



427399

PATENTE DE INVENCION

Le A 15 069-Sp.

F. C. 26-1-76

AOIN, COYF

Memoria Descriptiva 427399

sobre:

PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPOSICIONES REGULADORAS
DEL CRECIMIENTO DE LAS PLANTAS.

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente
en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.-

El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención de composiciones reguladoras del crecimiento de las plantas, a base de derivados de ácido aminometanofosfónico.

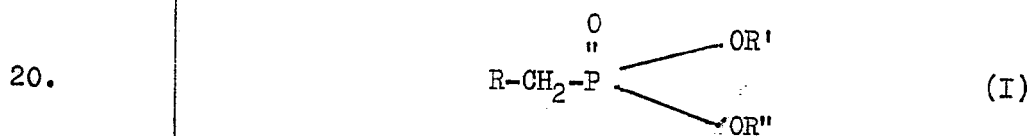
5. Ya es conocido el empleo de algunos derivados de



5. ácido aminometanofosfónico como aditamentos a antibióticos, respectivamente como productos intermedios para la producción de derivados de fosfonodiazometano o para la producción de ácido aminometanofosfónico (compárese: Sinetezy Org. Soedinii Sbornik 2, 12-14. (1954); Justus Liebigs Ann. Chem. 748 (1971) 207-210; Chem. Abstr. 45 (1951) 8444; Patente australiana No. 34.471/63).

10. Además, ya se dió a conocer que determinados halogenuros de 2-halogenoetil-amonio, particularmente el cloruro de (2-cloroetil)-trimetil-amonio, muestran propiedades reguladoras del crecimiento de plantas (compárese: Patente norteamericana No. 3.156.554). Así, puede emplearse especialmente el cloruro de (2-cloroetil)-trimetil-amonio para la inhibición del crecimiento vegetativo de cereales, tales como por ejemplo trigo y cebada. Sin embargo, a bajas concentraciones de aplicación, el efecto de esa substancia no siempre es satisfactorio.
- 15.

Ahora se ha encontrado que los derivados de ácido aminometanofosfónico, en parte conocidos, de fórmula



25. en la que R es el grupo NH_2 o el radical $-\text{NH}_3^{\oplus}\text{X}^{\ominus}$, significando X^{\ominus} un equivalente de un anión de un ácido orgánico o inorgánico, y R' y R'', independientemente una de otra, son alquilo con 1 a 6 átomos de carbono; un equivalente de un catión alcalino o alcalinotérreo; un equivalente de una base de nitrógeno protonada, respectivamente un compuesto que contiene un grupo NH_3^{\oplus} ; o hidrógeno, bajo la restricción de que R' y R'' pueden ser simultáneamente hidrógeno, tan solo si R representa
30. la agrupación $-\text{NH}_3^{\oplus}\text{X}^{\ominus}$, muestran fuertes propiedades reguladoras

427399

- 3 -



del crecimiento de plantas.

- Sorprendentemente, los derivados de ácido aminometanofosfónico aplicables según la invención muestran un efecto regulador de crecimiento de plantas considerablemente superior a aquel del cloruro de (2-cloroetil)-trimetil-amonio conocido del estado de la técnica, que es la substancia activa químicamente más parecida de igual tipo de acción. Ha de hacerse resaltar, en primer término, el hecho de que los derivados de ácido aminometanofosfónico se prestan mejor para la inhibición del crecimiento vegetativo de cereales, preferiblemente de trigo y cebada, que el cloruro de (2-cloroetil)-trimetil-amonio. Una inhibición del crecimiento vegetativo de cereales es ventajosa, en vista de que así es reducido el riesgo del doblamiento o de echarse por el suelo de las plantas antes de la cosecha. Por consiguiente, las substancias a emplear según el invento representan un valioso enriquecimiento de la técnica.
- Los derivados de ácido aminometanofosfónico a aplicar según la invención están definidos terminantemente por la fórmula (I). En la fórmula (I), R representa preferiblemente el grupo NH_2 o el radical $-\text{NH}_3^{\oplus}\text{X}^{\ominus}$, en el cual X^{\ominus} representa preferiblemente un equivalente de un anión de un ácido carboxílico eventualmente substituido de un ácido halogenhídrico, de un halogeno-oxácido, del ácido nítrico o de un ácido conteniendo azufre, tal como por ejemplo ácido sulfúrico, o ácido sulfónico. R' y R'', independientemente una de otra, representan preferiblemente alquilo lineal o ramificado con 1 a 4 átomos de carbono, un equivalente de un catión de sodio, potasio, calcio o magnesio y, además, un equivalente de una base de nitrógeno protonada, tal como amoníaco, monoalquilamina, dial-



