de espectro magnético nuclear y se encontró que contuvo  
N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético esencial-  
mente puro.

                  Cuando el ácido cloroperbenzóico se subs-  
tituyó por ácido peracético (40%) en esta reacción y se  
20                   empleó ácido trifluoroacético acuoso como solvente, en-  
tre 25°C y 70°C, el producto de N-óxido se identificó  
en la mezcla de reacción por análisis de espectro de re-  
sonancia magnética nuclear.

                  Cuando se empleó perborato de sodio en un  
25                   medio básico acuoso a 50°C como agente oxidante en esta  
14.11.73.

42283



reacción, el producto de N-óxido se identificó en la mezcla de reacción por análisis de espectro de resonancia magnética nuclear.

5 Cuando se empleó persulfato de potasio en un medio básico acuoso a 46°C o menos, como agente oxidante en esta reacción, el producto de N-óxido se identificó en la mezcla de reacción por análisis de espectro de resonancia magnética nuclear.

#### EJEMPLO 11

10 La actividad herbicida de post-emergencia de varios compuestos de esta invención se demuestra como sigue. Los ingredientes activos se aplican en forma de aspersión a muestras de 14 ó 21 días de edad (según se indica) de varias especies de plantas. La aspersión,  
15 una solución en agua o en solvente orgánico-agua conteniendo el ingrediente activo y un agente tensioactivo (35 partes de sal de butilamina de ácido dodecylbencen-sulfónico y 65 partes de aceite de resina condensado con óxido de etileno en la relación de 11 moles de óxi-  
20 do de etileno por una mol de aceite de resina), se aplica a las plantas en diferentes juegos de charolas a diferentes relaciones (kg/hectárea) de ingrediente acti-  
25 vo. Las plantas tratadas se colocan en un invernadero y los efectos se observan y se registran después de aproximadamente dos semanas o aproximadamente cuatro sema-

14.11.73.



421253

nas, según es indicado en la última columna de los cuadros I y II.

El índice de actividad herbicida de post-emergencia utilizado en los cuadros I y II es como sigue:

5

10

<u>RESPUESTA DE LA PLANTA</u>	<u>INDICE</u>
Sin daño	0
Daño ligero	1
Daño moderado	2
Daño severo	3
Muerte	4

14.11.73.

421263

14.11.73.

CUADRO I

Com- pues- to	Rela- ción o régi- men, kg/ha	Abro- jo del Cana- dá	Hoja ater- cio- pe- da	Don die- go de día	Chual	Yerba de pican- te	Junco de al- men- dra	Gra- mi- lla	Pasto John- son	Bromus Tecto- rum	Pasto de granja	Semanas de ob- servación des- pués del trata- miento
I	4,48	4	3	3	4	-	4	4	-	3	3	2
II	4,48	1	1	2	1	0	1	1	0	0	1	4
	11,2	1	1	2	3	2	3	4	1	2	2	4
III	4,48	1	3	2	4	3	1	3	2	2	3	4
	11,2	2	3	2	4	4	2	4	2	3	4	4
IV	4,48	4	3	2	4	3	2	3	2	3	2	4
V	4,48	3	2	2	0	3	1	1	2	2	2	4
	11,2	4	3	3	3	2	2	4	4	3	4	4
VI	4,48	3	3	3	4	4	4	4	3	3	4	4
VII	4,48	3	3	2	3	4	2	3	3	2	4	4
	4,48	3	3	3	3	-	3	3	3	3	4	4

421263



42:083

42  
125  
64

CUADRO I (continuación)

Relación o registro Comunes, pues to	Abrojo del Cana dá	Hoja ater- cio- pela da	Don die- go de día	Chualte	Yerba de al- pican men- dra	Junco mi- dra	Grana- lla son	Pasto John- rum	Bromus Tecto- rum	Pasto de Granja	Semanas de ob- servación después del tratamiento
VIII 4,48	2 2	3 3	1 1	2 2	4 4	1 2	3 4	3 4	1 1	3 3	2 4
IX 4,48	3 4	3 4	3 3	3 4	3 4	3 4	3 4	3 4	3 4	4 4	2 4
X 4,48	4 4	3 3	2 2	4 4	- -	2 3	3 3	4 4	2 2	4 4	2 4
XI 4,48	2 2	1 1	1 2	4 4	2 3	2 3	3 4	3 4	1 4	3 4	2 4
XII 4,48	1 2	4 4	1 2	4 4	1 1	2 3	3 4	3 4	1 2	3 3	2 4
	11,2	3 4	3 3	4 4	2 4	1 3	3 4	3 4	1 4	3 3	2 4
XIII 4,48	2 2	0 0	1 1	4 4	2 4	0 1	3 4	1 1	1 2	1 2	2 4
	11,2	2 3	1 1	4 4	3 4	1 2	3 3	3 3	1 4	3 4	2 4
XIV 4,48	3 3	3 4	1 2	2 3	3 4	3 3	3 4	3 4	4 4	3 4	2 4
	11,2	4 4	3 3	3 3	3 3	4 4	4 4	4 4	4 4	3 3	2 2

14.11.73.



42753

14.11.73.

