



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO 476.485	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION 29.12.78	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

**PATENTE DE INVENCION**

FE 16-11-79

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 866.677	3.1.78	EE.UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07F; A01N	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SAL DE SODIO DE N-FOSFONOMETIL GLICINA"
--

71 SOLICITANTE (S) MONSANTO COMPANY
--

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

72 INVENTOR (ES) Erhard John Prill
---------------------------------------

73 TITULAR (ES)
-----------------

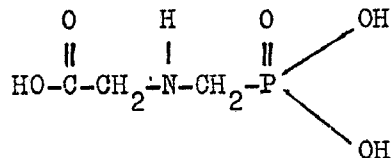
74 REPRESENTANTE D. OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ (p.- 70.642)
---

1

MEMORIA DESCRIPTIVA

La N-fosfometilglicina, de aquí en adelante denominada con su nombre común reconocido, glifosato, tiene la fórmula:

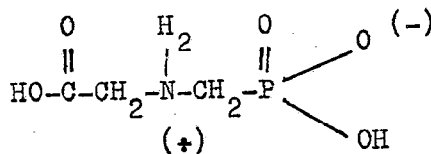
5



10

Ya que se cree que el compuesto existe como un zwitterión (ión híbrido) en el estado sólido, podría también ser representado como

15



20

El glifosato, y su uso como herbicida, se describe en E.U.A. 3.799.758, mientras que su uso como un regulador del crecimiento de las plantas, incluyendo el tratamiento de caña de azúcar, se describe en E.U.A. 3.853.530. Cada una de las patentes incluye dentro de su descripción, entre otros, las sales de metal alcalino de glifosato, y las sales de mono-, di- y trisodio se identifican específicamente.

25

Se ha encontrado ahora que la sesquisal de sodio de glifosato es un compuesto nuevo y singular que posee las utilidades agrícolas anteriormente mencionadas. Además, se ha encontrado que el sesquiglifosato de sodio posee otras propiedades distintas y deseables que no son sugeridas por la técnica anterior, ni dichas propiedades están presentes en las así llamadas sales de sodio en dichas patentes.

30

1 La sesquisal de sodio de glifosato se prepara  
mediante la neutralización parcial del ácido con una base  
apropiada. La sal, por supuesto, tiene una relación molar  
de substancialmente 1,5 a 1 del catión sodio al anión gli-  
5 fosato. Las bases útiles para la neutralización incluyen  
carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, hidróxido de so-  
dio, sulfito de sodio, bisulfito de sodio, sulfuro de sodio,  
formiato de sodio, acetato de sodio, silicato de sodio y si-  
milares. Como es evidente, la fuente donadora para el catión  
10 sodio puede seleccionarse de un amplio intervalo de bases  
de ácidos tanto orgánicos como inorgánicos. El uso de hidró-  
xido de sodio se prefiere particularmente debido a su fácil  
disponibilidad, y también debido a la facilidad con la cual  
se recupera el producto de sesquisal deseado, después de la  
15 neutralización.

Según se indica en la columna 13, líneas 5-8 de  
la patente de E.U.A. 3.799.758, las sales de metal alcalino  
de glifosato son altamente solubles en agua. Esta es una  
propiedad deseable en ingredientes activos agrícolamente  
20 útiles, ya que tales ingredientes se producen y venden a  
menudo en formulaciones líquidas, y el diluyente más econó-  
mico y conveniente es agua. Tal solubilidad elevada en agua  
tipifica las así llamadas sales mono-, di- y trisódicas en  
la técnica anterior.

25 En otros muchos casos, los ingredientes activos  
agrícolamente útiles se producen y venden en formulaciones  
sólidas. Esto permite la aplicación de la formulación como  
un polvo o polvo fino por una parte o, por otra parte, pue-  
de añadirse la cantidad deseada de diluyente líquido a una  
30 formulación concentrada, sólida, en el sitio de aplicación

1 antes de usarse. Una ventaja significativa de dichas formulaciones secas es la reducción en el tamaño del recipiente y el peso de transporte.

5 Debido a su alta solubilidad en agua, las sales mono-, di- y trisódicas del glifosato no pueden obtenerse fácilmente en una forma cristalina, seca. Puede obtenerse un sólido vítreo, no cristalino, mediante deshidratación al vacío de una solución acuosa y concentrada de la sal, pero tales sólidos son extremadamente higroscópicos  
10 y forman rápidamente una torta húmeda cuando se exponen al aire. La cristalización a baja temperatura, a aproximadamente 0°C. o menos, puede emplearse para dar a estas sales en forma cristalina. Sin embargo, como se ilustra más adelante, este procedimiento requiere por lo menos varios días,  
15 y se considera por tanto que es ineconómicamente lento.