- quilamina, trialquilamina, cicloalquilamina, etilendiamina, pirrolidina, imidazol, piperidina, morfolina y anilina. Además, \bar{R}' y R'' independientemente una de otra representan un equivalente de la forma protonada de una hidracina, hidroxilamina, aminoalcohol, amidina o de una base de Schiff. Además, R' y R'' independientemente una de otra representan preferiblemente un equivalente de un amino-ácido protonado en el grupo NH_2 , tal como por ejemplo glicina, o de un éster de amino-ácido correspondientemente protonado, tal como por ejemplo éster etílico de glicina. Finalmente, R' y R'' representan preferiblemente hidrógeno; sin embargo, R' y R'' pueden ser simultáneamente hidrógeno tan solo en el caso de que R representa la agrupación $-NH_3^{\oplus}X^{\ominus}$.

- Como ejemplos de las sustancias aplicables según el invento, en detalle, sean mencionados:
15. monoéster de ácido O-metil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-etil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-n-propil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-iso-propil-aminometanofosfónico,
 20. monoéster de ácido O-n-butil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-iso-butil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-sec-butil-aminometanofosfónico,
 monoéster de ácido O-ter-butil-aminometanofosfónico;
 además, las mono-sales de sodio, potasio, amonio, calcio,
 25. magnesio, monometilamonio, dimetilamonio, monoetilamonio, dietilamonio y mono-ter-butilamonio de éstos monoésteres de ácidos O-alkil-aminometanofosfónicos, así como además sus monp-sales con pirrolidina, imidazol, piperidina, morfolina, glicina, éster etílico de glicina, anilina, hidracina, hidroxilamina, etanolamina y benzalanilina; además,
- 30.

427399

- 5 -



- diéster de ácido 0,0-dimetil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-dietil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-di-n-propil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-di-iso-propil-aminometanofosfónico,
5. diéster de ácido 0,0-di-n-butil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-di-iso-butil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-di-sec-butil-aminometanofosfónico,
diéster de ácido 0,0-di-ter-butil-aminometanofosfónico;
además,
10. aminometanofosfonato de potasio,
aminometanofosfonato de sodio,
aminometanofosfonato de calcio,
aminometanofosfonato de magnesio,
aminometanofosfonato de amonio,
15. aminometanofosfonato de metilamina,
aminometanofosfonato de dimetilamina,
aminometanofosfonato de trimetilamina,
aminometanofosfonato de etilamina,
aminometanofosfonato de dietilamina,
20. aminometanofosfonato de trietilamina,
aminometanofosfonato de ter-butilamina,
aminometanofosfonato de pirrolidina,
aminometanofosfonato de imidazol,
aminometanofosfonato de piperidina,
25. aminometanofosfonato de morfolina,
aminometanofosfonato de glicina,
aminometanofosfonato de éster de glicina,
aminometanofosfonato de hidracina,
aminometanofosfonato de anilina,
30. aminometanofosfonato de amidina,



