

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 019 859**

51 Int. Cl.:

A01N 33/04	(2006.01)
A01N 33/08	(2006.01)
A01N 37/20	(2006.01)
A01P 13/02	(2006.01)
A01N 25/02	(2006.01)
A01N 25/04	(2006.01)
A01N 37/40	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.05.2016 PCT/AU2016/050334**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **10.11.2016 WO16176740**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.05.2016 E 16788966 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2025 EP 3291674**

54 Título: **Composición de concentrado emulsionable que comprende dicamba**

30 Prioridad:

07.05.2015 AU 2015901642

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.05.2025

73 Titular/es:

**NUFARM AUSTRALIA LIMITED (100.00%)
103-105 Pipe Road
Laverton North, Victoria 3026, AU**

72 Inventor/es:

**SHARMA, SUMIT;
PANAYI, ARISTOS y
SAYER, CHAD, RICHARD, ORD**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 3 019 859 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de concentrado emulsionable que comprende dicamba

5 Campo técnico

Campo

10 La invención se refiere a una composición de concentrado emulsionable que contiene un herbicida derivado de ácido benzoico en forma ácida, dicamba, al menos una amida de fórmula II y otros ingredientes, según se requiere en la reivindicación 1, y al método para mitigar el crecimiento de las plantas usando la composición.

Antecedentes de la invención

15 Los herbicidas derivados del ácido benzoico tales como TBA (ácido 2,3,5-triyodobenzoico), ácido cloramben3-amino-2,5-diclorobenzoico) y dicamba (ácido 3,6-dicloro-2-metoxibenzoico) se han usado como herbicidas en forma de sus ésteres y sales durante muchos años.

20 El dicamba (ácido 3,6-dicloro-2-metoxibenzoico) es un herbicida usado en la mitigación de malezas de hojas anchas en cereales de invierno, pastos, labranza de conservación, caña de azúcar, césped, arroz y también en áreas que no son de cultivo. El dicamba también puede formularse con otros herbicidas tales como otros herbicidas sintéticos tipo auxina así como herbicidas basados en glifosato y glufosinato para su uso en la mitigación de malezas de barbecho y para su uso sobre cultivos modificados genéticamente.

25 Los herbicidas derivados del ácido benzoico en forma ácida tienen poca solubilidad en agua. Por ejemplo, dicamba en forma ácida tiene una solubilidad en agua de aproximadamente 4500 mg/L a 25 °C y se formula comúnmente como un éster, tal como el éster metílico de dicamba o una sal de amina tal como la sal de dimetilamina o como una sal de diglicolamina o aminoetoxietanol. Los ésteres de dicamba, tales como el éster metílico de dicamba, son más activos que las sales, pero es más probable que se volatilicen con el potencial de dañar plantas que no son el objetivo. Los ésteres y sales del ácido benzoico se convierten cada uno en las plantas diana en la forma ácida que es activa en el control del crecimiento de las plantas.

30 Algunos herbicidas ácidos se han formulado como la forma del ácido. Volgas et al. (documento US 8.426.341) divulgan un concentrado herbicida ácido con un emulsionante específico tipo alcohol etoxilado para formar una microemulsión al diluir con agua.

35 Groenewegen et al. (documento US 2012/0283103) describen el uso de ciertos disolventes tipo amida de ácido graso para formar emulsiones concentradas (CE) y concentrados emulsionables (EC) de herbicidas sintéticos tipo auxina. Se dice que los disolventes tipo amida tienen alta capacidad de disolución de los compuestos insolubles en agua en la preparación de concentrados en forma de emulsión (CE) y concentrados emulsionables (EC). El documento US20090215797 divulga concentrados emulsionables de herbicidas tipo ácido carboxílico en donde se usan como disolvente o bien una N,N-dialquilamida o bien una N-alcanoilmorfolina. El objetivo es la estabilización de las emulsiones, en particular cuando está presente más de un herbicida. El documento WO2012003441 se dirige a la preparación de concentrados emulsionables estables de herbicidas insolubles en agua. Para neutralizar debe estar presente una base y es normalmente una alcohol-amina. Un disolvente oleoso es el estabilizante, pero también debe estar presente un codisolvente tal como una N-alquil-lactama. El documento muestra sólo tebuconazol en presencia de una amida y una amina.