CUADRO I (continuación)

	Relación o registro, puesmen, to kg/ha	Abro	Hoja Don ater die- cio- go	Yerba de al pican men- dra	Junco	mi- lla	Gr- son	Pasto John- rum	Bromus Tecto- rum	Pasto de granja miento	Semanas de ob- servación des- pués del trata- miento
XV	4,48	1	1	0	1	3	2	1	1	1	2
		2	1	2	1	4	3	2	2	2	4
	11,2	2	2	1	0	3	3	2	2	2	2
		2	3	1	1	3	4	4	4	3	4
XVI	4,48	2	1	1	2	2	2	3	3	3	2
		2	2	2	2	4	3	4	4	4	4
	11,2	3	1	3	2	2	2	3	3	4	2
		4	2	4	3	4	3	4	4	4	4
XVII	4,48	0	1	1	0	1	1	1	1	1	2
		2	1	4	1	2	1	1	1	2	4
	11,2	2	1	2	0	1	1	1	1	2	2
		2	1	4	2	2	3	4	4	3	4
XVIII	4,48	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
		0	1	0	-	0	1	0	0	0	4
	11,2	1	0	1	1	2	2	1	1	2	2
		2	1	3	2	4	3	1	1	3	4
XIX	4,48	1	1	1	1	2	2	1	1	2	2
		2	1	3	2	4	3	4	4	3	4
	11,2	4	1	2	2	3	4	4	4	4	2
		4	2	4	3	4	4	4	4	4	4
XX	4,48	1	0	0	0	0	1	0	0	0	2



1421263

14.11.73.

CUADRO I (continuación)

Relación o registro, pues men, to kg/ha	Abro	Mayo	Junio	Julio	Agosto	Semana de ob- servación des- pués del trata- miento
11,2	1	1	0	1	2	2
	1	0	0	2	3	4
XXI 4,48	2	1	2	1	3	2
	2	0	1	2	3	4
1,12	1	0	0	1	2	2
	2	0	0	1	4	4
XXII 11,2	0	0	0	0	0	0
	0	0	0	1	0	1

Los compuestos I-X se aplicaron a plantas de 3 semanas de edad, y los otros compuestos a plantas de 2 semanas de edad.



421263



Los compuestos empleados en el cuadro I

son como sigue:

	<u>COMPUESTO</u>	<u>NOMBRE DEL COMPUESTO</u>
5	I	N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
	II	Monometilato de N-óxido de N,N-difosfonometilglicina
	III	Sal monosódica de N-óxido de ácido N-fosfonometilglicina
10	IV	Monohidrato de N-óxido de N,N-difosfonometilglicina
	V	N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina
	VI	Dihidrato de sal disódica de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
15	VI	Dihidrato de sal trisódica de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
	VII	Dihidrato de sal tetrasódica de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
	IX	Sal de monoisopropilamonio de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
20	X	Clorhidrato de N-óxido de éster dietílico de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
	XI	Sal de tetralitio de dihidrato de N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético
25	XII	N-óxido de N-fosfonometil-N-propilglicina

14.11.73.



4263

- XIII N-óxido de N-fosfonometil-N-isopropilglicina
- XIV N-óxido de N-fosfonometil-N-etilglicina
- XV N-óxido de N-fosfonometil-N-bencilglicina
- XVI Dihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-me  
5 til-N-fosfonometilglicina
- XVII N-óxido de N-fosfonometil-N-3,4-diclorobencil-  
glicina
- XVIII Trihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-sec-  
butil-N-fosfonometilglicina
- 10 XIX Trihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-iso-  
butil-N-fosfonometilglicina
- XX Dihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-ci-  
clohexil-N-fosfonometilglicina
- XXI Dihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-fe-  
15 netil-N-fosfonometilglicina
- XXII Dihidrato de sal trisódica de N-óxido de N-do-  
decil-N-fosfonometilglicina

20 Las especies de plantas utilizadas en el  
cuadro II se identifican por una letra de conformidad  
con la siguiente leyenda:

- |                        |                        |
|------------------------|------------------------|
| A - Frijol soya        | J - Chual              |
| B - Betabel            | L - Hoja aterciopelada |
| C - Trigo              | M - Bromus Tectorum    |
| D - Arroz              | N - Panicum Spp        |
| E - Sorgo              | O - Pasto de granja    |
| F - Cadillo            | P - Pasto silvestre    |
| G - Alforfón silvestre |                        |
| H - Dondiego de día    |                        |
| I - Cáñamo Sesbania    |                        |

29  
14.11.73.

1253



CUADRO II

Com- pues to	Régimen, kg/ha.	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	L	M	N	O	P	⊕
	I 0,112	0	1	2	0	3	1	1	2	1	2	1	2	1	2	2	2
5	I 0,112	1	1	3	0	3	1	1	2	1	2	1	2	2	3	3	4
	I 0,224	0	0	3	3	2	1	1	1	2	3	0	1	2	2	3	2
	I 0,224	0	1	3	3	2	1	1	1	3	3	0	2	3	2	4	4
	I 1,12	3	4	3	3	3	2	2	2	3	3	3	2	4	3	3	2
	I 1,12	3	4	4	3	4	3	3	2	4	3	3	3	4	3	3	4

10 ⊕ -- Semanas de observación después del tratamiento.

En el cuadro II, el compuesto se aplicó a plantas de 3 semanas de edad.