- aminometanofosfonato de hidroxilamina,
aminometanofosfonato de ciclohexilamina,
aminometanofosfonato de 2-amino-etanol;
además, las correspondientes di-sales y,
además,
5. cloruro de ácido 0,0-dimetil-amonio-metil-fosfónico,
cloruro de ácido amino-metil-fosfónico,
bromuro de ácido amino-metil-fosfónico,
sulfato de di-(ácido amino-metil-fosfónico),
10. sulfonato de ácido amino-metil-fosfónico,
nitrato de ácido amino-metil-fosfónico,
acetato de ácido amino-metil-fosfónico,
dicloroacetato de ácido amino-metil-fosfónico,
tricloroacetato de ácido amino-metil-fosfónico.
15. Las sustancias a aplicar según el invento son en parte conocidas, por ejemplo: el diéster de ácido 0,0-diethyl-aminometanofosfónico, el monoéster de ácido 0-ethyl-aminometanofosfónico y su sal de anilina (compárese: Sinetezy Org. Soedinii Sbornik 2, 12-14 (1954); Justus Liebigs Ann. Chem. 748, 207-210 (1971); Chemical Abstracts 45, 8444 (1951) y Patente australiana No. 34.471/63). Pero su aplicación como agentes reguladores del crecimiento de plantas es nueva.
20. Algunas de las sustancias aplicables según el invento son nuevas, pero pueden ser producidas en forma sencilla según procedimientos conocidos.
25. Así se obtienen, por ejemplo, las sales alcalinas y de amonio del ácido aminometanofosfónico, así como sus sales con bases de nitrógeno, de tal manera a una preparación fangosa de ácido aminometanofosfónico en agua destilada, se agregan 1 ó 2 equivalentes de base. Para el aislamiento de los pro-
- 30.

427399

- 7 -



ductos de reacción, se concentra la solución de reacción por evaporación a 70°C en vacío y se deja el residuo que queda, durante algún tiempo a esta temperatura en vacío.

5. Las sales alcalinotérreas del ácido aminometanofosfónico son preparadas convenientemente de tal manera que se mezcla una solución acuosa de una sal alcalina del ácido aminometanosulfónico con una cantidad equivalente de una solución de sal alcalinotérrea. Los productos deseados que se precipitan en el transcurso de la reacción como sólidos, pueden ser aislados por simple filtración a succión.

10. Las sales de los monoésteres del ácido aminometanofosfónico pueden ser preparadas en una forma en principio igual a aquella de la preparación de las sales del ácido aminometanofosfónico. Pero, como producto de partida, no se emplea el ácido aminometanofosfónico libre, sino un correspondiente monoéster de éste ácido.

15. Los compuestos de la fórmula (I), en las cuales R representa el radical $-\overset{\oplus}{N}H_2X^{\ominus}$, son obtenibles por adición de un ácido suficientemente fuerte a soluciones o suspensiones acuosas del ácido aminometanofosfónico libre, respectivamente sus mono- o diésteres. Los compuestos pueden ser aislados por evaporación del disolvente en exceso a 70°C en vacío.

20. El ácido aminometanofosfónico necesario como producto de partida en la preparación de los compuestos aplicables según la invención, es conocido lo mismo que los ésteres del ácido aminometanofosfónico que también sirven de sustancias de partida [compárese: Chemical Abstracts 45, 8444 (1951)].

25. Los compuestos aplicados además como sustancias de partida son generalmente conocidos.

30. Algunas de las sustancias aplicables según el inven-



- to, hasta ahora no fueron descritas en la literatura. El nuevo grupo de sustancias está definido por la fórmula I, si R tiene el significado arriba especificado y R' y R'' independientemente una de otra representan un equivalente de un catión alcalino ó alcalino-térreo o un equivalente de una base de nitrógeno protonada, respectivamente de un compuesto que contiene un grupo NH_3^+ , o hidrógeno, bajo la restricción de que R' y R'' representan simultáneamente hidrógeno tan solo en el caso de representar R la agrupación $-\text{NH}_3^+\text{X}^-$.
- 5.
10. Las sustancias activas intervienen en el proceso fisiológico del crecimiento de las plantas y, por ésto, pueden ser empleadas como agentes reguladores del crecimiento de las plantas.
15. Los distintos efectos de las sustancias activas dependen esencialmente del momento de la aplicación en relación al estado de desarrollo de la semilla o de la planta, así como de las concentraciones aplicadas.
20. Agentes reguladores del crecimiento de plantas son aplicados para diversos fines que están en relación con el estado de desarrollo de la planta.
25. Con las sustancias según el invento puede inhibirse fuertemente el crecimiento de las plantas. Esta inhibición es de interés en el caso de gramíneas, a fin de reducir la frecuencia de la siega. Una inhibición del crecimiento vegetativo es también de gran importancia en el caso de cereales, en virtud de que con ella se reduce hasta se evita totalmente el peligro de que los tallos se echen por el suelo.
30. En el caso de muchas plantas cultivadas, la inhibición del crecimiento vegetativo permite una plantación más densa del cultivo, con el resultado de que puede lograrse un mayor