40 Los presentes inventores han encontrado que los concentrados emulsionables de herbicidas derivados del ácido benzoico en disolventes tipo amida tienen poca estabilidad en solución durante el almacenamiento, dando lugar a la formación de cristales en el concentrado y/o a la formación de cristales al diluir el concentrado para formar una emulsión. La escasa estabilidad durante el almacenamiento y la consiguiente formación de precipitados pueden interrumpir el uso eficaz del herbicida a través de la obstrucción del equipo de pulverización y/o la dosificación del herbicida a una tasa menor que la deseada.

45 Existe la necesidad de un concentrado emulsionable más estable de herbicidas derivados del ácido benzoico que estabilice un concentrado del herbicida en forma ácida.

Sumario

50 Se proporciona un concentrado emulsionable que comprende dicamba en forma ácida disuelto en un disolvente tipo amida y al menos una amina.

55 Preferiblemente, la cantidad de la amina en la composición de concentrado es de 0,5% a 10% en peso, más preferiblemente de 2% a 5%, aún más preferiblemente de 3% a 5% en peso de la amina, basada en el peso del concentrado emulsionable.

Se proporciona además un método para controlar malezas que comprende proporcionar un concentrado emulsionable según lo anterior, diluir el concentrado con agua para proporcionar una emulsión y aplicar el concentrado diluido a las malezas que se van a mitigar.

5 **Descripción detallada**

El término "emulsión", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a una dispersión fina de gotitas diminutas de un líquido en otro en el cual no es soluble o miscible e incluye microemulsiones y macroemulsiones. La expresión "concentrado emulsionable" se refiere a concentrados que, al diluirlos con agua, forman una emulsión tal como una emulsión espontánea de color blanco lechoso que comprende una fase dispersa inmiscible en agua.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones de esta memoria descriptiva, la palabra "comprender" y las variaciones de la palabra, tales como "que comprende(n)" y "comprende" no pretenden excluir otros aditivos, componentes, números enteros o etapas.

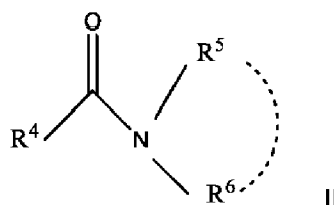
La composición de concentrado comprende un herbicida derivado del ácido benzoico. Típicamente, el herbicida derivado del ácido benzoico estará presente en una cantidad de al menos 200 g de herbicida derivado del ácido benzoico por litro de concentrado emulsionable, preferiblemente al menos 250 g/L, más preferiblemente al menos 350 g/L, aún más preferiblemente al menos 400 g/L y lo más preferiblemente al menos 450 g/L (tal como al menos 500 g/L o al menos 550 g/L).

El herbicida derivado del ácido benzoico es dicamba.

La composición de concentrado emulsionable comprende una amina. La amina es monoetanolamina o metoxipropilamina

La composición concentrada comprende un disolvente tipo amida. El disolvente tipo amida está presente, en un conjunto de realizaciones, en una cantidad de 25% a 60% en peso de la composición, preferiblemente de 25% a 50% y más preferiblemente de 25% a 45% en peso de la composición de concentrado emulsionable.

Los disolventes tipo amida según la reivindicación 1 incluyen compuestos de fórmula II:



35 en donde

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno e hidrocarbilo de C₁ hasta C₁₇;

40 R⁵ se selecciona del grupo que consiste en hidrocarbilo de C₁ hasta C₁₅;

R⁶ se selecciona del grupo que consiste en hidrocarbilo de C₁ hasta C₁₅; y

45 R⁵ y R⁶ puede formar juntos un anillo que incorpora el átomo de nitrógeno de la amida que comprende 4 ó 5 grupos metileno; los ejemplos preferidos de R⁵ y R⁶ se seleccionan independientemente del grupo que consiste en hidrocarbilo de C₁ hasta C₆ y el grupo en donde R⁵ y R⁶ forman conjuntamente un anillo que incorpora el átomo de nitrógeno de la amina mediante un grupo puente R⁵... R⁶ de fórmula -CH₂CH₂CH₂CH₂- o -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-.

50 En una realización, el disolvente tipo amida es de la fórmula II, en donde

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en alquilo de C₃ hasta C₁₇, preferiblemente alquilo alifático de C₆ hasta C₁₇; y

55 R⁵ y R⁶ se seleccionan independientemente del grupo alquilo de C₁ hasta C₆ y el grupo en donde R⁵ y R⁶ juntos forman un grupo puente de fórmula seleccionada del grupo que consiste en -CH₂CH₂CH₂CH₂- y -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-, preferiblemente R⁵ y R⁶ se seleccionan independientemente de alquilo de C₁ hasta C₄ o el grupo en donde R⁵ y R⁶ juntos forman un grupo puente de fórmulas -CH₂CH₂OCH₂CH₂-, -CH₂CH₂CH₂CH₂- y -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-.

