

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



19 ES	21	NUMERO	458316	20 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION		

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES:	62 FECHA	63 PAIS
61 NUMERO		
682.243	3.5.76	EE.UU.

67 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07F	

64 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DERIVADOS DE N-FOSFONOMETILGLICINA"

71 SOLICITANTE (S)	MONSANTO COMPANY	(09-21-1078A SP)
--------------------	------------------	------------------

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63166, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)	Van Russell Gaertner
------------------	----------------------

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE	D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ	(P.- 65.703)
------------------	--------------------------------	--------------

1

Esta invención se refiere a una nueva clase de compuestos químicos orgánicos. Más particularmente, la invención se refiere a nuevos derivados de N-fosfonometilglicina, obtenidos haciendo reaccionar una sal de la glicina con un anhídrido cíclico. Se ha encontrado que esta

5

clase de compuestos son útiles como herbicidas de post-emergencia.

10

Las patentes de E.U.A. 3.799.758 y 3.868.407 describen el uso de N-fosfonometilglicina, y ciertos ésteres, amidas y sales de la misma, como fitotóxicos o herbicidas para destruir plantas indeseables. Una clase muy similar de compuestos, que incluyen también ciertos derivados N-acílicos simples, se describe en la patente de E.U.A. 3.853.530 como útiles para la regulación no letal del crecimiento o desarrollo natural de las plantas deseables, tales como los cultivos. Además, las patentes de E.U.A. 3.888.915, 3.910.969 y 3.933.946, describen otros diversos derivados N-sustituídos de N-fosfonometilglicina para cualquiera o ambos usos anteriormente mencionados.

15

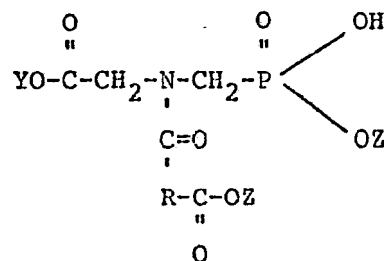
Los sustituyentes particulares descritos son nitroso, fenilsulfonamido e hidroxilo, respectivamente.

20

Los sustituyentes particulares descritos son nitroso, fenilsulfonamido e hidroxilo, respectivamente.

Los nuevos compuestos de la presente invención pueden ilustrarse por la fórmula

25

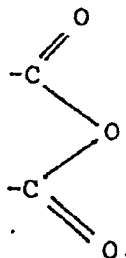


30

1 en donde Y se selecciona de hidrógeno, alquilo inferior y
metal alcalino, cada Z se selecciona de hidrógeno y metal
alcalino, y R se selecciona de vinileno, metilvinileno, al-
quileno que tiene una longitud de cadena de 2 a 3 átomos
5 de carbono entre las valencias libres y un total hasta de
8 átomos de carbono, los derivados monoclorados de dichos
vinileno y alquileno, fenileno, carboxifenileno, 3-nitrofe-
nileno, tolileno, ciclohexenileno, metilciclohexenileno,
cicloalquénileno de 4 a 6 átomos de carbono, dicarboxiciclo-
10 alquileno de 4 a 6 átomos de carbono en el anillo, dicar-
boxibenzoilfenileno, norbornenileno, norbornilideno, N-me-
tilpirrolilideno, piridilideno, picolilideno y tienilideno,
siempre que las valencias libres sobre los radicales cícli-
cos estén en relación orto con respecto a los átomos de
15 carbono de anillo. Como se emplea en la presente, el térmi-
no "alquilo inferior" connota los radicales de hidrocarbu-
ro alifáticos de cadena recta y ramificada, de 1 a 4 áto-
mos de carbono.

20 Dentro del género de la fórmula anterior, los
compuestos preferidos para los fines de esta invención son
aquéllos en los cuales R es fenileno, ciclohexenileno o
alquileno que tienen una longitud de cadena de 2 ó 3 áto-
mos de carbono entre las valencias libres, y un total has-
ta de 5 átomos de carbono.

25 Según se describirá más adelante, uno de los
reactivos empleados para preparar estos nuevos compuestos
es un anhídrido cíclico. Debe reconocerse que R en la fór-
mula anterior representa el núcleo central de tal anhídri-
do si se elimina el grupo.



1

5 Los radicales alquileo representados por R son aquéllos en los cuales la cadena se obtiene de anhídrido succínico o glutárico, e incluyen las cadenas sustituidas tales como las de anhídridos 3,3-dimetilglutárico, 2,4-dietilglutárico y 2,2-dipropilsuccínico. Los radicales cíclicos representados por R son aquéllos en los cuales el anillo se obtiene de anhídridos tales como anhídrido ftálico, los anhídridos tetrahydroftálicos isómeros, tri y hemimelítico, piridinotiofen y norbornanodicarboxílicos, cicloalcano-dicarboxílicos y similares. En el caso específico en el que R representa tolileno, debe comprenderse que éste incluye los anillos obtenidos de los anhídridos metilftálicos isómeros y también de anhídrido homoftálico (el radical α -2-tolileno).

10

15

20 Debe también reconocerse que los anhídridos cíclicos que se emplean como reactivos en la presente memoria incluyen ciertos dianhídridos tales como dianhídrido benzofenon-tetracarboxílico y los dianhídridos tetracarboxílicos cicloalifáticos. Como se ilustra en algunos de los ejemplos dados más adelante, la reacción se realiza a través de uno de los grupos de anhídrido mientras que el segundo grupo de anhídrido se abre para producir sustituyentes ortodicarboxílicos.

25

30 Los nuevos compuestos de la presente invención se preparan condensando el anhídrido cíclico apropiado con una sal de metal alcalino de N-fosfonometilglicina o con una sal de mono(metal alcalino) de un glicinato alquílico

1 inferior. Dichas sales se obtienen agregando el hidróxido
de metal alcalino a la N-fosfonometilglicina o al glicina-
to de la manera convencional, debiéndose entender que el
producto de dicha adición contendrá un grupo hidroxilo liga-
5 do al átomo de fósforo. El anhídrido y la sal pueden em-
plearse en cantidades aproximadamente equimolares, aunque
se prefiere emplear un exceso de dicho anhídrido para ayu-
dar al completamiento de la reacción.

10 Esta reacción se conduce generalmente a tempera-
tura aproximadamente igual al ambiente, y pueden usarse
medios de enfriamiento si ocurren incrementos exotérmicos.
Durante esta reacción, el pH debe estar en la escala de
aproximadamente 6 a 10, preferiblemente 7 a 9, y esta esca-
15 la de pH puede mantenerse fácilmente por adiciones periódicas de álcali, según sea necesario.

20 El producto de esta reacción es una tri-sal de la
fórmula anterior (en donde Y y cada Z son metal alcalino)
o una di-sal de glicinato (en donde Y es alquilo inferior
y cada Z es metal alcalino). Como se describe más adelante,
dicho producto puede usarse en esta forma, sin aislamiento
ni purificación, o puede acidificarse para eliminar el me-
tal alcalino. La acidificación del producto de reacción
puede lograrse en algunos casos por tratamiento con HCl,
aunque este procedimiento puede causar inversión parcial
25 o completa de la reacción. Se prefiere con mucho, por lo
tanto, acidificar el producto de sal a través de cromato-
grafía por intercambio iónico usando una resina de inter-
cambio de iones en la forma ácida.

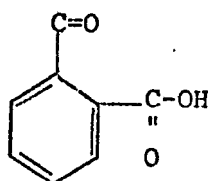
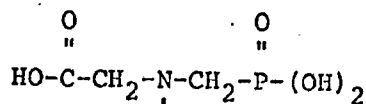
30 Los siguientes ejemplos ilustrativos, no limita-
tivos demostrarán además a los expertos en la técnica, la

1 forma en la cual se pueden preparar compuestos específicos de esta invención.