427399

- 9 -



- rendimiento calculado sobre la superficie del suelo. Un mecanismo ulterior del aumento del rendimiento reside en que las sustancias nutritivas son aprovechadas a mayor grado para la formación de flores y frutos, mientras que el crecimiento vegetativo es restringido.
5. Las sustancias activas según la invención pueden ser llevadas a las siguientes formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas se preparan en forma en si conocida por ejemplo por mezclado de las sustancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases licuados que se encuentran bajo presión y/o sustancias portadoras sólidas, eventualmente bajo utilización de agentes tensioactivos, vale decir emulsionantes y/o dispersantes y/o agentes espumantes. En
10. caso de utilización de agua como diluyente, puede utilizarse, como disolventes auxiliares por ejemplo también solventes orgánicos. Como disolventes líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos clorados
15. o hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos tales como ciclohexano, parafinas por ejemplo fracciones de petróleo, alcoholes tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres, cetonas tales como acetona, metiletilcetona,
20. metilisobutilcetona o ciclohexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, así como agua, bajo agentes diluyentes o portadores gaseosos licuados, se entienden aquellos líquidos que son gaseosos a temperatura normal y bajo presión normal, por ejemplo gases propulsores de aerosol, tales como hidrocarburos halogenados por ejem-
25. 30.



5. plo, freón; como portadores sólidos entran en consideración minerales naturales molidos tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas, y minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos, como agentes emulsionantes y/o espumantes entran en consideración: emulsionantes no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres polioxietilénicos de ácidos grasos, éteres polioxietilénicos de alcoholes grasos, por ejemplo éter alquilarilpoliglicólico, alquilsulfonatos, alquilsulfatos y arilsulfonatos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

15. Las formulaciones contienen generalmente entre 0,1 y 95 %, preferiblemente entre 0,5 y 90% en peso de substancia activa.

20. Las substancias activas pueden ser aplicadas como tales, en forma de sus formulaciones o de las formas de aplicación preparadas de las últimas, tales como soluciones, emulsiones, espumas, suspensiones, polvos, pastas y granulados en estado listo para el uso. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo por riego, rociada, pulverización, espolvoreo, esparcimiento, etc.

25. Las concentraciones pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se emplean concentraciones de 0,0005 a 2%, preferiblemente de 0,01 a 0,5%.

Además, por lo general, por hectárea del suelo, se aplican 0,1 a 100 kg, preferiblemente 1 a 10 kg de substancia activa.

30. En cuanto al tiempo de aplicación, vale que la aplicación de los agentes reguladores de crecimiento sea efectuada

427399

- 11 -



dentro de un lapso de tiempo preferido, cuya limitación exacta depende de las condiciones climáticas y vegetativas.

En los siguientes ejemplos se describe la actividad de las sustancias según el invento como agentes reguladores de crecimiento, sin excluir la posibilidad de aplicaciones ulteriores como agentes reguladores de crecimiento.

5.

Ejemplo A

Inhibición de crecimiento/trigo

Disolvente: 10 partes en peso de metanol

10.

Emulsivo: 2 partes en peso de monolaurato de polietileno-sorbitán.

Para la producción de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con las cantidades indicadas de disolvente y de emulsivo y se agrega agua hasta la concentración deseada.