Se ha encontrado ahora que este problema no se encuentra con el sesquiglifosato de sodio que, aunque es también soluble en agua, cristaliza fácilmente de soluciones acuosas, concentradas. Por ejemplo, se neutralizaron  
20 33,86 g de glifosato al 99,6%, a 25°C., con 12,3 g de hidróxido de sodio al 98% en 21,5 g de agua. Se obtuvo una suspensión extremadamente viscosa de cristales y se extendió sobre una placa de vidrio para secarse. La sesquisal cristalina producida perdió posteriormente el agua por secado  
25 en un horno, indicando la presencia de agua de hidratación, y se determinó que antes del secado, el producto estaba en la forma de tetrahidrato. El producto hidratado se descompone a aproximadamente 235°C., mientras que el producto anhidro tiene un p.f. de más de 300°C.

30 Se realizó un número de neutralizaciones adi-

1 cionales usando más o menos de 1,5 moles del catión sodio  
por mol del anión glifosato. En algunas de estas operacio-  
nes, el glifosato fue de 99,6%, mientras que en otras ope-  
raciones se usó un glifosato de 95,3%. En cada operación,  
5 el producto cristalino se recogió y se secó hasta peso cons-  
tante a 70°C. Después se tituló con hidróxido de sodio  
normalizado para determinar la composición del producto  
de sal (sesqui + mono o sesqui + di, dependiendo de que la  
relación del reactivo sea mayor o menor que la estequiomé-  
trica de 1,5 : 1).  
10

Todas las operaciones se realizaron usando 0,1  
moles de glifosato, y el hidróxido de sodio se empleó como  
una solución aproximadamente al 30% en las operaciones  
1-10 (7,92 miliequivalentes/g) o como una solución de apro-  
ximadamente 45% en las operaciones 11-14 (10,87 miliequiva-  
lentes/g). El peso total de todos los reactivos en agua se  
mantuvo constante a 39,2 g. Los rendimientos se calcularon  
para el producto que cristalizó de una mezcla de reacción  
de concentración al 60% y se secó en un horno a 70°C. Los  
20 resultados de estas operaciones se tabulan a continuación.

25

30

PREPARACIONES DE SESQUIGLIFOSATO DE SODIO

Opera- ción	Relación molar		Análisis de gli- fosato, %	Rendi- miento, %	Composición, %		
	Glifosato	NaOH			Mono	Sesqui	Di
1	2,00	2,90	99,6	42,4	0,4	99,6	0
2	2,00	2,95	99,6	57,3	0,2	99,8	0
3	2,00	3,00	99,6	47,7	0	100,0	0
4	2,00	3,05	99,6	51,1	0	99,8	0,2
5	2,00	3,10	99,6	50,8	0	98,7	1,3
6	2,00	2,85	95,3	53,1	0,3	99,7	0
7	2,00	2,90	95,3	65,8	0,5	99,5	0
8	2,00	2,95	95,3	57,9	0,3	99,7	0
9	2,00	3,00	95,3	68,8	0,3	99,7	0
10	2,00	3,05	95,3	54,0	0,1	99,9	0
11	2,00	2,50	99,6	19,2	3,25	96,75	0
12	2,00	2,75	99,6	37,2	0,5	99,5	0
13	2,00	3,25	99,6	45,3	0	94,55	5,45
14	2,00	3,50	99,6	21,7	0	27,4	72,6

1 De estos datos, se verá que se obtienen porcen-  
tajes significativos de sesquiglifosato de sodio empleando  
de aproximadamente 1,25 a aproximadamente 1,75 moles del  
cación sodio por mol del glifosato. Como podría esperarse,  
5 las mezclas con las mono- o disales obtenidas en los lími-  
tes exteriores de la escala, presentan ciertas dificulta-  
des en la separación, y se prefiere emplear una escala de  
aproximadamente 1,45 a 1,55 moles de cación sodio por mol  
de glifosato. Esta mezcla más limitada sirve para aumentar  
10 al máximo los rendimientos de la sesquisal y para simplifi-  
car la recuperación del producto.

Los ejemplos que siguen ilustrarán la prepara-  
ción del sesquiglifosato de sodio mediante neutralización  
ácida con el cación sodio que se introduce a través de una  
15 variedad de fuentes.

#### Ejemplo 1

Una porción de 16,93 g (0,1 moles) de glifosato  
al 99,6%, se añadió lentamente, con enfriamiento, a una so-  
lución de 7,95 g (0,075 moles) de carbonato de sodio anhi-  
dro en 18,73 g de agua. La velocidad de adición fue dicta-  
da por la vigorosidad del desprendimiento de dióxido de car-  
bono. Después de adición completa, la mezcla de reacción  
se calentó a 70°C. para expulsar el dióxido de carbono res-  
25 tante. La mezcla de reacción se enfrió después, primero a  
temperatura ambiente, y posteriormente en un baño de hielo  
para obtener cristalización máxima. La masa cristalina se  
rompió, y después se aisló por filtración y se secó al aire  
para dar 9,99 g del producto. Dicho producto se secó ulte-  
riormente durante la noche a 70°C., lo que produjo una pér-  
30

1 dida de peso de 1,34 g. Esta pérdida representa 98% de la  
teórica para el tetrahidrato, habiéndose separado la peque-  
ña porción restante del agua de hidratación, por secado al  
aire. La titulación del producto anhidro con hidróxido de  
5 sodio normalizado mostró 99,63% de sesquiglifosato de sodio  
y 0,37% de la sal monosódica.