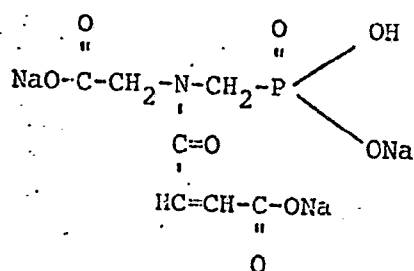
EJEMPLO I

5 Una suspensión de 16,9 g (0,10 moles) de N-fosfonometilglicina en 30 ml de agua, se trata de una sola vez con 16 g (0,2 moles) de hidróxido de sodio acuoso al 50%. Esta solución se agita y se enfría a 5-15°C para producir la sal disódica de dicha glicina. Una porción de 18,5 g
10 (0,125 moles) de anhídrido ftálico, molida a un polvo fino en un mortero, se agrega a la solución de sal con agitación vigorosa a 20-25°C. Periódicamente, se agrega hidróxido de sodio acuoso al 50% para mantener un pH de aproximadamente 6. Después de agitar durante la noche, se agregan 2,9 g más
15 de anhídrido ftálico, junto con hidróxido de sodio para mantener un pH de aproximadamente 8. La mezcla de reacción se concentra por debajo de 60°C y se seca para dar un vidrio espumado, quebradizo o frágil. Una porción de 10 g del producto en 40 ml de agua, se hace pasar entonces a través de
20 una columna de resina de intercambio de iones Dowex 50 en la forma ácida, y se recogen cortes de 50 ml. El segundo corte se seca dos veces para producir ácido N-carboximetil-N-(fosfonometil)ftalámico como un vidrio incoloro. El análisis elemental da 40,97% de carbono, 4,25% de hidrógeno y 9,34% de fósforo en comparación con valores calculados
25 de 41,65% , 3,81% y 9,77% para $C_{11}H_{12}NO_8P$.

30

EJEMPLO II

Se prepara una solución de la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo I, y se agregan, con agitación, 11 g (0,11 moles) de anhídrido maleico finamente molido. Se añade algo de hidróxido de sodio para mantener el pH casi en 9, y se añade una pequeña porción de éter para ayudar a disolver las partículas del anhídrido. Se continúa la agitación durante varios días, y se añaden porciones de 2 ó 4 g de anhídrido maleico hasta que no permanece ya más N-fosfonometilglicina en la mezcla de reacción. Durante este período, se añaden pequeñas porciones de hidróxido de sodio según sea necesario, para mantener un pH de aproximadamente 8. Cuando se completa la reacción, la mezcla se filtra, se enjuaga con agua, se concentra y después se seca. El producto, que contiene maleato disódico como subproducto, se obtiene como un vidrio incoloro, y se identifica por resonancia magnética nuclear (rmn), como la sal trisódica de ácido N-carboximetil-N-(fosfonometil)maleámico.

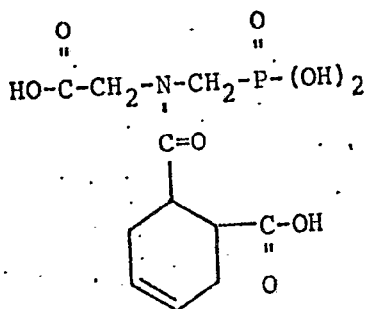


EJEMPLO III

Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo I, usando 8,5 g de la glicina en 15 ml de agua y aproximadamente 8,1 g de hidróxido de sodio. La solución de sal se enfría y se agita mientras se añaden 5,5 g de anhídrido succínico en porciones durante un período de aproximadamente 2 horas. Se añade hidróxido de sodio adicional periódicamente para mantener un pH en la escala deseada, y se continúa la agitación durante la noche. La mezcla de reacción se hace pasar a través de una columna de una resina de intercambio de iones en la forma ácida, y se seca a una goma incolora. Este producto se disuelve en agua y se hace pasar de nuevo a través de la columna. Los dos primeros cortes de 50 ml se secan se redisuelven y se vuelven a secar para producir ácido N-carboximetil-N-(fosfonometil)succinámico (en la forma del monohidrato) como un vidrio incoloro. El análisis elemental da 29,46% de carbono, 4,57% de hidrógeno y 10,58% de fósforo en comparación con valores calculados de 29,28%, 4,91% y 10,79% para $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{NO}_8\text{P} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

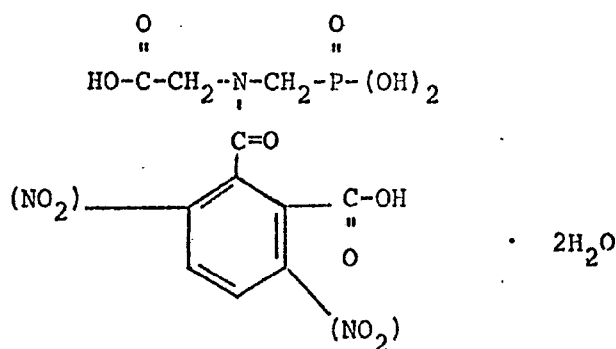
EJEMPLO V

Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo III. La solución de sal se agita y se enfría mientras se añaden 8,5 g de anhídrido 1,2,3,6-tetrahidroftálico en pequeñas porciones. Después de hacerse girar durante la noche, se agregan periódicamente 3 porciones más de 0,5 g de anhídrido, junto con hidróxido de sodio para mantener el pH por arriba de 8. La mezcla de reacción se concentra después, se seca, se redisuelve en agua y se hace pasar a través de una columna de una resina de intercambio de iones en la forma ácida. El segundo corte de 50 ml se seca para producir ácido N-carboximetil-N-fosfonometil-1,2,3,6-tetrahidroftalámico (en la forma del monohidrato) como un vidrio incoloro, desmenuzable. El análisis elemental da 40,15% de carbono, 5,31% de hidrógeno y 8,94% de fósforo en comparación con valores calculados de 38,95%, 5,35% y 9,13% para $C_{11}H_{16}NO_8P \cdot H_2O$.

EJEMPLO VI

Una solución de aproximadamente 0,042 moles de la sal disódica de N-fosfonometilglicina, se prepara como se describió anteriormente, y se añaden con agitación y enfriamiento, 8,67 g (0,045 moles) de anhídrido 3-nitroftáli-

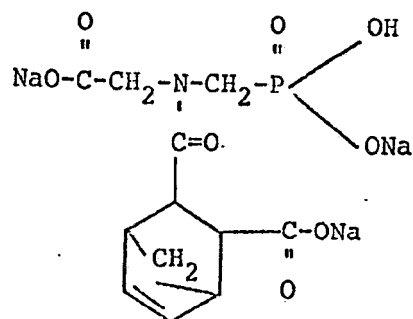
1 co. Se agregan periódicamente pequeñas porciones de hidró-
 xido de sodio acuoso al 50% para mantener el pH en el in-
 tervalo deseado, y se añaden 2 g de anhídrido para comple-
 5 tar la reacción. La mezcla de reacción secada y redisuelta
 se hace pasar a través de una columna de resina de inter-
 cambio de iones en la forma ácida. El segundo corte de 50
 ml se seca dos veces para producir ácido N-carboximetil-N-
 fosfonometil(3- y 6-nitro)ftálico (en la forma del dihi-
 drato) como un vidrio quebradizo, de color crema. El pro-
 10 ducto se concreciona a 80°C y muestra descomposición a
 165°C. El análisis elemental da 7,10% de nitrógeno y 7,59%
 de fósforo en comparación con valores calculados de 7,03% y
 7,78% para $C_{11}H_{11}N_2O_{10}P \cdot 2H_2O$.



EJEMPLO VII

25 Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilgli-
 cina como se describió en el ejemplo III, y se añaden 9,0 g
 de anhídrido 5-norborneno-2,3-dicarboxílico con agitación
 y enfriamiento. Después de hacerse girar durante la noche,
 se agrega una porción más de 3,0 g del anhídrido, y se aña-
 30 de una porción final de 0,5 g varias horas después para com-

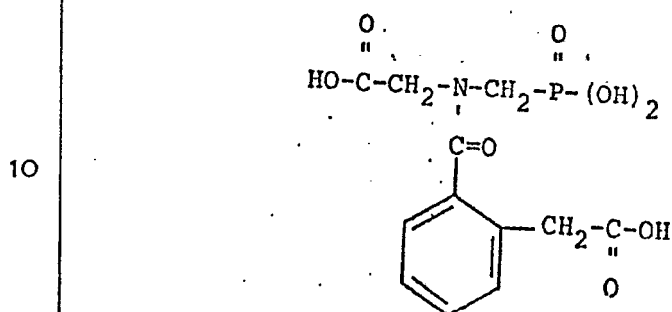
1 pletar la reacción. Durante este período, se añaden peque-
 5 fias cantidades de hidróxido de sodio para mantener el pH
 por arriba de 7. La mezcla de reacción se filtra después
 para producir un producto que contiene 5-norborneno-2,3-
 5 dicarboxilato disódico como un subproducto, como una solu-
 ción incolora. Dicho producto se identifica por rman como
 la sal trisódica de ácido N-carboximetil-N-fosfonometil-5-
 norborneno-2,3-dicarboxiámico.