15.

Sobre plantas jóvenes de trigo de una altura de 25 cm se rocía la preparación de sustancia activa hasta la formación de gotas sobre las mismas. Al cabo de 4 semanas se mide el crecimiento ulterior y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento ulterior de las plantas testigos. Significan 100% la interrupción del crecimiento y 0% en crecimiento correspondiente a aquel de las plantas testigos no tratadas.

20.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente tabla A.

25.

427399



T A B L A A

Inhibición de crecimiento/trigo

	Substancia activa	Concentración en ppm	Inhibición de crecimiento en % del crecimiento de las plantas testigos
5.	Agua (testigo)	-	0
	$\text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N}^{\oplus}(\text{CH}_3)_3$ (conocido)	Cl^{\ominus} 500	60
10.	$\begin{array}{c} \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	Na^{\oplus} 500	80
15.	$\begin{array}{c} \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	NH_4^{\oplus} 500	100
	$\begin{array}{c} \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	$\text{H}_3\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_3-\text{CH}_2\text{OH}$ 500	85
20.	$\begin{array}{c} \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{H} \\ \\ \text{N}^{\oplus}-\text{CH} \\ \quad \diagup \quad \diagdown \\ 3 \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$ 500	80
25.	<u>Ejemplo B</u> Inhibición de crecimiento/cebada Disolvente: 10 partes en peso de metanol. Emulsivo: 2 partes en peso de monolaurato de polietileno-sorbitán.		
30.	Para la producción de una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia		

427399

- 13 -



activa, con las cantidades de disolvente y de emulsivo y se agrega agua hasta la concentración deseada.

5. Sobre plantas jóvenes de cebada de una altura de 25 cm se rocía la preparación de sustancia activa hasta la formación de gotas sobre las mismas. Al cabo de 4 semanas se mide el crecimiento ulterior y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento ulterior de las plantas testigos. Significan 100% la interrupción del crecimiento y 0% un crecimiento correspondiente a aquel de las plantas testigos no tratadas.

10.

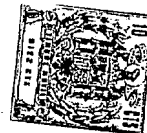
Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente tabla B.

T A B L A B

Inhibición de crecimiento/cebada

15.	Substancia activa	concentración en ppm	Inhibición de crecimiento en % del crecimiento de las plantas testigos
	Agua (testigo)	-	0
20.	$\text{ClCH}_2\text{-CH}_2\text{-N}^{\oplus}(\text{CH}_3)_3$ (conocido)	Cl^{\ominus} 500	35
	$\begin{array}{c} \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \end{array}$	Na^{\oplus} 500	75
25.	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \end{array}$	NH_4^{\oplus} 500	45
	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \end{array}$	$\text{H}_3\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{OH}$ 500	90
30.	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{O}^{\ominus} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \end{array}$		

427399



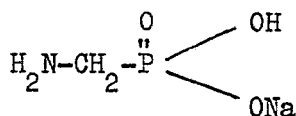
T A B L A B (continuación)

Substancia activa	concentración en ppm	Inhibición de crecimiento en % del crecimiento de las plantas testigos
-------------------	----------------------	--

5.	$\begin{array}{c} \ominus \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \oplus \\ \\ \text{H}_3\text{N}-\text{CH} \\ / \quad \backslash \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	500	80
----	---	---	-----	----

Ejemplos de preparaciónEjemplo 1:

10.



15.

A una suspensión de 11,11 g (0,1 mol) de ácido aminometanofosfónico en 50 ml de agua destilada se agrega una solución de 4 g (0,1 mol) de hidróxido de sodio en 20 ml de agua destilada, produciéndose formación de sal y formándose una solución clara. Subsiguientemente se concentra la solución por evaporación en vacío a una temperatura de baño de 70° hasta la sequedad. El residuo que queda, es desmenuzado y dejado durante otros 30 a 60 minutos a 70°C en vacío. Así se obtienen 6,65 g (100 % de la teoría) de aminometanofosfonato de sodio que se descompone al ser calentado hasta 320°C.