EJEMPLO 12

15 Para determinar los efectos de regulación de los compuestos de esta invención sobre caña de azúcar, debe notarse que la relación de aplicación apropiada puede variar de aproximadamente 0,112 kg/ha a aproximadamente 5,60 kg/ha. Dependiendo de las prácticas de cultivo locales, la caña de azúcar se desarrolla

20 de aproximadamente 9 a aproximadamente 30 meses antes de la cosecha, y es así necesario considerar tanto la edad cronológica como la etapa de madurez de la caña en las determinaciones de la relación. La aplicación del tratamiento a la caña se hace generalmente de aproximadamente

25 2 a 10 semanas antes de la fecha de cosecha pro  
14.11.73.

421263



gramada.

En esta prueba, se tratan tallos de caña de azúcar individuales con los compuestos de esta invención aproximadamente 4 semanas antes de la cosecha. Para evitar errores en el muestreo, la caña más antigua, preferiblemente de 13 a 23 meses de edad, es la que se emplea en las pruebas. Para cada compuesto empleado, se utilizan por lo menos 5 tallos o carrizos, se procesan, y los valores totales obtenidos se promedian para cada tallo o carrizo. Con el fin de mejorar la exactitud del análisis, se utilizan solamente las 15 juntas terminales de cada tallo o carrizo. Un número idéntico de tallos de caña de azúcar no tratados, de la misma edad, se tratan similarmente para proveer un control. Una comparación de los valores obtenidos para la caña tratada con la muestra de control provee un medio conveniente para determinar la efectividad de regulación de estos compuestos.

Los análisis se realizan mediante el método de prensado desarrollado por T. Tanimoto y reportado en Hawaiian Planters' Record, Volúmen 57, páginas 133 - 150. Los datos se expresan como pureza de jugo y por ciento Pol de caña. El por ciento Pol de caña es una determinación polarimétrica y es igual al porcentaje de sacarosa si ésta fuera la única substancia en la solu-

25  
14.11.73.

421263



5 ción que hiciera girar el plano de luz polarizada. Una determinación del porcentaje Pol de caña es considerada por aquellos expertos en la tecnología como un medio efectivo para determinar el contenido de sacarosa del jugo de caña de azúcar.

10 Se disuelven aproximadamente 38 mg de cada compuesto empleado, en una pequeña cantidad de agua que contiene una pequeña cantidad de un agente tensioactivo. La solución resultante se coloca después en el verticilo de cada uno de los tallos o carrizos que se va a probar, con la excepción de los controles no tratados. Después de la cosecha, las 15 juntas superiores de cada tallo o carrizo de un grupo tratado y un grupo de control se separan, se combinan individualmente y se analizan según se describió. Los compuestos probados fueron como sigue:

N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético (Compuesto A)

20 Sal monosódica del N-óxido de ácido N-fosfonometiliminodiacético (Compuesto B)

Monohidrato de N-óxido de N,N-difosfonometilglicina (Compuesto C), y

N-óxido de N-metil-N-fosfonometilglicina (Compuesto D).

25 Estos compuestos fueron aplicados a tallos de caña de azúcar. Los datos obtenidos en la primera cosecha y en 14.11.73.

42,263



la segunda cosecha mostraron un incremento con respecto al control, de la manera siguiente.

Com- puesto	Primera cosecha		Segunda cosecha		
	Pureza de jugo	Porcentaje Pol de caña	Pureza de jugo	Porcentaje Pol de caña	
5	A	7,08	2,70	7,73	2,71
	B	4,98	2,04	5,69	2,21
	C	8,04	3,35	4,01	3,24
	D	8,73	3,84	4,98	2,48

Estos incrementos representan las diferencias aritméticas entre los datos para los tallos o carrizos tratados y los tallos o carrizos de control no tratados. Con el fin apreciar mejor el significado del incremento en el porcentaje Pol de caña, debe notarse que este incremento representa que tiene que triturarse menos caña para producir tanto azúcar y si el peso total de la caña producida es el mismo, entonces esto indica un incremento en el rendimiento de azúcar por hectárea.

#### EJEMPLO 13

En esta prueba, se emplearon plantas para demostrar un efecto de regulación sobre el crecimiento vegetativo de césped. Se desarrollaron cañuelas Kentucky en macetas y se mantuvieron en un invernadero bajo buenas condiciones de crecimiento. Cada maceta de pasto se alimentó uniformemente con agua y el pasto se podó

14.11.73.

421-83



inicialmente, después de dos semanas de crecimiento, a una altura de aproximadamente 6 a 7 cm y después se pudo cada 3 a 5 días dependiendo de la rapidez de crecimiento. El producto químico se aplicó como una composición acuosa conteniendo aproximadamente 0,5% de un agente tensioactivo, utilizando una aspersión superior a una relación expresada en kg/ha a las macetas de pasto cuando el pasto tuvo aproximadamente 4 semanas de edad. Se utilizan 3 macetas de pasto por cada tratamiento y se comparan con las de plantas de control no tratadas 2 semanas después de la aplicación del producto químico.

Quando se aplicó N-óxido de ácido de N-fosfonometiliminodiacético a una relación de 0,28 kg/ha de conformidad con el procedimiento anterior, una reducción de 25% o mayor en el crecimiento respecto al período de prueba de 2 semanas se observó sin fitotoxicidad cuando se comparó con el de los controles. Quando se aplicó a 0,56 kg/ha, se observaron algunos efectos fitotóxicos.

EJEMPLO 14

En esta prueba, se emplearon algunos compuestos de la invención para demostrar un efecto regulador sobre el crecimiento vegetativo de pastos de césped. Se sembró un número de macetas con cañuelas Kentu

14.11.73.