EJEMPLO VIII

20 Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilgli-
 cina como se describió en el ejemplo III, y se añaden con
 agitación, 8,1 g de anhídrido homoftálico. Se agregan des-
 pués varias porciones pequeñas de 1 ó 1,5 g de anhídrido
 para completar la reacción, y se añade periódicamente hidró-
 25 xido de sodio acuoso para mantener el pH en la escala de-
 seada. La solución de reacción se diluye con agua, se filtra
 para separar los sólidos, y después se hace pasar a través
 de una columna de una resina de intercambio de iones en la
 forma ácida. Los dos primeros cortes de 50 ml se secan, se
 30 redisuelven en agua y se vuelven a secar para producir ácido

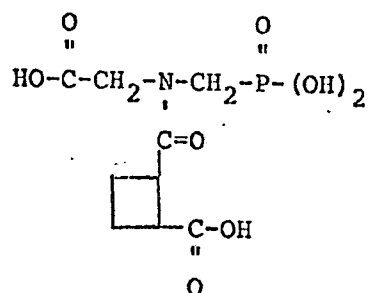
1 N-carboximetil-N-(fosfonometil)homoftalámico como un vidrio
 quebradizo, amarillo muy claro que concreciona a 80°C con
 descomposición a 155°C. El análisis elemental da 43,49%
 de carbono, 4,22% de hidrógeno y 8,77% de fósforo en compa-
 5 ración con valores calculados de 43,52%, 4,26% y 9,35%
 para $C_{12}H_{14}NO_8P$.



15 EJEMPLO IX

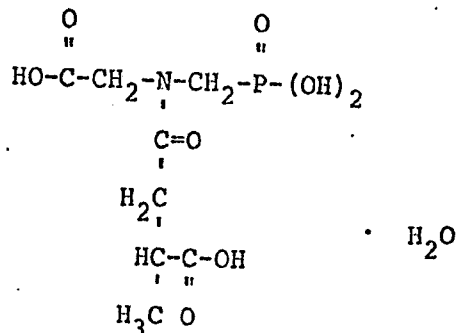
Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo III, y se añaden con agi-
 tación 6,3 g de anhídrido ciclobutano-1,2-dicarboxílico. Se
 añaden periódicamente unas cuantas gotas de hidróxido de
 20 sodio acuoso para mantener el pH en aproximadamente 8, y se
 agrega una porción adicional de 0,6 g de anhídrido para com-
 pletar la reacción. La mezcla de reacción se seca y se redi-
 suelve en agua, después de lo cual se hace pasar a través
 de una columna de una resina de intercambio de iones en la
 25 forma ácida. El segundo corte de 50 ml se seca dos veces
 para producir N-carboximetil-N-fosfonometil-2-carboxiciclo-
 butancarboxiamida como un vidrio quebradizo, blanco, que se
 concreciona a aproximadamente 87°C y muestra descomposición
 a 172°C. El análisis elemental da 35,64% de carbono, 4,69%
 30 de hidrógeno y 10,07% de fósforo en comparación con valores

1 calculados de 36,62%, 4,78% y 10,49% para $C_9H_{14}NO_8P$.



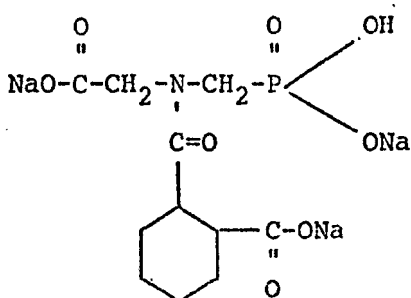
10 EJEMPLO X

Se prepara la sal disódica de N-fosfometilglicina como se describió en el ejemplo III, y se agregan con agitación, 6 g de anhídrido metilsuccínico. La mezcla se enfría y se añade hidróxido de sodio acuoso al 50% para mantener un pH de aproximadamente 8. Se añaden dos porciones adicionales de 1 g de anhídrido, junto con álcali para completar la reacción. El pH se baja después a menos de 8 con ácido acético, después de lo cual la mezcla de reacción se diluye con agua y se hace pasar a través de una columna de una resina de intercambio de iones en la forma ácida. El segundo corte de 50 ml se seca dos veces para producir ácido N-carboximetil-N-fosfometil-2-metilsuccinámico (en la forma del monohidrato) como un vidrio espumado. El análisis elemental da 32,77% de carbono, 5,10% de hidrógeno y 9,97% de fósforo en comparación con valores calculados de 31,90%, 5,35% y 10,28% para $C_8H_{14}NO_8P \cdot H_2O$.



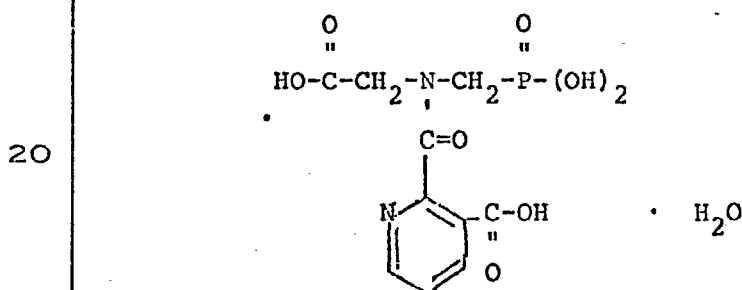
EJEMPLO XI

Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describe en el ejemplo III, y se añaden 8,5 g de anhídrido ciclohexano-1,2-dicarboxílico con agitación. El anhídrido se disuelve lentamente, y se añade hidróxido de sodio periódicamente en pequeñas cantidades para mantener un pH de aproximadamente 8. Se añade una porción adicional de 1,0 g del anhídrido para completar la reacción, y la mezcla de reacción se filtra para producir un producto como una solución incolora, que contiene ciclohexano-1,2-dicarboxilato disódico como subproducto. Dicho producto se identifica por rmn como la sal trisódica de ácido N-carboximetil-N-fosfonometil-2-carboxiciclohexan-carboxiámico.



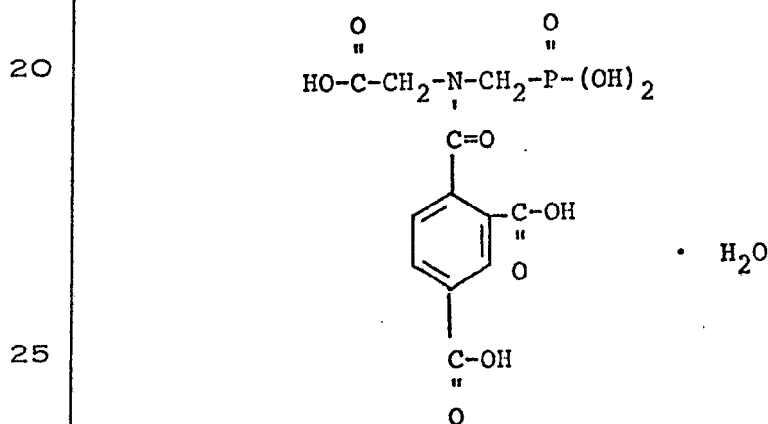
EJEMPLO XII

1 Se prepara la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo III, y se añaden con
 5 agitación 7,8 g de anhídrido 2,3-piridindicarboxílico. Se añaden dos porciones adicionales de 2 g del anhídrido para
 completar la reacción, y se añaden periódicamente cantidades pequeñas de hidróxido de sodio acuoso al 50%, para man-
 10 tener el pH en la escala deseada. La mezcla de reacción se hace pasar a través de una columna de una resina de inter-
 cambio de iones en la forma ácida, y los primeros cortes se secan dos veces para producir ácido N-carboximetil-N-(fosfo-
 15 nometil)quinolinámico (en la forma de monohidrato) como un sólido blanco desmenuzable. El análisis elemental da 36,23%
 de carbono, 3,89% de hidrógeno, 8,38% de nitrógeno y 9,24% de fósforo en comparación con valores calculados de 35,73%,
 3,90%, 8,33% y 9,21% para $C_{10}H_{11}N_2O_8P \cdot H_2O$