20.

Conforme a las indicaciones en el Ejemplo 1, pueden prepararse los siguientes compuestos:

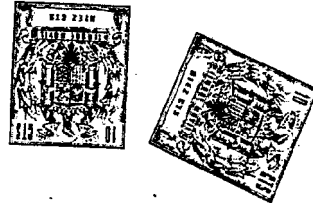


427399

427399

Ejemplo No.	Compuesto	Contenido de agua de cristalización (en moles)	Contenido de nitrógeno en % calculado	Contenido de nitrógeno en % encontrado	Comportamiento térmico
2	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{OK} \end{array}$	2,5	7,2	7,3	Desde 100°C desprendimiento de H ₂ O; descomposición a 310°C
3	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{ONH}_4 \end{array}$	0			Descomposición desde 270°C
4	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{NH}_3^+-\text{CH}_3 \end{array}$	0	19,7	19,2	Descomposición desde 160°C
5	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{NH}_2^+(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	1	16,1	16,1	Desde 100°C desprendimiento de H ₂ O; descomposición desde 277°C.
6	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{NH}_3^+-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$				Descomposición a 325°C.
7	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{NH}_2^+(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \end{array}$	0	15,2	14,7	Descomposición desde 275°C
8	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{H}_2\text{N}^+ \text{ (ciclohexil) } \end{array}$	1	14,0	14,4	Desde 140°C, desprendimiento de H ₂ O; descomposición desde 185°C.
9	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \quad \text{H}_2\text{N}^+ \text{ (ciclohexil) } \end{array}$	0	23,5	23,7	Descomposición desde 241°C

427399



Ejemplo No.

Compuesto

Conte
de ag
crista
ción
(les)

2	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{OK} \end{array} \end{array}$	
3	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{ONH}_4 \end{array} \end{array}$	
4	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{NH}_3^+-\text{CH}_3$	
5	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{NH}_2^+(\text{CH}_3)_2$	1
6	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{NH}_3^+-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	
7	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{NH}_2^+(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	0
8	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{H}_2\text{N}^+ \text{ (cyclopropyl)}$	1
9	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \begin{array}{l} \nearrow \text{OH} \\ \searrow \text{O}^- \end{array} \end{array} \quad \text{H}_2\text{N}^+ \text{ (cyclopentyl)}$	0

427399

Contenido de agua de cristalización (en moles)	Contenido de nitrógeno en % calculado	Contenido de nitrógeno encontrado	Comportamiento térmico
2,5	7,2	7,3	Desde 100°C desprendimiento de H ₂ O; descomposición a 310°C
0			Descomposición desde 270°C
0	19,7	19,2	Descomposición desde 160°C
1	16,1	16,1	Desde 100°C desprendimiento de H ₂ O; descomposición desde 277°C.
0,2			Descomposición a 325°C.
0	15,2	14,7	Descomposición desde 275°C
1	14,0	14,4	Desde 140°C, desprendimiento de H ₂ O; descomposición desde 185°C.
0	23,5	23,7	Descomposición desde 241°C



Ejemplo No.	Compuesto	Contenido de agua de cristalización (en moles).	Contenido de nitrógeno en % calculado	Contenido de nitrógeno encontrado	Comportamiento térmico
10	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$	0	14,1	14,0	Descomposición desde 265°C
11	$\left[\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array} \right]_2$	0	19,8	19,8	Descomposición desde 270°C (antes: sinterización)
12	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$	2/3	14,2	14,2	Descomposición desde 322°C
13	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$	0	13,2	12,8	Descomposición desde 268°C
14	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$	0,5	13,6	13,5	Descomposición desde 182°C
15	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$	0,5	12,5	12,5	Descomposición desde 254°C
16	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{P} \\ \quad \\ \text{O} \quad \ominus \end{array}$				Descomposición desde 242°C.

427399

- 16



Ejemplo No.