#### Ejemplo 2

Una porción de 16,93 g (0,1 moles) de glifosato  
10 al 99,6%, se añadió a una solución de 9,5 g (0,075 moles)  
de sulfito de sodio anhidro en 17,58 g de agua. La mezcla  
de reacción se calentó a ebullición para expulsar la mayor  
parte del dióxido de azufre. La separación del dióxido de  
azufre se completó por evaporación de dos porciones de 100  
15 ml de agua destilada, en la mezcla de reacción sobre un ba-  
ño de vapor, y después completando la evaporación hasta un  
residuo esencialmente seco. El último se secó durante la  
noche a 70°C. para dar 20,65 g de producto cristalino. La  
titulación con hidróxido de sodio normalizado mostró 99,51%  
20 de sesquiglifosato de sodio y 0,49% de la sal monosódica.

#### Ejemplo 3

Una porción de 16,93 g (0,1 moles) de glifosa-  
to al 99,6%, se añadió a una solución de 18,0 g (0,075 mo-  
25 les) de monohidrato de sulfuro de sodio en 50 g de agua.  
La adición se realizó lentamente para espumación moderada  
debido al desprendimiento rápido de ácido sulfhídrico ga-  
seoso. Después de que se completó la adición, la mezcla  
de reacción se transfirió a un plato de evaporación, y se  
30 separaron dos porciones de 100 ml de agua destilada sobre

1 un baño de vapor. El producto casi seco se trituró enton-  
ces con una espátula y se secó al aire en una cámara de  
temperatura/humedad constantes (23°C/humedad relativa de  
50%) para dar 23,68 g de producto en una forma hidratada.  
5 El secado durante la noche, de producto a 70°C, dió 20,15  
g y la pérdida de peso es equivalente a 97,9% de la teórica  
para el tetrahidrato. La titulación con hidróxido de sodio  
normalizado mostró 99,74% de sesquiglifosato de sodio y  
0,26% de la sal disódica.

10

#### Ejemplo 4

Una porción de 16,93 g (0,1 moles) de glifosato  
al 99,6%, se añadió a una solución de 0,15 moles de aceta-  
to de sodio anhidro en 19,08 g de agua. La mezcla de reac-  
15 ción se calentó hasta el punto de ebullición, y se observó  
un olor fuerte de ácido acético. Dicha mezcla se transfi-  
rió después a un plato de evaporación, y se separaron tres  
porciones de 100 ml de agua destilada sobre un baño de va-  
por con separación adicional de ácido acético. La separa-  
20 ción de agua se continuó para dar un residuo casi seco que  
se trituró y se secó durante la noche para separar el agua  
de hidratación, dejando 20,55 g. del producto anhidro. La  
titulación con hidróxido de sodio normalizado mostró 99,35%  
de sesquiglifosato de sodio y 0,65% de la sal disódica.

25

#### Ejemplo 5

Una porción de 16,93 g (0,1 moles) de glifosato  
al 99,6%, se añadió lentamente a una solución de 24,0 g de  
silicato de sodio (0,15 equivalentes molares de catión so-  
30 dio) en 150 ml de agua. La solución parcialmente gelificada

1 se calentó en un plato de evaporación sobre un baño de va-  
por, para separar agua, dejando un residuo granulado de  
30,52 g. Este residuo se extrajo tres veces con 200 ml de  
5 agua caliente. Los extractos con agua se evaporaron casi a  
sequedad sobre un baño de vapor, y después se calentaron  
durante la noche a 70°C. para dar 20,86 g del producto arhi-  
dro. La titulación con hidróxido de sodio normalizado mos-  
tró 99,88% de sesquiglifosato de sodio y 0,12% de la sal  
monosódica.

10 Con el fin de demostrar que el sesquiglifosato  
de sodio de esta invención es físicamente distinto y dife-  
rente de las sales monosódica y disódica, se prepararon  
cristales de cada sal y se sometieron a un estudio crista-  
lográfico de rayos-X. Los cristales de la sesquisal se  
15 obtuvieron usualmente como agujas o prismas finos, y fueron  
deseados cristales mayores. En un intento para satisfacer  
esta necesidad, se dejó evaporar lentamente una solución de  
la sesquisal en una bandeja petri cubierta con papel fil-  
tro. Se obtuvo una masa de cristales finos con unos cuan-  
20 tos cristales mayores fuera de la masa. En otra prueba, se  
dejó reposar una solución poco menos que saturada de la  
sesquisal en un matraz cubierto con un papel filtro. Se  
perdió lentamente el agua después de varios días, y se for-  
maron algunos cristales mayores. Estos cristales mayores,  
25 junto con los de la bandeja petri, fueron suministrados  
para el estudio de rayos-X.