EJEMPLO XIII

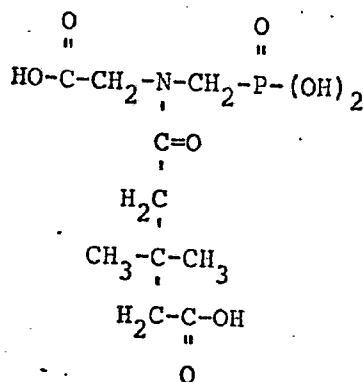
25 Se preparó una solución de la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describe en el ejemplo I, excep-
 to que se emplean 0,03 moles de la glicina y 0,06 moles del hidróxido. A esta solución se le añaden 6,4 g de anhídrido
 30 trimelítico con agitación, y se añaden periódicamente pe-

1 queñas cantidades de hidróxido de sodio acuoso al 50% para
 mantener un pH de 7-9. Además, se añaden porciones de 1,0 y
 2,0 g del anhídrido para completar la reacción. Se hace pa-
 5 sarse una porción de la mezcla de reacción a través de una
 columna de una resina de intercambio de iones en la forma
 ácida, después de lo cual se reúnen varios cortes y se hacen
 ligeramente alcalinos. Se añade 1,0 g adicional de anhídrido,
 junto con álcali, a la solución resultante, que se concen-
 tra después y se hace pasar a través de otra columna de in-
 10 tercambio de iones. Los dos primeros cortes de 20 ml se se-
 can dos veces para producir N-carboximetil-N-fosfometil-
 2,4-dicarboxibenzamida (en la forma del monohidrato) como
 un vidrio desmenuzable, incoloro. El análisis elemental da
 38,30% de carbono, 3,26% de hidrógeno, 3,82% de nitrógeno
 15 y 8,15% de fósforo en comparación con valores calculados
 de 38,00%, 3,72%, 3,69% y 8,16% para $C_{12}H_{12}NO_{10}P \cdot H_2O$



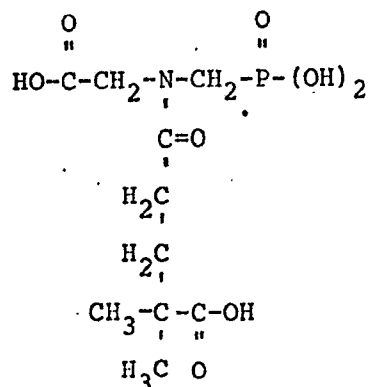
EJEMPLO XIV

Se preparó una solución de la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo XIII, y se añaden con agitación 4,7 g de anhídrido 3,3-dimetilglutárico. Se hacen adiciones periódicas de hidróxido de sodio acuoso al 50% para mantener un pH de 8-9, y se agregan porciones de 1,5 y 1,0 g adicionales de anhídrido para completar la reacción. La mezcla de reacción se hace pasar después a través de una columna de una resina cambiadora de iones en la forma ácida, y los tres primeros cortes de 20 ml se secan para producir ácido N-carboximetil-N-fosfometil-3,3-dimetilglutarámico como un vidrio incoloro. El análisis elemental da 39,18% de carbono, 6,06% de hidrógeno, 3,84% de nitrógeno y 8,38% de fósforo en comparación con valores calculados de 38,59%, 5,83%, 4,50% y 9,95% para $C_{10}H_{18}NO_8P$.

EJEMPLO XV

Se prepara una solución de la sal disódica de N-fosfonometilglicina como se describió en el ejemplo XIII, y se añaden con agitación 4,7 g de anhídrido 2,2-dimetilglutárico. Se hacen adiciones periódicas de pequeñas cantidades de hidróxido de sodio para mantener un pH de 8-9, y

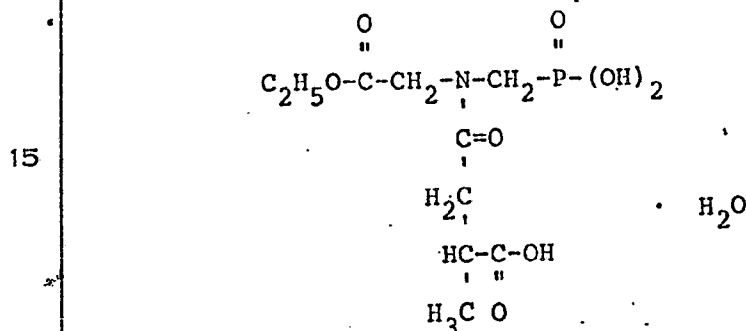
1 se agregan porciones adicionales de 2,0 y 1,5 g de anhídrido
 para completar la reacción. La mezcla de reacción se hace
 pasar después a través de una columna de una resina de in-
 5 tercambio de iones en la forma ácida. El segundo y tercer
 cortes de 20 ml se reúnen y se secan para producir ácido
 N-carboximetil-N-fosfonometil-2,2-dimetilglutarámico como
 un vidrio de color ámbar. El análisis elemental da 38,81%
 de carbono, 5,91% de hidrógeno, 4,06% de nitrógeno y 8,92%
 10 de fósforo en comparación con valores calculados de 38,59%,
 5,83%, 4,50% y 9,95% para $C_{10}H_{18}NO_8P$.



20 EJEMPLO XVI

Un recipiente de reacción adecuado se carga con
 3,94 g (0,02 moles) de N-fosfonometilglicinato de etilo en
 15 ml de agua. Mientras se enfría por debajo de aproximada-
 mente 15°C en un baño de hielo, se agrega hidróxido de so-
 25 dio acuoso al 50% para obtener un pH de aproximadamente 8.
 Se agregan después 2,51 g (0,022 moles) de anhídrido metil-
 succínico con agitación y se continúa el enfriamiento. Se
 agregan dos porciones adicionales de 1,0 g de anhídrido pa-
 30 ra completar la reacción, el pH manteniéndose con álcali adi-
 cional. La mezcla de reacción se diluye con agua y se hace

1 pasar a través de una columna de resina de intercambio de
iones en la forma ácida. Los primeros siete cortes de 20 ml
se reúnen en 20 ml de agua, y se añade una porción adicional
de 1,2 g de anhídrido. La mezcla de reacción resultante se
5 hace pasar a través de la columna, y los primeros cuatro
cortes de 20 ml se reúnen y se secan. El producto se enfría
en hielo seco para producir ácido N-carbetoximetil-N-(fos-
fonometil)-2-metilsuccinámico (en la forma del monohidrato)
como un vidrio-goma transparente. El análisis elemental da
10 4,01% de nitrógeno y 9,13% de fósforo en comparación con
valores calculados de 4,25% y 9,40% para $C_{10}H_{18}NO_8P \cdot H_2O$

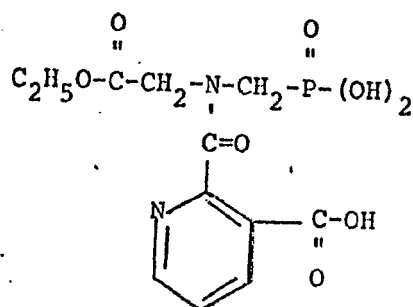


20 EJEMPLO XVII

Se enfría N-fosfonometilglicinato de etilo en
agua y se trata con hidróxido de sodio como se describió en
el ejemplo XVI. Se añaden después 3 g de anhídrido 2,3-pi-
ridinodicarboxílico con agitación. Se agregan dos porciones
25 adicionales de 1 g de anhídrido para completar la reacción,
el pH manteniéndose con álcali adicional. La mezcla de reac-
ción se diluye con agua y se hace pasar a través de una co-
lumna de resina de intercambio de iones en la forma ácida.
Los primeros seis cortes de 20 ml se reúnen y se secan para
30 producir ácido N-carbetoximetil-N-(fosfonometil)-quinolinámi-

1 co como un vidrio desmenuzable. El análisis elemental da
7,94% de nitrógeno y 8,93% de fósforo en comparación con
valores calculados de 8,09% y 8,95% para $C_{12}H_{15}N_2O_8P$.