421203



cky 31 y se desarrollaron durante aproximadamente 4 se-  
manas. Los compuestos que se iban a aplicar se formula-  
ron en acetona y agua, y se agregó aproximadamente 0,25%  
de un agente tensioactivo. Los tratamientos a las rela-  
5 ciones indicadas se hicieron con un aspersor manual, y  
se hicieron observaciones dos semanas más tarde. Los re-  
sultados observados combinan varios duplicados de cada  
prueba, y se basan en mediciones de comparación contra  
un control no tratado.

10 Cuando se aplicó N-óxido de ácido N-fosfo-  
nometiliminodiacético a una relación de aproximadamente  
0,28 kg/ha, el crecimiento vegetativo o alturas de la  
cañuela se encontró que fue por lo menos 25% menor que  
la del control no tratado. Este compuesto produjo fito-  
15 toxicidad sobre cañuela a una relación de 0,56 kg/ha.

#### EJEMPLO 15

Los efectos de regulación de los compues-  
tos de esta invención fueron demostrados en una serie  
de pruebas sobre plantas de cultivo mono y dicotiledó-  
20 neas, representativas. En cada una de estas pruebas,  
los compuestos se formularon en acetona y/o agua más  
una pequeña cantidad de un agente tensioactivo, y las  
relaciones de aplicación específicas se variaron depen-  
diendo del compuesto particular y de la prueba particu-  
25 lar. Las plantas monocotiledóneas de cultivo, represen-

14.11.73.

421203



tativas, fueron maíz de la variedad Pioneer 3567, y las plantas dicotiledóneas de cultivo representativas, fueron frijol soya de las variedades Wayne o Corsoy. Las plantas de control no tratadas se emplearon para comparación en todas las pruebas. Los procedimientos utilizados fueron como sigue:

PRUEBA A

Se desarrolló un número de plantas de maíz de semillas en una charola de aluminio, durante un período de una semana. Después se midió la altura de cada planta de maíz hasta la parte superior del verticilo. Después se roció una solución del compuesto que se está probando, sobre las plantas, en una charola y a una relación de aplicación seleccionada. Todas las charolas se transfirieron a un invernadero y se les suministró agua desde debajo en un banco de arena. Cada charola se fertilizó con 40 ml de una solución al 1,5% de Rapid-Gro aproximadamente 2 días después del tratamiento. Dos semanas después del tratamiento, la altura de cada planta en las charolas se midió de nuevo hasta la parte superior del verticilo, y se hicieron comparaciones directas con las plantas de control no tratadas.

PRUEBA C

Se desarrolló un número de plantas de frijol soya de semillas en una charola de aluminio, duran-

14.11.73.

421233



te un período de una semana. La altura de cada planta de frijol soya se midió después hasta la parte superior del botón. Después se roció una solución del compuesto que se está probando, sobre las plantas a una rapidez de aplicación seleccionada y posteriormente se manejaron las charolas según se describió en dicha prueba A. Dos semanas después del tratamiento, se midió nuevamente la altura de cada planta en las charolas hasta la parte superior del botón terminal, y se hacen comparaciones directas con las plantas de control no tratadas.

#### PRUEBA C

Se desarrolla un número de plantas de frijol soya de semillas en macetas de plástico, y éstas se reducen a una sola planta por maceta justamente antes del tratamiento. Se rocía sobre las plantas en varias macetas, una solución del compuesto que se está probando, tales plantas incluyendo algunas que tienen 4 semanas de edad (etapa trifoliada 3-4) y algunas que son de 6 semanas de edad (etapa trifoliada 5-6). Las plantas tratadas y aquellas de los controles no tratados son aproximadamente del mismo tamaño en el momento de la aplicación, y posteriormente, todas las plantas se transfieren a un invernadero, y se alimentan con agua y se fertilizan substancialmente según se estableció anteriormente. Dos semanas después de la aplicación, la altura de

14.11.73.

42,203



5 cada planta de frijol soya se mide hasta la punta del botón terminal, se anotan otros efectos visibles, y se hacen comparaciones directas con las plantas de control no tratadas. Excepto cuando se note específicamente los resultados de las pruebas sobre las dos etapas trifolia das se combinan y se promedian.

10 En relación con las relaciones de aplicación específicas utilizadas en las pruebas A-C en términos de kg/ha, debe establecerse que dichas pruebas involucran el tratamiento de un número relativamente pequeño de plantas en una charola o maceta. De tal manera, la relación real de aplicación del producto químico a las plantas mismas puede ser generalmente algo menor que los kilogramos por hectárea establecidos. Los datos  
15 indicados son la mayor relación a la cual se observó un efecto regulador del crecimiento de plantas sin observar efectos fitotóxicos ligeros.

Los compuestos siguientes de esta invención fueron probados de la manera descrita.

20	<u>COMPUESTO</u>	<u>NOMBRE</u>
	A	N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético
	B	Monometilato de N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético
25	C	Dihidrato de sal monosódica de N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético

14.11.73.