30 Para preparar cristales de la monosal, una solu-  
ción de 4,10 g de hidróxido de sodio al 98% en 19,0 g de  
agua, se mantuvo a 25-30°C. mediante enfriamiento con un  
baño de hielo mientras se añadían lentamente 16,93 g de

1 -glifosato al 99,6%. La solución de sal al 50% resultante de  
positó 10,3 g (secados al aire) de cristales cúbicos des-  
pués de varios días en un congelador a  $-7^{\circ}\text{C}$ . No se observó  
pérdida de peso durante 4 horas a  $70^{\circ}\text{C}$ . Los cristales fue-  
5 ron relativamente grandes (3 mm o más) y se descompusieron  
a  $185^{\circ}\text{C}$ . en un tubo cerrado herméticamente cuando se colo-  
caron en un baño caliente. Estos cristales se suministra-  
ron para el estudio de rayos-X.

10 Para preparar los cristales de la disal, se aña-  
dieron lentamente 16,93 g del glifosato al 99,6% a una so-  
lución de 8,20 g. de hidróxido de sodio al 98% en 14,4 g de  
agua. La solución de sal al 60% se colocó en un congelador  
a  $-7^{\circ}\text{C}$  y se sembró después de varias horas. El material  
15 cristalino usado como siembra se obtuvo por reposo prolon-  
gado de unas cuantas gotas de la solución de sal disódica  
previamente preparada. Aproximadamente una semana después  
del sembrado, la solución se hizo una masa sólida de cris-  
tales. Una porción de 3,5 g de esta masa se suspendió con  
1,5 g de agua y se filtró, después de lo cual los crista-  
20 les se lavaron con agua de hielo. Los cristales se coloca-  
ron después en un horno a  $70^{\circ}\text{C}$ ., después de lo cual se trans-  
formaron en una masa fundida, secada. El resto de la prime-  
ra masa cristalina se suspendió con 15,5 g de agua, se fil-  
tró y se lavó con agua de hielo. Los cristales resultantes  
25 se secaron sobre un embudo de Buchner para dar prismas del  
tipo d vidrio, p.f.  $43-45^{\circ}\text{C}$ . Estos cristales perdieron  
agua durante la noche y se hicieron de aspecto gredoso. La  
preparación se repitió después, y los cristales lavados  
con agua de hielo se embotellaron húmedos y se suministra-  
30 ron para el estudio de rayos-X.

1 Los datos de los cristales obtenidos en el estudio se resumen en la tabla siguiente, siendo las cifras entre paréntesis la desviación normal estimada en las cifras menos significativas.

5

	<u>1,0 Na</u>	<u>2,0 Na</u>	<u>1,5 Na</u>
a, Å	7,126 (1)	6,732 (1)	11,09 (1)
b, Å	11,216 (2)	7,185 (1)	5,483 (1)
10 c, Å	9,680 (1)	17,808 (3)	15,031 (4)
$\alpha$ , grados	90,00	90,00	90,00
$\beta$ , grados	98,57 (1)	94,06 (1)	97,87 (2)
$\gamma$ , grados	90,00	90,00	90,00
15 V, Å <sup>3</sup>	765,0 (2)	813,2 (2)	905,5 (3)
Z	4	2	4
Grupo espacial	P2 <sub>1</sub> /c	P2 <sub>1</sub>	P2/N

20 Se determinó que la celda unitaria para la monosal contiene 4 moléculas de glifosato, 4 cationes sodio y 4 moléculas de agua, estando dicha monosal en la forma del monohidrato. La celda unitaria para la disal contiene 2 moléculas de glifosato, 4 cationes sodio y 18 moléculas de agua, estando dicha disal en la forma del nonahidrato. La

25 celda unitaria para la sesquisal contiene 4 moléculas de glifosato, 6 cationes sodio y 8 moléculas de agua, estando dicha sesquisal en la forma del tetrahidrato.

30 Los resultados de la determinación de la estructura cristalográfica por rayos X demuestran claramente que



1 tes 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 proporción. La aplicación del trata-  
5 miento al caso se hace generalmente de aproximadamente 2 a  
12 semanas antes de la fecha de cosecha programada. Preferi-  
blemente, tales aplicaciones se hacen de 3 a 10 semanas an-  
tes de dicha fecha.

En esta prueba, se tratan los tallos o carri-  
zos individuales de caña de azúcar con compuestos de esta  
10 invención aproximadamente 4 a 5 semanas antes de la cose-  
cha. Para evitar errores en el muestreo, se emplean en es-  
tas pruebas las cañas más antiguas, de preferiblemente 13  
a 23 semanas de edad. Para cada compuesto empleado, se uti-  
lizan por lo menos 5 tallos o carrizos, se tratan, y los  
15 valores totales obtenidos se promedian para cada tallo. Un  
número idéntico de tallos de caña de azúcar no tratados, de  
la misma edad, se tratan similarmente para proporcionar un  
testigo. Una comparación de los valores obtenidos para la  
caña tratada con la muestra testigo proporciona medios con-  
20 venientes para determinar la efectividad de regulación de  
estos compuestos.