ES 3 019 859 T3

En un conjunto preferido de realizaciones, el disolvente tipo amida es de fórmula II, en donde

R⁴ es alquilo de C₆ hasta C₁₇; y

- 5 R⁵ y R⁶ se seleccionan independientemente de alquilo de C₁ hasta C₄ tales como metilo, etilo, n-propilo e isopropilo.

Los ejemplos de los disolventes tipo amida incluyen N,N-dimetil amidas de ácidos grasos tales como N,N-dimetil amida de ácido graso C₈ - C₁₀.

- 10 Los "disolventes" tipo amida preferidos son amidas de ácidos grasos que comprenden un grupo alifático de C₆ hasta C₁₇.

Los ejemplos específicos de disolventes tipo amida incluyen

- 15 N,N-dimetil octanamida, N,N-dimetil decanamida,
N,N-dimetil caprilamida, N,N-dimetil-2-etilhexanoamida,
20 N,N-dimetil oleamida,
N,N-dimetil lauricamida (también conocida como N,N-dimetil-dodecanamida),
N,N-dimetil miristicamida (también conocida como N,N-dimetil tetradecanamida),
25 N,N-dimetil-9-decanamida,
y mezclas de dos o más de los mismos.

- 30 El concentrado emulsionable de herbicida derivado del ácido benzoico puede incluir, y preferiblemente incluirá, un codisolvente tipo hidrocarburo. El codisolvente tipo hidrocarburo tiene preferiblemente un punto de inflamación de al menos 60,5 °C. El codisolvente tipo hidrocarburo comprende preferiblemente al menos un hidrocarburo seleccionado de compuestos aromáticos sustituidos con alquilo tales como mono, di y trialquilbencenos y alquilnaftalenos. Por ejemplo, se informa que un alquilo C₉-benceno tiene un punto de inflamación de 42 °C mientras que se informa que el alquilo C₁₀-benceno tiene un punto de inflamación de 66 °C. Un codisolvente preferido es una mezcla di y trialquilo de C₈ hasta C₁₂-bencenos, disponibles comercialmente en Exxon Mobil como Solvesso 150™ y Solvesso 200™ y sus variantes de bajo contenido en naftaleno.

- 40 El codisolvente tipo hidrocarburo está preferiblemente en el intervalo de 2% a 25% p/p del concentrado emulsionable de herbicida derivado del ácido benzoico. Preferiblemente, el codisolvente tipo hidrocarburo está presente en una cantidad de 5% a 20% p/p y más preferiblemente de 5% a 15% p/p del concentrado emulsionable de herbicida derivado del ácido benzoico.

- 45 El concentrado emulsionable de herbicida derivado del ácido benzoico comprenderá típicamente un componente emulsionante. El componente emulsionante puede, por ejemplo, estar preferiblemente en una cantidad de 2% p/p a 25% p/p del concentrado emulsionable de dicamba. El componente emulsionante comprende preferiblemente de 5% p/p a 20% p/p y más preferiblemente de 5% p/p a 15% p/p de la composición de concentrado.

- 50 El componente emulsionante puede incluir tipos aniónicos, no iónicos, catiónicos o mixtos de emulsionantes. En una realización, el concentrado comprende un emulsionante aniónico en una cantidad en el intervalo de desde el 1% p/p hasta el 10% p/p del concentrado.

- 55 En un conjunto de realizaciones, la composición comprende un emulsionante tipo alquilarilsulfonato. Los alquilarilsulfonatos son tensioactivos aniónicos y están disponibles en composiciones que contienen contraiones adecuados que pueden ser contraiones metálicos y de amonio opcionalmente sustituidos. Ejemplos de alquilarilsulfonatos incluyen ácido butilnaftalenosulfónico, los ácidos di y triisopropilnaftalenosulfónicos, las sales de los productos de condensación de naftaleno sulfonado y derivados de naftaleno con formaldehído, las sales de los productos de condensación de naftaleno sulfonado y derivados de naftaleno con fenol y formaldehído, y las sales de ácidos alquilarilbencenosulfónicos tales como ácido dodecilbencenosulfónico. Bencenosulfonatos, tales como los alquil o arilbencenosulfonatos, por ejemplo (poli)alquil y (poli)arilbencenosulfonatos que son ácidos y están neutralizados con bases adecuadas, por ejemplo que tienen 1 a 12 átomos de carbono por resto alquilo o que tienen hasta 3 unidades de estireno en el
60 resto poliarilo, preferiblemente ácido dodecilbencenosulfónico (lineal) y sus sales solubles en aceite, como por ejemplo la sal de calcio o la sal de isopropilamonio del ácido dodecilbencenosulfónico.
65