5

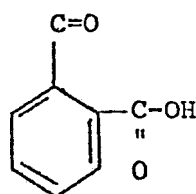
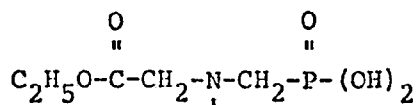


10

EJEMPLO XVIII

15 Un recipiente de reacción adecuado se carga con
5,47 g (0,02 moles) de N-(2-hidroxifenoxi)fosfonometil]gli-
cinato de etilo en 50 ml de agua, y se agrega hidróxido de
sodio acuoso al 50% con enfriamiento, para obtener un pH
justamente inferior a 8. Se agregan después 3,3 g (0,022
moles) de anhídrido ftálico en la forma de escamas, y el
20 nivel de pH se mantiene con pequeñas adiciones periódicas
de álcali hasta que se completa la reacción. La mezcla de
reacción se diluye con agua y se hace pasar a través de una
columna de una resina de intercambio de iones en la forma
ácida. El cuarto y quinto cortes de 20 ml se reúnen, se se-
25 can a una espuma y se resecan. El producto obtenido es áci-
do N-carboetoximetil-N-(fosfonometil)ftalámico como un vi-
drio higroscópico. El análisis elemental da 43,72% de car-
bono, 4,76% de hidrógeno y 9,20% de fósforo en comparación
con valores calculados de 43,25%, 4,84% y 9,29% para

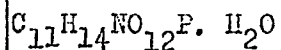
30 $C_{13}H_{16}NO_8P$.

EJEMPLO XIX

A una porción de 28,6 g (0,03 moles) de la sal disódica de N-fosfonometilglicina, preparada como se describió en los ejemplos previos, se le añaden 4,2 g (0,015 moles) de anhídrido ciclobutano-1,2,3,4-tetracarboxílico.

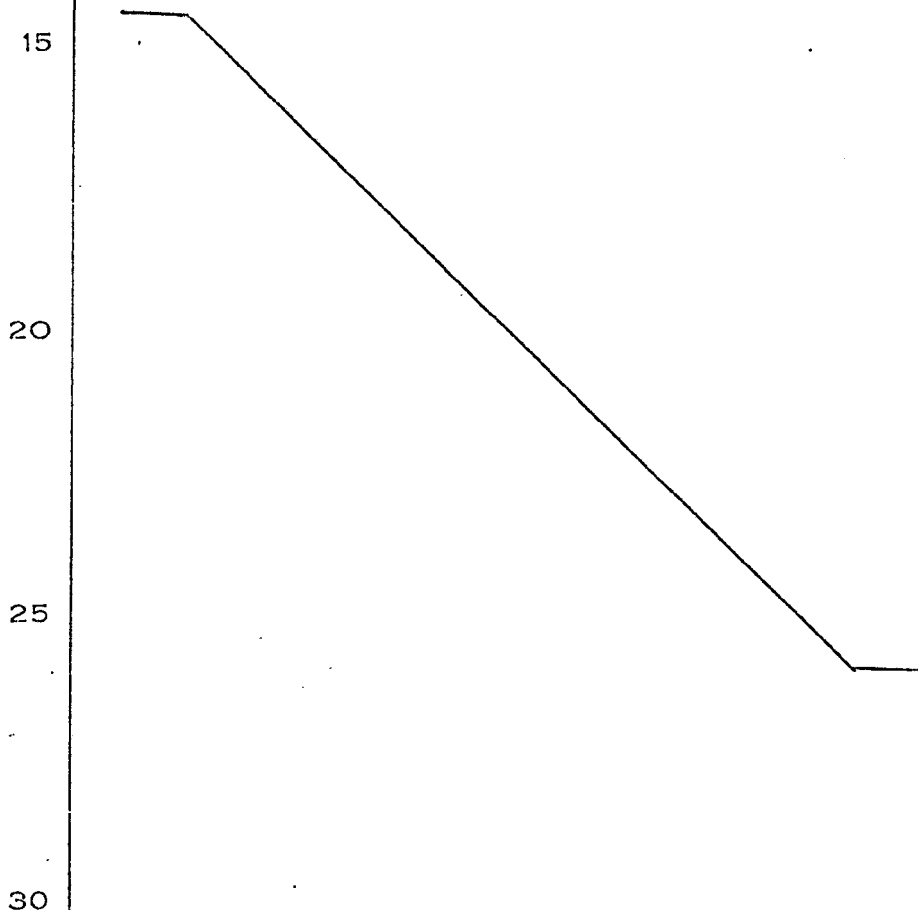
Se mantiene un pH de aproximadamente 8 con adiciones periódicas de álcali, y se añade anhídrido adicional en porciones de 4,2 g y 1,0 g, para completar la reacción. La mezcla de reacción se diluye con agua y se hace pasar a través de una columna de una resina de intercambio de iones en la forma

ácida. Los cortes segundo a cuarto, de 20 ml, se recogen y se secan para producir N-carboximetil-N-fosfonometil-2,3,4-tricarboxiciclobutanocarboxiamida (en la forma del monohidrato) como una espuma quebradiza, de color crema. El análisis elemental da 33,38% de carbono, 3,94% de hidrógeno, 3,27% de nitrógeno y 7,31% de fósforo en comparación con valores calculados de 32,93%, 4,02%, 3,49% y 7,72% para



1	<u>Respuesta de la Planta</u>	<u>Indice</u>
	0-24% muerta	0
	25-49% muertas	1
	50-74% muertas	2
5	75-99% muertas	3
	Todas muertas	4
	Especies no presentes	X

En dichos cuadros, SDF representa semanas después del tratamiento, y las especies de planta tratadas están representadas, cada una, por una letra clave de la manera siguiente:



1	A	-	Abrojo canadiense
	B	-	Cadillo
	C	-	Hoja aterciopelada
	D	-	Dondiego de día
5	E	-	Chual
	F	-	Hierba picante
	G	-	Junco de almendra
	H	-	Gramilla
	I	-	Pasto Johnson
10	J	-	Bromo velloso
	K	-	Pasto de granja
	L	-	Soja
	M	-	Remolacha azucarera
	N	-	Trigo
15	O	-	Arroz
	P	-	Sorgo
	Q	-	Alforfón silvestre
	R	-	Hemp Sesbania (cáñamo)
	S	-	Panicum Spp
20	T	-	Pasto silvestre

25

30

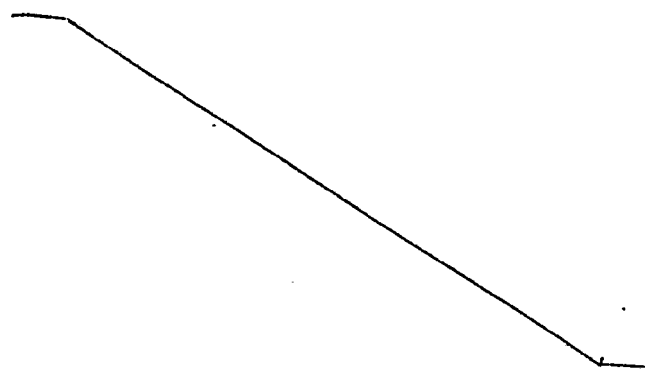


TABLA I.