Los análisis se realizan mediante el método  
de prensado desarrollado por T. Tanimoto y publicado en  
Hawaiian Planters' Record, Volumen 57, páginas 133-150 (1964).  
25 Los datos se expresan como pureza de jugo y porcentaje de  
Pol de Caña. El porcentaje Pol de Caña es una determinación  
polarimétrica y es igual al porcentaje de sacarosa si es  
ésta la única substancia en la solución que hará girar el  
plano de la luz polarizada. Una determinación del porcen-  
30 taje Pol de Caña es considerada por los expertos en la

1 técnica como un medio efectivo para determinar el contenido de sacarosa del jugo de caña de azúcar.

Con el fin de convertir un cambio en el porcentaje Pol de Caña a un cambio correspondiente en la cantidad  
5 de azúcar obtenida, es primeramente necesario conocer el rendimiento normal promedio del azúcar en la zona bajo prueba. Aquí, las pruebas se realizan en una región en donde se cosechan aproximadamente 225 a 245 toneladas métricas/ha de caña, y se obtienen aproximadamente 22,5 toneladas métricas de azúcar de esta cantidad de caña. Con este  
10 rendimiento normal promedio de 22,5 toneladas métricas/ha, un incremento de solo 0,1% Pol de Caña se traduce en un incremento de aproximadamente 225 kg de azúcar/ha.

Se disuelven aproximadamente 38 mg de la sesquisal (sobre una base de equivalentes ácidos) en aproximadamente 0,3 ml de agua. A esta solución se le añade una pequeña cantidad (aproximadamente 0,1% del volumen final) de un agente tensioactivo no iónico, comercial (nonilfenol etoxilado para contener aproximadamente 9,5 moles de óxido  
20 de etileno por mol de nonilfenol). Dicha solución se aplica después al verticilo de cada uno de los tallos que se van a ensayar, con la excepción de los tallos testigo. En el momento de la aplicación, el internodo número 13 sobre cada tallo se marca como un punto de referencia. A las 4 ó 5  
25 semanas después del tratamiento (SDT), las plantas se cosechan, y la porción del punto de referencia al vértice de cada tallo de un grupo tratado o no tratado, se separa, se reúne y se analiza como se describe. Los resultados obtenidos son como sigue:

30

1

	4 SDT		5 SDT	
	Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
5 Tratado	76,97	9,25	78,23	9,54
No tratado	65,78	5,73	65,88	6,79

#### Ejemplo B

10 En la misma zona geográfica, se conducen también pruebas sobre pequeñas parcelas de caña de azúcar, haciéndose aplicaciones por medio de aspersores manuales. La formulación contiene aproximadamente 74,5% de la sesqui-

15 sal de esta invención, 2% de un agente tensioactivo aniónico, comercial, (un complejo de ácido benzoico y dioctilsulfosuccinato de sodio), 9,5% de un complejo de dodecanotiol/urea y 14% de urea. Los últimos dos ingredientes sirven para inhibir la corrosión de recipientes metálicos y equipo de aspersión. La formulación se diluye con agua para asper-

20 sión, y se aplica a la caña de azúcar a cada una de las diferentes proporciones (sobre una base de equivalentes de ácido) anotados más adelante. El volumen de agua es de aproximadamente 185 litros/ha, y se cosechan partes de las parcelas tratadas y no tratadas a varios intervalos y se procesan como se describe en el Ejemplo I. Los resultados obtenidos son como sigue:

25

30

1 Proporción de Aplicación: 0,56 kg/ha.

SDT	No Tratado		Tratado	
	Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
4	70,55	7,55	84,39	12,36
5	74,93	8,37	85,07	11,87
6	75,33	9,50	81,96	11,54
7	75,16	8,11	83,96	12,68
8	78,39	9,06	85,57	12,86
9	75,58	8,41	87,52	13,67
10	70,60	7,05	86,03	13,50
12	68,06	6,68	85,01	12,18

15 Proporción de Aplicación: 0,84 kg/ha.

SDT	No tratado		Tratado	
	Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
4	70,55	7,55	80,69	10,57
5	74,93	8,37	86,46	12,32
6	75,33	9,50	89,09	14,17
7	75,16	8,11	89,20	14,89
8	78,39	9,06	89,24	14,31
9	75,58	8,41	90,22	15,50
10	70,60	7,05	89,16	15,13
12	68,06	6,68	84,41	11,83

30

1 Proporción de Aplicación: 1,12 kg/ha.

5	SDT	No Tratado		Tratado	
		Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
	4	70,55	7,55	84,84	11,83
	5	74,93	8,37	86,31	13,10
	6	75,33	9,50	88,19	14,14
10	7	75,16	8,11	88,09	14,72
	8	78,39	9,06	88,60	14,53
	9	75,58	8,41	91,66	16,39
	10	70,60	7,05	89,84	14,81
	12	68,06	6,68	88,86	14,42

15 Proporción de Aplicación: 2,24 kg/ha.

20	SDT	No tratado		Tratado	
		Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
	4	70,55	7,55	85,39	11,83
	5	74,93	8,37	82,95	10,95
	6	75,33	9,50	83,49	11,71
	7	75,16	8,11	91,11	15,13
	8	78,39	9,06	87,97	15,14
25	9	75,58	8,41	90,82	15,76
	10	70,60	7,05	87,98	13,33
	12	68,06	6,68	89,15	16,15

30

1 -Proporción de Aplicación: 4,48 kg/ha.