421263



	<u>COMPUESTO</u>	<u>NOMBRE</u>
	D	Sal tetrasódica de N-óxido de ácido N-fosfono metiliminodiacético
5	E	Clorhidrato de éster dietílico de N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético
	F	Sal de tetralitio de N-óxido de ácido N-fosfo nometiliminodiacético
	G	Sal de monoisopropilamina de N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético
10	H	Dihidrato de sal disódica de N-óxido de ácido N-fosfometiliminodiacético
	I	Sal trisódica de N-óxido de ácido N-fosfome tiliminodiacético
15	J	Sal pentasódica de N-óxido de ácido Bis(N-fos fonometil)iminoacético
	K	N-óxido de ácido Bis(N-fosfonometil)iminoacé- tico
	L	Sal trisódica de N-óxido de ácido N-metil-N- fosfometiliminoacético
20	M	N-óxido de ácido N-etil-N-fosfometiliminoacé tico
	N	N-óxido de ácido N-bencil-N-fosfometilimi- noacético
25	O	N-óxido de ácido N-n-propil-N-fosfometili- minoacético

14.11.73.

428203



<u>COMPUESTO</u>	<u>NOMBRE</u>
P	N-óxido de ácido N-isopropil-N-fosfonometiliminoacético
5 Q	N-óxido de ácido N-metil-N-fosfonometiliminoacético
R	N-óxido de ácido N-ciclohexil-N-fosfonometiliminoacético
S	N-óxido de ácido N-3,4-diclorobencil-N-fosfonometiliminoacético
10 T	Sal trisódica de N-óxido de ácido N-sec-butil-N-fosfonometiliminoacético
U	Sal trisódica de N-óxido de ácido N-isobutil-N-fosfonometiliminoacético

15 Todos los compuestos A a U fueron probados a varias relaciones, v.gr, 6,72 kg/ha o menos de conformidad con la prueba A. Se observaron varias respuestas, incluyendo alguna fitotoxicidad.

20 A una relación de aplicación de aproximadamente 6,72 kg/ha en la prueba A con cualquier compuesto R o T, se encuentra que por lo menos dos tercios de las plantas de maíz tratadas muestran el 26% o más de reducción o retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados. Se demuestra el mismo efecto regulador a 3,36 kg/ha con el compuesto R con  
25 alguna clorosis, pero no se observa efecto con el com-

14.11.73.

1421263



puesto T a este nivel inferior.

5 A una relación de aplicación de aproximadamente 1,34 kg/ha en la prueba A con cualquiera de los compuestos B, D, G, K, L, S y U, se encuentra que por lo menos dos tercios de las plantas de maíz tratadas mostraron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados. Se observó cierta clorosis con los compuestos B, D, K y S. Se observa cierta necrosis con los compuestos B y S.

10 A una relación de aplicación de 0,672 kg/ha en la prueba A con los compuestos C, D, E, F, G, I, P, Q, S y U, se encuentra que por lo menos dos tercios de las plantas de maíz tratadas mostraron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados. El compuesto F exhibe también cierta clorosis.

15 A una relación de aplicación de 0,336 kg/ha en la prueba A con los compuestos C, E, I, N, O, y Q, se encuentra que por lo menos dos tercio de las plantas de maíz tratadas mostraron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados.

20 En la prueba C no se observan efectos con los compuestos A, B, C, E, H o Q, a aproximadamente 0,56 kg/ha, mientras que los compuestos G e I muestran  
25  
14.11.73.



421233

clorosis y fitotoxicidad ligera. Sin embargo, el compuesto D a 0,56 kg/ha en esta prueba, produce clorosis, inhibición de fijación de vaina o cápsula y reducción de estatura en comparación con los controles no tratados. El compuesto J mostró una fijación de vaina retardada a 1,12 kg/ha en esta prueba. El compuesto K no mostró efecto a 1,12 kg/ha en esta prueba.

Todos los compuestos A a U se probaron a varias relaciones, por ejemplo, 6,72 kg/ha o menos de conformidad con el procedimiento de prueba B. Se observaron varias respuestas, incluyendo alguna fitotoxicidad. La siguiente descripción es un resumen de tales resultados.

Cuando se aplicó el compuesto A a 6,72 y 3,36 kg/ha, se observó fitotoxicidad severa. A 1,34 kg/ha, se encuentra que por lo menos dos tercios de las plantas de frijol soya mostraron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados. La inhibición de hoja, la alteración de hoja, el desarrollo de botón axilar y la inhibición del desarrollo apical se observaron también.

Los compuestos C, D, E, F, G, I, L, N, O, P y U, cuando se aplicaron a una relación de 1,34 kg/ha y S a 3,36 kg/ha en la prueba B, mostraron que por lo menos dos tercios de las plantas de frijol soya tuvieron

25  
14.11.73.

421263



ron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con controles no tratados. Estos compuestos mostraron también uno o más de los siguientes: clorosis, desarrollo de botón axilar o alteración de hoja. Los compuestos B, H, y K, cuando se aplican a 1,34 kg/ha, muestran otras actividades de regulación del crecimiento de plantas, tales como desarrollo de botón axilar y alteración de hoja. El compuesto K exhibe también clorosis.

10 Cuando los compuestos J, R y T se aplicaron a 6,72 kg/ha, se encontró que por lo menos dos tercios de las plantas de frijol soya mostraron 26% o más de retardo del crecimiento vegetativo en comparación con los controles no tratados. Se observó también uno o más de los siguientes: clorosis, desarrollo de botón axilar o alteración de hoja. Los compuestos J, R y S dieron los mismos resultados cuando se aplicaron a 3,36 kg/ha; es decir, un retardo del crecimiento de por lo menos 26%.

20 Cuando los compuestos M y Q se aplicaron a 0,672 kg/ha en la prueba B, las plantas de frijol soya mostraron 26% o más de retardo del crecimiento en comparación con los controles no tratados. El compuesto Q exhibió también este efecto a 0,336 kg/ha. Estos compuestos, en esta prueba, mostraron también clorosis, de

25  
14.11.73.