Compuesto

Conteni
agua de
talizac
(en mol

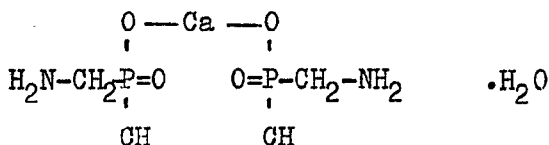
10	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{H}_2\text{N}^{\oplus}$	0
11	$\left[\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix} \right]_2$	$\text{H}_3\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_3^{\oplus}$	0
12	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{NH}_3^{\oplus}-\text{C}_4\text{H}_9$	2/
13	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{NH}^{\oplus}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$	0
14	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{H}_2\text{N}^{\oplus}$	0,
15	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{H}_3\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$	0,
16	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}}\begin{matrix} \text{OH} \\ \ominus \end{matrix}$	$\text{H}_3\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$	

427399

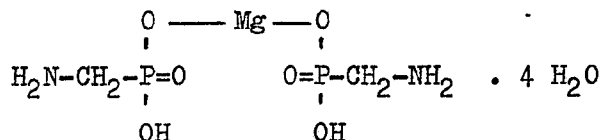
Contenido de agua de cristalización (en moles).	Contenido de nitrógeno en % calculado	nitrógeno encontrado	Comportamiento térmico
0	14,1	14,0	Descomposición desde 265°C
0	19,8	19,8	Descomposición desde 270°C (antes: sinterización)
2/3	14,2	14,2	Descomposición desde 322°C
0	13,2	12,8	Descomposición desde 268°C
0,5	13,6	13,5	Descomposición desde 182°C
0,5	12,5	12,5	Descomposición desde 254°C
			Descomposición desde 242°C.

427399

- 17 -

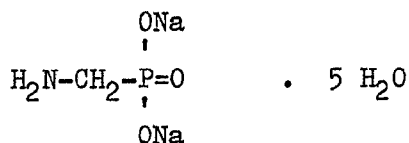
Ejemplo 17

5. A una suspensión de 22,22 g (0,2 moles) de ácido aminometanofosfónico en 100 ml de agua destilada se agrega una solución de 8 g (0,2 moles) de hidróxido de sodio en 40 ml de agua destilada. La solución clara así formada de la sal mono-sódica del ácido aminometanofosfónico es entonces mez-
10. clada bajo agitación con una solución de 11,10 g (0,1 mol) de cloruro de calcio en 40 ml de agua destilada. El precipitado formado es recogido por filtración a succión, lavado con agua y subsiguientemente secado. De esta manera se obtienen 27,8 g (100% de la teoría) de aminometanofosfonato de calcio que en el calentamiento hasta 355°C no funde.

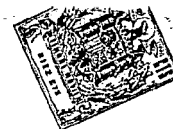
Ejemplo 18

20. Análogamente al método de preparación descrito en el Ejemplo 17, se obtiene también el aminometanofosfonato de magnesio. Rendimiento: 94% de la teoría.

25. Al calentarse esta sal, desde 100°C, procede un desprendimiento lento de agua; desde 264°C, la substancia se descompone bajo formación de espuma.

Ejemplo 19

30. A una suspensión de 11,11 g (0,1 mol) de ácido ami-



5. nometanofosfónico en 50 ml de agua destilada se agrega una solución de 8 g (0,2 moles) de hidróxido de sodio en 40 ml de agua destilada, produciéndose formación de sal y formándose una solución clara. Se concentra la solución subsiguientemente por evaporación en vacío a una temperatura de baño de 70°C hasta la sequedad. El residuo que queda, es desmenuzado y es dejado durante otros 30 a 60 minutos a 70°C en vacío. De esta manera se obtienen 24,15 g (98,6 % de la teoría) de la sal disódica del ácido aminometanofosfónico. En su calentamiento la sal se
10. comporta como sigue: A 84-85°C ocurre liquefacción; desde 124°C, el agua de cristalización hierve bajo resolidificación del residuo que hasta 355°C no vuelve a fundir.