5	SDT	No Tratado		Tratado	
		Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
	4	70,55	7,55	76,71	8,62
	5	74,93	8,37	81,88	10,15
	6	75,33	9,50	82,11	10,53
	7	75,16	8,11	80,88	10,23
10	8	78,39	9,06	78,08	9,19
	9	75,58	8,41	77,82	8,74
	10	70,60	7,05	76,38	8,36
	12	68,06	6,68	79,46	9,84

15

#### Ejemplo C

En una zona geográfica diferente, pequeñas parcelas de campo de caña de azúcar que han sido desarrolladas durante aproximadamente 14 meses, se tratan substancialmente con la misma formulación de la sesquisal empleada en el Ejemplo II. El volumen de agua de dilución es de aproximadamente 300 litros/ha, y la aplicación se realiza por medio de un aspersor hecho funcionar con CO<sub>2</sub>. Se toman 20 tallos de caña como muestra en cada fecha de cosecha, y cada tallo se poda y corta en la parte superior en el punto de unión de la quinta a sexta vaina de hoja. En los resultados de esta prueba presentados a continuación, ARE representa el azúcar recuperable estimado en toneladas/ha.

30

	2 SDT		5 SDT		8 SDT		12 SDT	
	PJ	ARE	PJ	ARE	PJ	ARE	PJ	ARE
No tratado	81,8	8,78	80,4	10,14	83,7	13,21	87,3	15,55
0,22 (kg/ha)	82,7	10,18	80,8	11,69	85,5	15,20	88,3	16,78
0,45 (kg/ha)	82,1	10,32	81,2	12,17	87,0	16,25	88,4	17,09
0,67 (kg/ha)	80,8	9,60	81,4	11,69	88,2	16,30	89,4	17,76
1,12 (kg/ha)	81,9	9,83	80,4	11,63	87,4	15,34	88,3	15,94