44.203



sarrollo de botón axilar y alteración de hoja.

De los datos ilustrativos presentados en los ejemplos anteriores de compuestos individuales de esta invención sobre una variedad de plantas representa  
5 tivas, puede aclararse que la respuesta reguladora dependerá del compuesto empleado, la rapidez de aplicación, la especie de planta y su etapa de desarrollo, y otros factores bien comprendidos por aquellos expertos en la tecnología.

10 Las composiciones reguladoras de plantas o fitotóxicas, incluyendo concentrados que requieren dilución antes de aplicación a las plantas, de esta invención, contienen por lo menos un ingrediente activo y un auxiliar en forma líquida o sólida. Las composiciones  
15 se preparan mezclando el ingrediente activo con un auxiliar que incluye diluyentes, extendedores, vehículos y agentes acondicionadores para proveer composiciones en la forma de sólidos en partículas finamente divididas, pastillas, soluciones, dispersiones o emulsiones. Así,  
20 el ingrediente activo puede utilizarse con un auxiliar tal como un sólido finamente dividido, un líquido de origen orgánico, agua, un agente humectante, un agente dispersante, un agente emulsificante o cualquier combinación adecuada de éstos. Desde el punto de vista de  
25 economía y conveniencia, el diluyente preferido es

14.11.73.

42,263



agua, particularmente con las sales altamente solubles en agua, tales como las sales de metal alcalino y las sales de amina y de amonio.

Las composiciones herbicidas y reguladoras de plantas de esta invención, particularmente líquidos y polvos solubles, contienen preferiblemente como un agente acondicionador, uno o más agentes tensioactivos en cantidades suficientes para hacer de una composición dada, fácilmente dispersable en agua o en aceite.

5

10 La incorporación de un agente tensioactivo en las composiciones mejora grandemente su eficacia. Por el término "agente tensioactivo" debe comprenderse que se incluyen en el mismo agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes de suspensión y agentes emulsificantes. Pueden

15 utilizarse con igual facilidad agentes aniónicos, catiónicos y no iónicos.

Los agentes humectantes preferidos son alquilbencen- y alquilnaftalensulfonatos, alcoholes grasos sulfatados, aminas o amidas de ácido, ésteres de ácido de cadena larga de isotiocianato de sodio, ésteres de sulfosuccinato de sodio, ésteres de ácido graso sulfatado o sulfonado, sulfonatos de petróleo, aceites vegetales sulfonados, glicoles di-ter-acetilénicos, derivados polioxietilénicos de alquilfenoles (particularmente isooctilfenol y nonilfenol) y derivados polioxietilénicos

20

25

14.11.73.

42.03



nicos de ésteres de monoácido graso superior de anhídri-  
dos de hexitol (v.gr., sorbitán). Son dispersantes pre-  
feridos metilcelulosa, alcohol polivinílico, lignisul-  
fonatos de sodio, alquilnaftalensulfonatos poliméricos,  
5 naftalensulfonato de sodio, polimetilen-bis-naftalensul-  
fonato y N-metil-N-(ácido de cadena larga) lauratos de  
sodio.

Las composiciones de polvos dispersables  
en agua pueden hacerse conteniendo uno o más ingredien-  
10 tes activos, un extendedor sólido inerte y uno o más  
agentes humectantes y dispersantes. Los extendedores só-  
lidos inertes son usualmente de origen mineral, tales  
como arcillas naturales, tierra diatomácea y minerales  
sintéticos derivados de sílice y similares. Incluyen  
15 ejemplos de dichos extendedores caolinitas, arcilla de  
atapulgita y silicato de magnesio sintético. El polvo  
dispersable en agua de esta invención contiene usualmen-  
te de alrededor de 5 a aproximadamente 95 partes en pe-  
so del ingrediente activo, de aproximadamente 0,25 a 25  
20 partes en peso de agente humectante, de aproximadamente  
0,25 a 25 partes en peso de dispersante y de 4,5 a apro-  
ximadamente 94,5 partes en peso de extendedor sólido  
inerte, todas las partes estando en peso de la composi-  
ción total. Cuando se requiere, puede reemplazarse de  
25 aproximadamente 0,1 a 2 partes en peso del extendedor  
14.11.73.

421203



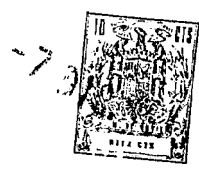
inerte, sólido, por un inhibidor de corrosión o un agente antiespumante o ambos.

Pueden prepararse suspensiones acuosas mezclando y moliendo un lodo acuoso de ingrediente activo insoluble en agua en presencia de agentes dispersantes para obtener un lodo concentrado de partículas muy finamente divididas. La suspensión acuosa y concentrada, resultante, está caracterizada porque es de un tamaño de partícula extremadamente pequeño, de manera que cuando se diluye y se rocía, el cubrimiento es muy uniforme.

Los aceites emulsificables son usualmente soluciones de ingrediente activo en solventes miscibles con agua o parcialmente inmiscibles con agua junto con un agente tensioactivo. Los solventes adecuados para el ingrediente activo de esta invención incluyen hidrocarburos y éteres, ésteres o cetonas no miscibles con agua. Las composiciones de aceite emulsificable contienen generalmente de alrededor de 5 a 95 partes de ingrediente activo, aproximadamente 1 a 50 partes de agente tensioactivo y aproximadamente 4 a 94 partes de solvente, todas las partes estando en peso con base en el peso total de aceite emulsificable.