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>											
			<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>	
I	2	11,2	4	3	2	2	4	4	2	4	2	3	3	4
	4	11,2	4	4	3	2	4	4	3	4	2	4	4	4
	2	5,6	2	2	2	1	#	3	2	3	2	4	4	4
	4	5,6	2	2	2	1	#	3	3	4	3	3	4	4
II	2	11,2	0	0	0	0	4	0	1	0	0	0	0	0
	2	5,6	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0
III	2	11,2	2	2	3	2	3	2	2	1	3	2	2	2
	4	11,2	2	2	3	2	2	1	2	2	4	3	2	2
	2	5,6	2	3	1	2	2	4	2	2	2	2	2	2
	4	5,6	2	4	1	3	1	4	3	3	4	1	3	3

TABLA I
(Continuación)
Especies de Plantas

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>	
IV	2	11,2	2	3	3	2	4	4	1	4	4	3	4	
	4	11,2	2	4	3	2	4	4	3	4	4	4	4	
	2	5,6	2	3	2	1	4	4	1	4	4	2	3	
	4	5,6	2	4	3	2	4	4	3	4	4	3	4	
	2	11,2	3	4	3	3	2	4	1	2	3	3	3	
	4	11,2	3	4	4	3	3	4	3	3	4	3	3	
	2	5,6	3	3	3	2	3	4	1	3	3	2	2	
	4	5,6	2	4	3	3	3	4	2	3	3	2	3	
	V	2	11,2	3	4	2	2	4	4	3	4	3	3	4
		4	11,2	4	4	3	2	4	4	3	4	3	4	4
2		5,6	2	2	1	1	2	4	3	1	3	1	3	
4		5,6	2	2	2	.2	2	4	3	2	4	1	4	

TABLA I

(Continuación)

Compuesto	SDT	kg/h	Especies de Plantas												
			A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K		
VI	2	11,2	3	2	1	1	3	2	2	3	3	2	4	2	3
	4	11,2	3	2	1	2	4	2	2	3	3	3	4	3	4
	2	5,6	2	2	1	1	2	2	3	2	2	1	2	1	2
	4	5,6	2	2	2	2	2	4	2	2	2	3	3	1	3
VII	2	11,2	4	4	3	3	4	4	4	4	3	4	4	2	4
	4	11,2	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4	4	2	4
	2	5,6	4	4	3	2	4	4	4	4	2	4	4	3	4
	4	5,6	4	4	3	2	4	4	4	4	2	4	4	3	4
	2	11,2	3	4	4	3	2	2	4	4	2	3	4	3	3
	4	11,2	4	4	4	4	1	4	4	4	3	3	4	3	3
2	5,6	3	4	3	2	1	1	1	4	1	1	1	3	2	
4	5,6	4	4	3	2	2	2	2	4	2	2	2	4	2	3

TABLA I.
(Continuación)

<u>Compuesto</u>	<u>SDF</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>												
			<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>		
VIII	2	11,2	2	3	1	1	3	4	2	2	3	3	2	3	3
	4	11,2	3	3	2	2	4	4	2	2	3	3	3	3	3
	2	5,6	3	1	2	1	2	3	1	1	1	1	1	1	2
	4	5,6	4	2	1	2	3	3	2	2	1	1	2	3	3
IX	2	11,2	4	3	2	1	3	4	2	2	3	4	2	4	4
	4	11,2	4	4	3	3	4	4	3	3	4	4	3	4	4
	2	5,6	2	2	2	1	1	3	1	2	4	4	2	3	3
	4	5,6	2	2	2	2	2	3	2	3	4	4	3	4	4
X	2	11,2	3	3	3	2	4	3	3	3	3	3	2	3	3
	4	11,2	4	4	4	3	4	4	3	4	4	4	4	4	4
	2	5,6	3	3	2	2	2	3	2	3	2	2	2	3	3
	4	5,6	3	4	3	2	2	4	3	4	4	4	3	3	3

TABLA I
(Continuación)

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>										
			<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
XI	2	11,2	1	2	1	1	3	3	3	1	2	1	3
	4	11,2	4	4	1	1	4	4	4	3	2	3	4
	2	5,6	1	1	1	1	2	3	1	1	2	1	3
	4	5,6	2	4	1	1	4	3	2	3	3	3	4
XII	2	11,2	2	2	3	2	3	4	2	2	2	3	3
	4	11,2	3	3	4	3	4	4	2	4	2	4	3
	2	5,6	4	1	1	1	1	4	1	2	1	1	3
	4	5,6	4	2	2	1	2	4	1	1	1	1	4
XIII	2	11,2	3	4	3	2	4	4	1	3	2	3	3
	4	11,2	4	4	4	2	4	4	2	4	3	4	4
	2	5,6	3	3	3	2	4	4	1	1	1	3	3
	4	5,6	3	3	3	2	4	4	2	1	1	3	3

TABLA I
(Continuación)

<u>Compuesto</u>	<u>SDF</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>										
			<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
XIV	2	11,2	3	2	3	2	3	3	1	3	1	3	3
	4	11,2	4	3	4	2	4	4	2	3	1	3	3
	2	5,6	2	2	2	2	3	3	1	2	0	2	3
	4	5,6	3	3	2	2	4	4	1	2	1	2	3
XV	2	11,2	4	2	3	2	3	3	1	2	0	2	3
	4	11,2	4	2	4	2	3	3	1	2	1	2	3
	2	5,6	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1
	4	5,6	2	2	1	1	2	1	1	1	1	1	1
XVI	2	11,2	3	3	3	2	4	4	3	3	3	3	3
	2	5,6	4	3	2	2	4	3	2	3	2	3	3
XVII	2	11,2	2	2	2	2	2	3	2	3	3	3	3
	2	5,6	1	1	1	1	1	3	1	1	1	2	2

TABLA II

Especies de Plantas

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
I	2	5,6	3	4	3	3	4	3	4	4	3	4	3	3	4	4	4	4
	4	5,6	3	4	3	4	4	3	4	4	3	4	4	3	4	4	4	4
	2	1,12	1	4	1	1	1	2	1	2	1	2	2	1	3	3	2	4
	4	1,12	1	4	2	1	3	2	2	2	2	3	3	1	3	4	3	4
	2	0,28	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1	1	0	1	2	1
	4	0,28	0	1	1	1	1	1	0	1	1	2	1	1	0	2	2	3
	2	0,056	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	1	0	0	2
III	2	5,6	3	4	3	3	3	3	3	3	2	4	4	2	3	4	3	3
	4	5,6	3	4	3	3	3	4	4	3	2	4	4	2	3	4	4	4
	2	1,12	1	2	1	1	2	1	1	1	1	1	2	1	2	3	2	3
	4	1,12	0	2	2	1	4	1	2	2	0	1	1	1	2	4	2	3
	2	0,28	0	0	1	0	1	1	0	1	0	1	1	0	1	1	1	2
	4	0,28	0	0	1	0	1	0	0	1	0	2	1	0	0	2	1	1

TABLA I
(Continuación)

Especies de Plantas

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>L</u>
IV	2	5,6	1	4	4	3	3	3	2	1	1	4	4	2	4	4	3	4
	4	5,6	1	4	4	3	4	4	3	1	1	4	4	2	4	4	4	4
	2	1,12	0	4	3	1	3	2	1	1	1	4	3	1	2	4	2	4
	4	1,12	0	4	3	3	3	2	2	1	1	4	3	1	3	4	3	4
	2	0,28	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	3
	2	0,056	0	0	0	0	0	0	≠	0	0	0	1	0	0	0	0	1
	2	5,6	3	4	3	4	4	4	4	3	3	3	4	4	3	4	4	4
	4	5,6	3	4	4	4	4	4	4	3	3	3	4	4	3	4	4	4
	2	1,12	1	3	3	1	2	2	2	2	2	2	4	4	1	2	4	3
	4	1,12	1	3	3	1	3	2	0	0	2	1	4	4	2	2	4	4
V	2	0,28	0	2	2	0	1	1	1	1	1	2	2	1	2	2	2	3
	4	0,28	0	2	1	1	2	1	1	2	0	1	4	0	2	4	2	4

TABLA II

(continuación)

<u>Compuesto</u>	<u>EDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>																	
			<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>		
	2	0,28	0	1	1	0	1	0	1	0	1	0	1	0	0	1	0	1	2	3
	4	0,28	0	1	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	0	1	0	1	1	3
	2	0,056	0	0	1	0	1	0	1	0	1	0	0	0	0	1	0	1	1	2
	2	0,056	0	0	0	0	1	0	1	0	0	2	0	0	1	3	2	2	2	3
VII	2	5,6	1	3	4	2	2	2	2	2	2	1	4	4	4	3	3	3	3	4
	4	5,6	1	4	4	2	2	3	2	1	1	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	2	1,12	1	3	3	3	2	3	2	1	1	3	1	1	2	4	2	2	2	3
	4	1,12	1	4	3	3	2	4	2	1	1	3	1	3	3	4	3	4	3	4
	2	0,28	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	1	1	3
	4	0,28	0	1	0	0	1	0	1	0	0	3	0	0	1	1	0	1	1	3
	2	0,056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2	0	0	1