PJ = Pureza de jugo

1

Ejemplo D

5

10

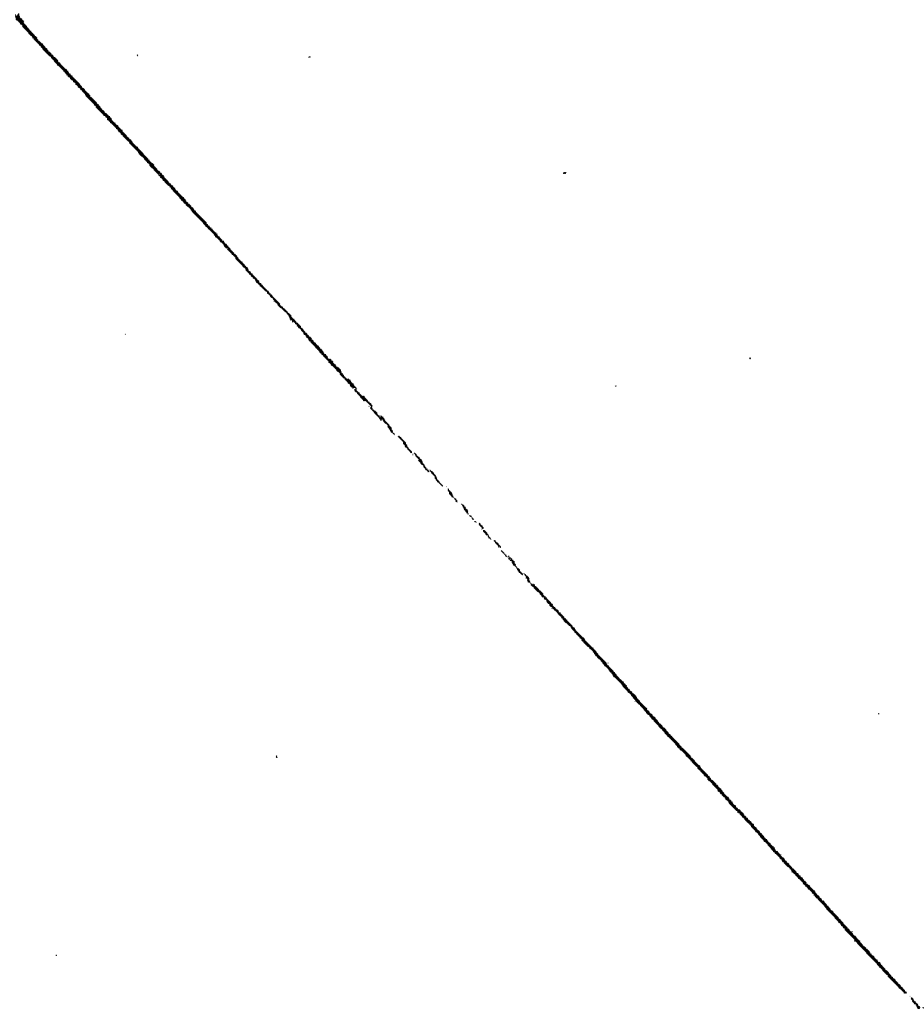
15

20

25

30

En una tercera zona geográfica del mundo, pequeñas parcelas de campo de caña de azúcar que han sido desarrolladas durante aproximadamente 8 meses, se tratan substancialmente con la misma formulación de la sesquisal empleada en el ejemplo II. La aplicación se realiza por medio de un aspersor manual, y el volumen del agua de dilución es de aproximadamente 385-390 litros/ha. Las muestras en cada fecha de cosecha consisten de diez tallos, y se obtienen los siguientes datos:



	2SDT		4 SDT		6 SDT		8 SDT	
	Pureza de jugo	% Pol de caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña	Pureza de jugo	% Pol de Caña
No Tratado	75,95	7,34	73,63	6,98	76,65	8,09	81,61	9,33
0,28 (kg/ha)	75,59	7,08	74,25	6,85	76,38	8,27	83,02	9,78
0,56 (ka/ha)	78,05	8,05	76,58	7,66	78,62	8,71	83,24	9,91
0,84 (kg/ha)	75,50	7,58	76,29	7,59	78,24	8,58	83,16	10,01
1,12 (kg/ha)	72,72	7,02	76,86	7,47	79,72	9,26	81,94	9,63

1

Ejemplo E

La actividad herbicida de post-emergencia del ses  
 quiglifosato de sodio de esta invención se demuestra como  
 sigue. El ingrediente activo se aplica en forma de asper-  
 5 sión a muestras de 14-21 días de edad de varias especies  
 de plantas. La aspersión, una solución en agua o en un sol-  
 vente orgánico-agua que contiene al ingrediente activo, y  
 un agente tensioactivo (35 partes de sal de butilamina de  
 ácido dodecilbencensulfónico y 65 partes de aceite de tall  
 10 condensado con óxido de etileno en la relación de 11 mcles  
 de óxido de etileno a 1 mol de aceite de tall), se aplica a  
 las plantas en diferentes series de charolas a diferentes  
 proporciones (kg/ha) de ingrediente activo. Las plantas  
 tratadas se colocan en un invernadero y los efectos se ob-  
 15 servan y se registran después de aproximadamente 2 semanas  
 o aproximadamente 4 semanas. Los datos se dan a continua-  
 ción, y las especies de planta tratadas se representan, ca-  
 da una, por una letra clave como sigue:

- |    |                        |                         |
|----|------------------------|-------------------------|
| 20 | A.- Abrojo Canadiense  | K.- Pasto de granja     |
|    | B.- Cadillo            | L.- Soja                |
|    | C.- Hoja aterciopelada | M.- Remolacha azucarera |
|    | D.- Dondiego de día    | N.- Trigo               |
|    | E.- Chual              | P.- Arroz               |
|    | F.- Yerba picante      | P.- Sorgo               |
| 25 | G.- Jungo de almendra  | Q.- Alforfón silvestre  |
|    | H.- Pasto ganso        | R.- Hemp Sesbania       |
|    | I.- Pasto johnson      | S.- Panicum Spp         |
|    | J.- Bromo velloso      | T.- Pasto silvestre.    |

30

1 El índice de actividad herbicida para después del brote usado es como sigue:

	<u>Respuesta de la Planta</u>	<u>Indice</u>
5	0-24 % de daños	0
	25-49% de daños	1
	50-74% de daños	2
	75-99% de daños	3
	Muerte total	4

10

		<u>Especies de Planta</u>											
	kg												
<u>SDT</u>	<u>ha.</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>	
2	11,2	2	2	4	3	4	4	3	3	3	3	4	
4	11,2	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	
15	2	5,6	2	2	2	2	4	4	2	3	2	2	3
4	5,6	3	3	3	3	4	4	3	4	3	2	4	

15

		<u>Especies de Planta</u>																
	kg																	
<u>SDT</u>	<u>ha.</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>	
20	2	5,6	3	3	3	4	3	-	3	2	3	4	3	2	3	3	3	
4	5,6	3	4	4	4	4	-	3	2	4	4	4	2	4	4	4	4	
2	1,12	1	1	2	2	2	2	1	2	1	3	3	1	1	3	3	3	
4	1,12	1	3	2	4	2	2	2	2	1	4	3	1	1	4	4	3	
25	2	0,28	0	0	2	0	1	1	0	0	0	1	1	0	1	2	1	1
4	0,28	0	3	1	0	1	1	1	1	1	2	2	0	1	3	2	2	

25

Para uso herbicida, la proporción de aplicación apropiada puede variar de aproximadamente 0,28 kg/ha. a aproximadamente 22,4 kg/ha.