Aunque las composiciones herbicidas de esta invención pueden contener también otros aditivos,  
14.11.73.

42253



por ejemplo, fertilizantes, fitotóxicos y reguladores del crecimiento de plantas, pesticidas y similares, utilizados como auxiliares o en combinación con cualquiera de los auxiliares anteriormente descritos, en algunos ca  
5 sos se prefiere utilizar las composiciones de esta invención solas, con tratamientos en secuencia con otros fitotóxicos, fertilizantes y similares, para obtener efecto máximo. Por ejemplo, el campo podría rociarse con una composición de esta invención ya sea antes o después  
10 de ser tratado con fertilizantes, otros fitotóxicos y similares. Las composiciones de esta invención pueden también mezclarse con los otros materiales, v.gr, fertilizantes, otros fitotóxicos, etc, y aplicarse en una sola aplicación. Los productos químicos útiles en combina  
15 ción con los ingredientes activos de esta invención, ya sea simultáneamente o en secuencia, incluyen por ejemplo, triazinas, ureas, carbamatos, acetamidas, acetanilidas, uracilos, ácidos acéticos, fenoles, tiolcarbamatos, triazoles, ácidos benzóicos, nitrilos y similares, tales como:

- 20 ácido 3-amino-2,5-diclorobenzóico
- 3-amino-1,2,4-triazol
- 2-metoxi-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina
- 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina
- 25 2-cloro-N,N-dialilacetamida

14.11.73.

421203



- dietilditiocarbamato de 2-cloroalilo  
N'-(4-clorofenoxi)-fenil-N,N-dimetilurea  
dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio  
m-(3-clorofenil)carbamato de isopropilo  
5 ácido 2,2-dicloropropiónico  
N,N-diisopropiltiolcarbamato de S-2,3-dicloroalilo  
ácido 2-metoxi-3,6-diclorobenzóico  
2,6-diclorobenzonitrilo  
N,N-dimetil-2,2-difenilacetamida  
10 sal de 6,7-dihidrodipirido(1,2-a:2',1'-c)pirazidiinio  
3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea  
4,6-dinitro-o-sec-butilfenol  
2-metil-4,6-dinitrofenol  
N,N-dipropiltiolcarbamato de etilo  
15 ácido 2,3,6-triclorofenilacético  
5-bromo-3-isopropil-6-metiluracilo  
3-(3,4-diclorofenil)-1-metoxi-1-metilurea  
ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético  
3-(p-clorofenil)-1,1-dimetilurea  
20 1-butyl-3-(3,4-diclorofenil)-1-metilurea  
ácido N-1-naftilftalámico  
sal de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio  
2-cloro-4,6-bis(isopropilamino)-s-triazina  
2-cloro-4,6-bis(etilamino)-s-triazina  
25 éter 2,4-diclorofenil-4-nitrofenílico  
14.11.73.

421203



alfa,alfa,alfa-trifluoro-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-to-  
luidina

dipropiltiocarbamato de S-propilo

ácido 2,4-diclorofenoxiacético

5 N-isopropil-2-cloroacetanilida

2',6'-dietil-N-metoximetil-2-cloroacetanilida

metanarsonato monosódico

metanarsonato disódico

N-(1,1-dimetilpropinil)-3,5-diclorobenzamida

10 Los fertilizantes útiles en combinación  
con los ingredientes activos incluyen, por ejemplo, ni-  
trato de amonio, urea, potasa, y superfosfato.

15 Cuando se opera de conformidad con la pre-  
sente invención, se aplican cantidades efectivas del  
N-óxido de N-órgano-N-fosfonometilglicina a las porcio-  
nes de las plantas que se encuentran por arriba del te-  
rreno. La aplicación de composiciones herbicidas líqui-  
das y sólidas en partículas o composiciones reguladoras  
del crecimiento de las plantas a las porciones de las  
20 plantas que se encuentran por arriba del terreno, puede  
realizarse por métodos convencionales, v.gr, espolvorea-  
dores de potencia, aspersores mecánicos y manuales y es-  
polvoreadores de aspersión. Las composiciones pueden  
25 también aplicarse desde aeroplanos como un polvillo o  
una aspersión debido a su efectividad a bajas dosis. La

14.11.73.



421203



señanzas de esta especificación, incluyendo los ejemplos, la relación de aplicación aproximada.

La aplicación de una cantidad reguladora de plantas efectiva de los compuestos de esta invención a la planta, es esencial y crítico para la práctica de los métodos de regulación del crecimiento de plantas de la presente invención. La cantidad exacta de ingrediente activo que va a emplearse depende de la respuesta deseada en la planta, así como de otros factores tales como la especie de planta y la etapa de desarrollo de la misma, y las condiciones ambientales, así como el N-óxido de N-órgano-N-fosfonometilglicina específico, empleado. En general, los ingredientes activos se emplean en cantidades reguladoras de plantas, efectivas, equivalentes a de aproximadamente 0,0112 a aproximadamente 11,2 kg/ha. Debe comprenderse que la cantidad de ingrediente empleada debe ser suficiente para regular el crecimiento o desarrollo natural de las plantas tratadas sin producir un efecto herbicida o de matanza sobre tales plantas. Se cree que aquellos expertos en la tecnología pueden determinar fácilmente, de las enseñanzas de esta especificación, incluyendo los ejemplos, las relaciones de aplicación apropiadas.