TABLA II
(continuación)

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>																
			<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>	
XI	2	5,6	1	4	4	1	3	3	4	2	3	4	3	3	4	3	4	4	
	4	5,6	1	4	4	1	4	4	4	3	4	4	4	3	4	4	4	4	
	2	1,12	0	4	2	0	3	2	2	1	1	2	1	2	2	2	3	3	
	4	1,12	0	4	2	0	3	2	2	1	0	4	1	1	4	3	3	3	
	2	0,28	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	0	0	0	1	2	2	
	4	0,28	0	1	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	2	
	2	0,056	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	
	XII	2	5,6	3	4	4	4	2	3	2	2	4	4	4	2	4	4	3	3
		4	5,6	4	4	4	4	3	4	4	2	4	4	4	3	4	4	4	4
2		1,12	1	4	2	1	1	1	2	4	4	4	3	1	4	2	3	3	
4		1,12	1	4	2	3	2	2	4	2	4	4	4	3	4	3	4	4	
2		0,28	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	1	1	0	1	1	
4		0,28	1	2	1	1	1	1	1	1	2	2	0	0	2	0	0	0	
2		0,056	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	

TABLA II

<u>Compuesto</u>	<u>SDT</u>	<u>kg/h</u>	<u>Especies de Plantas</u>															
			<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
	4	1,12	1	1	1	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	1	1	1
	2	0,28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	2	1,12	1	3	1	1	1	2	2	3	1	4	4	1	4	3	4	4
	4	1,12	1	3	2	2	4	3	3	3	2	4	4	4	4	3	4	4
	2	0,28	0	0	1	0	1	1	0	0	0	2	4	0	2	1	3	3
	4	0,28	0	1	2	1	2	2	0	1	0	3	4	1	2	3	3	3
	2	0,056	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	1	0	0	0
XIX	2	5,6	3	4	3	3	3	2	3	2	2	4	3	2	3	3	3	3
	2	1,12	2	2	2	2	2	1	2	1	1	2	2	1	2	2	2	3
	2	0,28	1	2	1	1	1	1	0	0	0	1	0	0	0	1	1	1

1 En la Tabla I, las cuatro últimas líneas de datos
para el compuesto IV y las cuatro últimas líneas de datos
para el compuesto VII representan los resultados de las
pruebas en las cuales el ingrediente activo se aplica como
5 una simple solución acuosa sin el aditivo tensioactivo usa-
do en todas las otras pruebas.

De los datos expresados en los cuadros anteriores,
será evidente que los compuestos ilustrados de la presente
invención son herbicidas de post-emergencia efectivos. Sin
10 embargo, debe notarse que tales datos demuestran también
que estos compuestos exhiben una selectividad de acción con
respecto al espectro de especies de plantas empleadas en
los procedimientos de prueba. Ya que cada una de tales es-
pecies de plantas se selecciona como representante de una
15 familia mayor de plantas (v.gr., alforfón silvestre-poligo-
náceas; chual - quenopodiáceas), los expertos en la técnica
reconocerán fácilmente las situaciones agronómicas de cul-
tivo/hierba en donde esta selectividad será altamente desca-
ble.

20 Las composiciones fitotóxicas de esta invención,
incluyendo concentrados que requieren dilución antes de apli-
carse a las plantas, contienen por lo menos un ingrediente
activo y un auxiliar en forma líquida o sólida. Las composi-
ciones se preparan mezclando el ingrediente activo con un
25 auxiliar, incluyendo diluyentes, extendedores, vehículos y
agentes acondicionadores para proveer composiciones en la
forma de sólidos en partículas finamente divididas, píldo-
ras, soluciones, dispersiones o emulsiones. De tal manera,
el ingrediente activo puede usarse con un auxiliar tal como
30 un sólido finamente dividido, un líquido de origen orgánico,

1 agua, un agente humectante, un agente dispersante, un agente
emulsificante o cualquier combinación adecuada de éstos.
Desde el punto de vista de economía y conveniencia, el dilu-
yente preferido es agua, particularmente cuando el ingredien-
5 te activo es soluble en agua.

Las composiciones fitotóxicas de esta invención,
particularmente líquidas, contienen preferiblemente como
un agente acondicionador, uno o más agentes tensioactivos
en cantidades suficientes para hacer fácilmente dispersable
10 en agua o en aceite, una composición dada. La incorporación
de un agente tensioactivo en las composiciones mejora gran-
demente su eficacia. Por el término "agente tensioactivo"
se comprende que se incluyen agentes humectantes, agentes
dispersantes, agentes de suspensión y agentes emulsifican-
15 tes. Pueden usarse con igual facilidad agentes aniónicos,
catiónicos y no-iónicos.

Los agentes humectantes preferidos son alquilben-
cen y alquilnaftalensulfonatos, alcoholes grasos sulfatados,
aminas o amidas de ácido, ésteres de ácido de cadena larga
20 de isetonato de sodio, ésteres de sulfosuccinato de sodio,
ésteres de ácido graso sulfatado o sulfonado, sulfonatos del
petróleo, aceites vegetales sulfonados, derivados polioxieti-
lénicos de alquilfenoles (particularmente isooctilfenol y
nonilfenol) y derivados polioxietilénicos de ésteres de mono-
25 ácido graso superior de anhídridos de hexita (v.gr., sorbi-
tán); Los dispersantes preferidos son metilcelulosa, poli
(alcohol vinílico), ligninsulfonatos de sodio, alquilnafta-
lensulfonatos poliméricos, naftalensulfonato de sodio, poli-
metilen-bis-naftalensulfonatos y N-metil-N-(ácido de cadena
30 larga) tauratos de sodio.

1 Las composiciones de polvo dispersables en agua
pueden hacerse conteniendo uno o más ingredientes activos,
un extendedor sólido, inerte y uno o más agentes humectan-
tes y dispersantes. Los extendedores sólidos inertes son
5 usualmente de origen mineral, tales como las arcillas natu-
rales, tierra de diatomeas y minerales sintéticos derivados
de sílice y similares. Incluyen ejemplos de tales extendedo-
res, caolinitas, arcilla de atapulgita y silicato de magne-
sio sintético. Las composiciones dispersables en agua de
10 esta invención contienen usualmente de aproximadamente 5 a
aproximadamente 95 partes en peso de ingrediente activo, de
aproximadamente 0,25 a 25 partes en peso de agente humectan-
te, de aproximadamente 0,25 a 25 partes en peso de dispersan-
te y de 4,5 a 94,5 partes en peso de extendedor inerte, to-
15 das las partes estando en peso con respecto a la composi-
ción total. Cuando se requiere, pueden reemplazarse de apro-
ximadamente 0,1 a 2,0 partes en peso de extendedor inerte
por un inhibidor de corrosión o un agente antiespumante,
o ambos.

20 Las suspensiones acuosas pueden prepararse mez-
clando conjuntamente y moliendo un lodo acuoso de un ingre-
diente activo soluble en agua, en presencia de agentes dis-
persantes para obtener un lodo concentrado de partículas muy
finamente divididas. La suspensión acuosa concentrada, re-
25 sultante, está caracterizada por su tamaño de partículas
extremadamente pequeño, de manera que cuando se diluye y ro-
cia, el cubrimiento es muy uniforme y contiene usualmente
de 5 a aproximadamente 95 partes en peso de ingrediente ac-
tivo, de aproximadamente 0,25 a 25 partes en peso de agente
30 dispersante, y de aproximadamente 4,5 a 94,5 partes en peso

1 de agua.

Los aceites emulsificables son usualmente soluciones del ingrediente activo en solventes no miscibles con agua o parcialmente miscibles con agua, junto con un agente
5 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 aproximadamente 5 a 95 partes de ingrediente activo, de aproximada-
10 mente 1 a 50 partes de agente tensioactivo y de aproximadamente 4 a 94 partes de solvente, estando todas las partes en peso con base en el peso total de aceite emulsificable.