30

Deberá comprenderse que las composiciones agri-

1 colamente útiles que incorporan el ingrediente activo de  
esta invención, pueden emplearse ya sea en forma sólida o  
líquida. Tales composiciones se preparan por mezclado de  
dicho ingrediente activo con un auxiliar tal como un dilu-  
5 yente, extendedor, vehículo o agente acondicionador, para  
proporcionar aplicación como un sólido en forma de partícu-  
las, una solución o una dispersión. Desde el punto de vis-  
ta de economía y conveniencia, se prefieren composiciones  
líquidas que usan agua como diluyente.

10 Las composiciones agrícola<sup>mente</sup> útiles contene-  
drán preferiblemente de aproximadamente 0,5 a aproximada-  
mente 20,0 partes en peso de un agente tensioactivo, con el  
fin de mejorar la humectación, dispersión, suspensión,  
absorción y similares. Los agentes tensioactivos de tipos anio<sup>ni</sup>  
15 nico, catiónico, no iónico y anfótero se incluyen todos den-  
tro de la clase de agentes tensioactivos que pueden emplear-  
se para tales fines.

Los agentes humectantes preferidos son alcohol-  
benceno- y alcoholnaftalensulfonatos, alcoholes grasos sul-  
20 fatados, aminas o amidas de ácido, ésteres de ácido de cade-  
na larga de isotionato de sodio, ésteres de sulfosuccinato  
de sodio, ésteres de ácido graso sulfatado o sulfonado, sul-  
fonatos del petróleo, aceites vegetales sulfonados, deri-  
vados polioxietilénicos de alcoholfenoles (particularmente  
25 isooctilfenol y nonilfenol) y derivados polioxietilénicos  
de los monoésteres de ácido graso superior de anhídridos  
de hexita (v.gr., sorbitán). Los dispersantes preferidos  
son metil-celulosa, poli-(alcohol vinílico), ligninsulfona-  
tos de sodio, alcoholnaftalensulfonatos polímeros, naftalen  
30 sulfonato de sodio, polimetilen-bisnaftalensulfonato y

1 N-metil-N-(ácido de cadena larga)-tauratos de sodio.

5 Los vehículos y extendedores inertes son preferiblemente de origen mineral, incluyendo arcillas naturales, algunas pirofilitas y vermiculita. Los sólidos finalmente divididos, típicos que pueden usarse de este modo en composiciones de esta invención, pueden ser ilustrados por tierra de diatomeas, tierra de batán, caolinitas, atapulgita o arcillas de montmorillonita, bentonitas, sílices sintéticas, carbonato de calcio y dihidrato de sulfato de calcio. Tales materiales pueden estar presentes en las composiciones en cantidades de aproximadamente 3 a aproximadamente 95 partes en peso.

15 Las composiciones agrícolamente útiles del ingrediente activo de esta invención pueden también contener pequeñas cantidades, hasta de por lo menos 10% en peso, de una variedad de aditivos para mejorar los aspectos específicos. Entre estos aditivos se encuentran agentes contra la formación de tortas o de control de flujo, agentes contra la corrosión, desespumadores, perfumes y colorantes.

20 Aunque la invención ha sido descrita aquí con respecto a ciertos ejemplos representativos para fines de ilustrar su práctica, no debe interpretarse como limitada a los mismos. Los expertos en la técnica reconocerán fácilmente las variaciones y modificaciones que pueden hacerse sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

30

21128

1

REIVINDICACIONES

5

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:

10

1ª.- Un procedimiento para preparar una sal de sodio de N-fosfonometilglicina en donde la relación molar del catión sodio al anión ácido es substancialmente de 1,5 a 1, caracterizado porque comprende neutralizar dicha N-fosfonometilglicina con una base que contiene sodio, siendo la cantidad de base tal que proporcione de 1,25 a 1,75 moles de sodio por mol de N-fosfonometilglicina.

15

2ª.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado además porque dicha base se selecciona de hidróxido de sodio, carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, sulfito de sodio, bisulfito de sodio, sulfuro de sodio, formiato de sodio, acetato de sodio y silicato de sodio.

20

3ª.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado además porque dicha base es hidróxido de sodio.

25

4ª.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado además porque dicha base provee de 1,45 a 1,55 moles de sodio por mol de N-fosfonometilglicina.

30

5ª.- Un procedimiento para preparar una sal de so-

*mle*

1 dio de N-fosfonometilglicina.

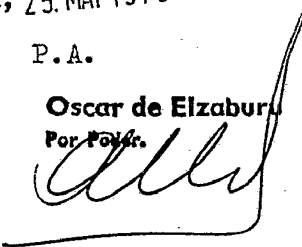
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 25. MAY 1979

P.A.

Oscar de Elzaburu  
Por Poder.



10

15

20

25

30

22059

VAL