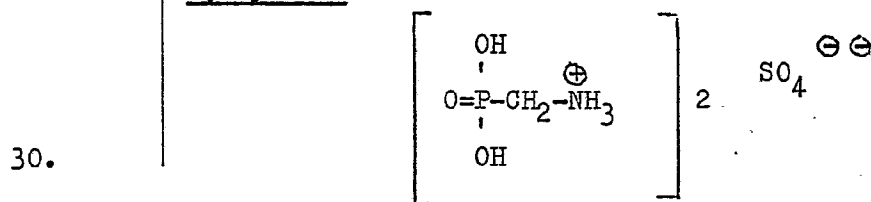
Ejemplo 20



- A una suspensión de 11,11 g (0,1 mol) de ácido aminometanofosfónico en 50 ml de agua destilada se agrega 0,1 mol de ácido clorhídrico, produciéndose formación de sal y formándose una solución clara. Subsiguientemente se concentra la solución por evaporación en vacío a una temperatura de baño de 70°C hasta la sequedad.
- 20.

- El residuo que queda, es desmenuzado y dejado durante otros 30 a 60 minutos a 70°C en vacío. De esta manera se
25. obtienen 14,6 g (99% de la teoría) de cloruro de ácido amonio-metil-fosfónico del P.f. = 170-172°C (descomposición).

Ejemplo 21





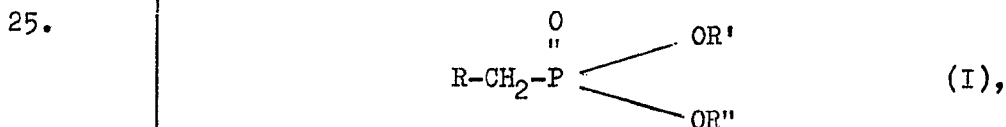
427399

5. En forma análoga al procedimiento descrito en el Ejemplo 20, se prepara el sulfato de di-(ácido amonio-metil-fosfónico), por reacción de ácido aminometanofosfónico con ácido sulfúrico. De esta manera se obtiene el sulfato de di-(ácido amonio-metil-fosfónico) del P.f. = 117-119°C.
Rendimiento: 100% de la teoría.

N O T A

10. 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 una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 19 de Junio de 1973, bajo el número P 23 31 187.7; 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 Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPOSICIONES REGULADORAS DEL CRECIMIENTO DE LAS PLANTAS; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.- Procedimiento de obtención de composiciones reguladoras del crecimiento de las plantas, caracterizado porque comprende mezclar derivados de ácido aminometanofosfónico de fórmula:



30. en la que R es el grupo NH₂ o el radical -NH₃⁺X⁻, significando X⁻ un equivalente de un anión de un ácido orgánico o inorgánico, y R' y R'', independientemente una de otra, son alquilo



- con 1 a 6 átomos de carbono; un equivalente de un catión alcalino o alcalinotérreo; un equivalente de una base de nitrógeno protonada, respectivamente un compuesto que contiene un grupo NH_3^+ ; o hidrógeno, bajo la restricción de que R' y R'' pueden ser simultáneamente hidrógeno tan solo si R representa la agrupación $\text{NH}_3^+ \text{X}^-$; con disolventes líquidos que contienen un material tensioactivo o con materiales de carga sólidos e inertes que, en caso dado, contienen un material tensioactivo, empleándose 0,1 - 95 partes en peso de sustancia activa por 99,9 - 5 partes en peso de materiales auxiliares.
- 5.
- 10.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente se emplean disolventes aromáticos, aromáticos clorados, parafinas, alcoholes, aminas o derivados amínicos; como materiales de carga sólidos, las molturaciones de minerales naturales o molturaciones de minerales sintéticos; y como materiales tensioactivos, emulsionantes no ionógenos o aniónicos, o lignina, desliviaciones sulfíticas o metilcelulosa.
- 15.

- 3.- Procedimiento de obtención de composiciones reguladoras del crecimiento de las plantas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 20.

Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 JUN. 1974

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.-

L. GOMEZ ACEBO Y NODES
p. p. Firmado: L. Goeta Fernández