Aunque las composiciones de esta invención pueden también contener otros aditivos, por ejemplo, fertilizantes, fitotóxicos y reguladores del crecimiento de plantas, pesticidas y similares usados como auxiliares o en combinación con cualquiera de los auxiliares anteriormente
15 descritos, se prefiere emplear las composiciones de esta invención solas con tratamientos secuenciales con los otros fitotóxicos, fertilizantes y similares, para obtener efecto
20 máximo. Por ejemplo, el campo podría rociarse con una composición de esta invención, ya sea antes o después 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
25 fitotóxicos, etc, y aplicarse en una sola aplicación. Los productos químicos útiles en combinación con los ingredientes activos de esta invención, ya sea simultáneamente o secuencialmente incluyen, por ejemplo, triazinas, ureas, carbamatos, acetamidas, acetanilidas, uracilos, ácidos acéticos,

30

1 fenoles, tiolcarbamatos, triazoles, ácidos benzóicos, nitrilos y similares, tales como:

Acido 3-amino-2,5-diclorobenzoico

3-amino-1,2,4-triazol

5 2-metoxi-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina

2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina

2-cloro-N,N-dialilacetamida

dietilditiocarbamato de 2-cloroalilo

N'-(4-clorofenoxi)fenil-N,N-dimetilurea

10 Dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio

m-(3-clorofenil)carbamato de isopropilo

Acido 2,2-dicloropropiónico

N,N-diisopropiltiolcarbamato de S-2,3-dicloroalilo

Acido 2-metoxi-3,6-diclorobenzoico

15 2,6-diclorobenzonitrilo

N,N-dimetil-2,2-difenilacetamida

Sal de 6,7-dihidropiridol(1,2-a:2'-1'-c)pirazidinio

3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea

20 4,6-dinitro-o-sec-butilfenol

2-metil-4,6-dinitrofenol

N,N-dipropiltiolcarbamato de etilo

Acido 2,3,6-triclorofenilacético

5-bromo-3-isopropil-6-metiluracilo

25 3-(3,4-diclorofenil)-1-metoxi-1-metilurea

Acido 2-metil-4-clorofenoxiacético

3-(p-clorofenil)-1,1-dimetilurea

1-butil-3-(3,4-diclorofenil)-1-metilurea

Acido N-1-naftilftalámico

30 Sal de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio

1 2-cloro-4,6-bis(isopropilamino)-s-triazina
2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triazina
Eter 2,4-diclorofenil-4-nitrofenílico
alfa,alfa,alfa-trifluoro-2,6-dinitro-N,N-dipropil-
5 p-toluidina
Dipropiltiolcarbamato de S-propilo.
Acido 2,4-diclorofenoxiacético
N-isopropil-2-cloroacetanilida
2',6'-dietil-N-metoximetil-2-cloroacetanilida
10 Metanarsonato ácido monosódico
Metanarsonato disódico
N-(1,1-dimetilpropinil)-3,5-diclorobenzamida

15 Los fertilizantes útiles en combinación con los
ingredientes activos incluyen, por ejemplo, nitrato de
amonio, urea, potasa y superfosfato.

20 Cuando se opera de conformidad con la presente
invención, se aplican cantidades efectivas de glicinas a
las porciones de las plantas que se encuentran por arriba
del terreno. La aplicación de composiciones herbicidas
líquidas y sólidas en partículas a las porciones de las
plantas que se encuentran por arriba del terreno, puede
realizarse por métodos convencionales, v, gr., espolvoreado-
res mecánicos, aspersores mecánicos y manuales y espolvoreado-
25 res de aspersión. Las composiciones pueden también aplicar-
se desde aviones como un polvo o aspersión debido a su efec-
tividad a bajas dosis. La aplicación de composiciones herbi-
cidas a plantas acuáticas se realiza usualmente rociando
las composiciones sobre las plantas acuáticas en el área
30 en la cual se desea el control de las plantas acuáticas.

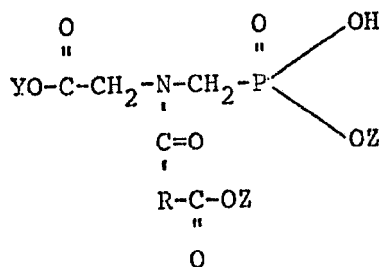
1 La aplicación de una cantidad efectiva de los
compuestos de esta invención a la planta es esencial y
crítica para la práctica de la presente invención. La can-
tidad exacta de ingrediente activo que va a emplearse de-
5 pende de la respuesta deseada en la planta así como otros
factores tales como la especie de la planta y la etapa
de desarrollo de la misma, y la cantidad de precipitación
pluvial así como la glicina específica empleada. En el
tratamiento foliar para el control del crecimiento vegeta-
10 tivo, los ingredientes activos se aplican en cantidades
de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 22,4 o más kg/
hectárea. En aplicaciones para el control de plantas acuá-
ticas, los ingredientes activos se aplican en cantidades
de aproximadamente 0,01 partes por millón a aproximadamen-
15 te 1000 partes por millón, con base en el medio acuático.
Una cantidad efectiva de control fitotóxico o herbicida es
aquella cantidad necesaria para el control global o selec-
tivo, es decir, una cantidad fitotóxica o herbicida. Se
cree que todos los expertos en la técnica pueden determinar
20 fácilmente de las enseñanzas de esta especificación, in-
cluyendo los ejemplos, el régimen de aplicación aproxima-
do.

 Aunque la invención se describe con respecto a
modificaciones específicas, sus detalles no deben interpre-
25 tarse como limitaciones, excepto en la extensión indicada
en las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

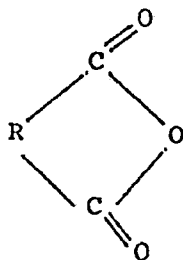
Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para preparar derivados de N-fosfonometilglicina de la fórmula



en donde Y se selecciona de hidrógeno, alquilo inferior y metal alcalino, cada Z se selecciona de hidrógeno y metal alcalino, y R se selecciona de vinileno, metilvinileno, alquileno que tienen una longitud de cadena de 2 a 3 átomos de carbono entre las valencias libres y un total hasta de 8 átomos de carbono, los derivados monoclorados de tales vinileno y alquileno, fenileno, carbóxifenileno, 3-nitrofenileno, tolileno, ciclohexenileno, metilciclohexenileno, cicloalquileno de 4 a 6 átomos de carbono, dicarboxicicloalquileno de 4 a 6 átomos de carbono en el anillo, dicarboxibenzoilfenileno, norborne--nileno, norbornilideno, N-metilpirrolilideno, piridilideno, picolilideno y tienilideno, con la condición de que las valencias libres sobre los radicales cíclicos -

1 deben estar en relación orto con respecto a los átomos
de carbono de anillo, caracterizado porque comprende ha
cer reaccionar una sal de di(metal alcalino) de N-fosfo
5 Nometilglicina o una sal de mono(metal alcalino) de - -
N-fosfonometilglicinato de alquilo inferior con un anhi
drido de la fórmula:



en donde R tiene el mismo significado que antes, el pH
de la mezcla de reacción manteniéndose en la escala de
15 aproximadamente 6 a 10.

20 2ª.- Un procedimiento de conformidad con la -
reivindicación 1ª, caracterizado además por el paso de
emplear por lo menos una cantidad equimolar de anhídri-
do con respecto a la glicina.

25 3ª.- Un procedimiento de conformidad con la -
reivindicación 1ª, caracterizado además por el paso de
mantener el pH de la mezcla de reacción en la escala de
aproximadamente 7 a 9.

30 4ª.- Un procedimiento de conformidad con la -
reivindicación 3ª, caracterizado además por el paso de
emplear un exceso molar del anhídrido con respecto a la
glicina.

1
5^a.- Un procedimiento de conformidad con la -
reivindicación 1^a, caracterizado además por el paso de
hacer pasar la mezcla de reacción a través de una resi-
na cambiadora de iones en la forma ácida.

5
6^a.- Un procedimiento para preparar derivados
de N-fosfonometilglicina.

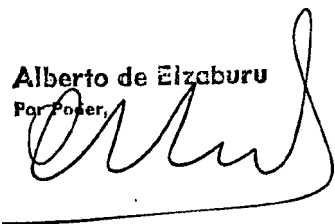
10
Tal y como se ha descrito en la Memoria que -
antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 10. JUN 1957

P.A.

15
Alberto de Elzaburu
Por Poder,



20

25

30