En aplicaciones para incrementar la rapidez de maduración de plantas, que incluyen el incremento

14.11.73.

4235



to del contenido de azúcar de las plantas, v.gr, caña de azúcar, y facilitar la defoliación de las plantas, v.gr, algodón y frijol soya, los ingredientes activos se aplican en cantidades de por lo menos 0,122 kg/ha.

5 En aplicaciones para estimular el crecimiento de plantas con el fin de obtener un rendimiento mejorado de los productos vegetales, los ingredientes activos se aplican en cantidades de 0,0224 a 0,56 kg/ha. En aplicaciones para el control de plantas acuáticas, los ingredientes activos se aplican en cantidades de aproximadamente 10 0,10 partes por millón a aproximadamente 1000 partes por millón, con base en el medio acuático. De tal manera, la cantidad efectiva para cada respuesta puede establecerse en términos de la respuesta, v.gr, una cantidad reguladora del crecimiento de plantas para modificación 15 general, una cantidad fitotóxica o herbicida para control global o control selectivo, una cantidad renovadora para renovar o formar el retoño, una cantidad suficiente para incrementar la rapidez de maduración para 20 respuestas tales como defoliación, contenido de azúcar incrementado y similares, y una cantidad desecadora para desecación. Se cree que todo experto en la tecnología puede determinar fácilmente, de las enseñanzas de esta especificación, incluyendo los ejemplos, la relación de aplicación aproximada.

25  
14.11.73.

421203



Aunque la invención se describe con respecto a modificaciones específicas, los detalles de la misma no deben considerarse como limitativos excepto en el grado indicado en las reivindicaciones siguientes.

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 11 de Diciembre de 1972, bajo el número 313.706, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

#### REIVINDICACIONES

15

20 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

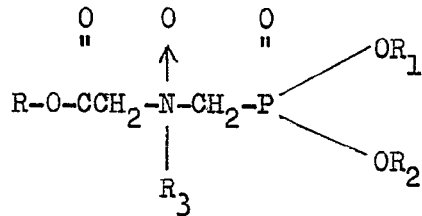
25 1ª.- Un procedimiento para la producción de un N-óxido de N-órgano-N-fosfonometil-glicina de la fórmula

20-1-76

- 63 -

Re

421263



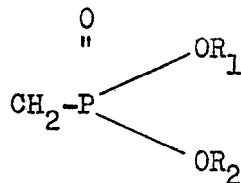
5

en donde R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> se seleccionan, cada uno independiente  
 temente, del grupo que consiste de hidrógeno, grupos  
 de hidrocarburo monovalente de 1 a 10 átomos de carbo-  
 no, grupos de hidrocarburo monovalente halogenado de  
 1 a 10 átomos de carbono y de 1 a 3 substituyentes haló-  
 geno, grupos de hidrocarbonoxihidrocarburo monovalente  
 cada uno conteniendo de 1 a 10 átomos de carbono, catio-  
 nes de metal alcalino o alcalino-terreo formadores de  
 sal, grupos amonio y grupos amonio orgánico; R<sub>3</sub> es un  
 grupo orgánico monovalente seleccionado de la clase que  
 consiste de grupos de hidrocarburo alifático primario  
 y secundario que contienen de 1 a 18 átomos de carbono,  
 y tales grupos de hidrocarburos substituidos con haló-  
 geno, amino, ciano, carboxilo, alcoxi, ariloxi, carbo-  
 alcoxi, arilo, carboxiarilo, aminoalquilamino, alcoxial  
 coxi, o un grupo heterocíclico o un grupo

10

15

20



25

20-1-76

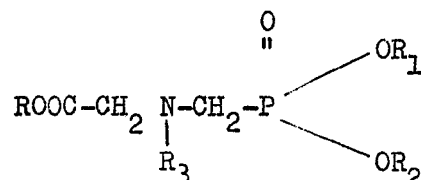
*129*



421253

en donde  $R_1$  y  $R_2$  son según se definió anteriormente,  
que comprende hacer reaccionar a una temperatura de 0  
a 100°C, un compuesto de la fórmula

5



10 en donde  $R$ ,  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son según se definió anterior-  
mente, con un agente oxidante.

2ª.- Un procedimiento de conformidad con la  
reivindicación 1ª, en donde la N-órgano-N-fosfonometil-  
glicina es N,N-bis-fosfonometilglicina, ácido N-fosfo-  
15 nometilimino-diacético o sal tetrasódica de ácido N-  
-fosfonometilimino-diacético.

3ª.- Un procedimiento de conformidad con la  
reivindicación 1ª, en donde el agente oxidante es pe-  
róxido de hidrógeno, ácido peracético o peróxido de  
20 sodio.

4ª.- Un procedimiento de conformidad con la  
reivindicación 1ª, en donde la reacción se conduce en  
un medio básico acuoso.

5ª.- Un procedimiento para la producción de  
25 un N-óxido de N-órgano-N-fosfonometil-glicina.

26 ENE.



421203

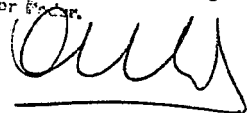
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de sesenta y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid,  
P.A.

26 ENE. 1976

Oscar de Elzaburu  
For Forster.  


20-1-76

MEM