Se prefiere particularmente que la composición de la invención contenga una sal de ácido dodecibencenosulfónico. Las sales preferidas incluyen dodecibencenosulfonato cálcico y sales de monoalcanolamina de dodecibencenosulfonato tal como la sal de monoetanolamina de dodecibencenosulfonato.

5 La composición comprende preferiblemente un componente tensioactivo no iónico. Los tensioactivos no iónicos preferidos incluyen los productos de condensación de óxido de alquileo con componentes que forman grupos no polares tales como los productos de condensación de óxido de etileno con alcoholes grasos tales como alcohol oleílico y alcohol cetílico; los productos de condensación de óxido de etileno con fenoles y alquilfenoles
10 tales como isoocitilfenol, octilfenol y nonilfenol; los productos de condensación de óxido de etileno con aceite de ricino; los ésteres parciales derivados de ácidos grasos de cadena larga y anhídridos de hexitol, por ejemplo monolaurato de sorbitano, y sus productos de condensación con óxido de etileno; copolímeros de bloques de óxido de etileno/óxido de propileno; alcohol laurílico poliglicol éter acetal.

15 Ejemplos de tensioactivos no iónicos que pueden usarse solos o en combinación en el componente emulsionante se enumeran a continuación, en el los cuales EO = unidades de óxido de etileno, PO = unidades de óxido de propileno y BO = unidades de óxido de butileno:

20 Los alcoholes C₁₀-C₂₄ pueden estar alcoxilados, por ejemplo con 1-60 unidades de óxido de alquileo, preferiblemente 1-60 EO y/o 1-30 PO y/o 1-15 BO en cualquier orden. Los grupos hidroxilo terminales de estos compuestos pueden estar rematados terminalmente por un radical alquilo, cicloalquilo o acilo que tenga 1-24 átomos de carbono. Ejemplos de tales compuestos son:

25 Los productos Genapol[®] C, L, O, T, UD, UDD, X de Clariant, los productos Plurafac[®] y Lutensol[®] A, AT, ON, TO de BASF, los productos Marlipal[®] 24 y O13 de Condea, los productos Dehypon[®] de Henkel, los productos Ethylan[®] de Akzo Nobel, tales como Ethylan CD 120.

30 Copolímeros que consisten unidades EO, PO y/o BO, tales como, por ejemplo, copolímeros de bloques, tales como los productos Pluronic[®] de BASF y los productos Synperonic[®] de Uniquema con un peso molecular de 400 a 10⁸.

Aductos alquilenoxi de alcoholes C₁-C₉, tales como la serie Atlas[®] 5000, o en particular Atlas G-5002L de Croda Crop Care o Hoe[®] - S3510 de Clariant.

35 Alcoxilatos de ácidos grasos y triglicéridos, tales como los productos Serdox[®] NOG de Condea o aceites vegetales alcoxilados, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de maíz, aceite de girasol, aceite de semilla de algodón, aceite de linaza, aceite de coco, aceite de palma, aceite de cardo, aceite de nuez, aceite de cacahuete, aceite de oliva o aceite de ricino, en particular aceite de colza y aceite de ricino, entendiéndose también por aceites vegetales sus productos de transesterificación, por ejemplo, ésteres alquílicos, tales como
40 éster metílico de aceite de colza o éster etílico de aceite de colza, por ejemplo los productos Emulsogen[®] de Clariant, sales de ácidos carboxílicos y ácidos policarboxílicos alifáticos, cicloalifáticos y olefínicos, y ésteres de ácidos grasos alfa-sulfonados disponibles en Henkel. Particularmente preferidos en este grupo son los etoxilatos de aceite de ricino tales como TERMUL[®]1284 y TERMUL[®]1285 de Huntsman.

45 Alcoxilatos de amidas de ácidos grasos, tales como los productos Comperlan[®] de Henkel o los productos Amam[®] de Rhodia.

50 Aductos alquilenoxi de alquinos, tales como los productos Surfynol[®] de Air Products. Derivados de azúcares, tales como amino y amido azúcares de Clariant, glucitales de Clariant, alquilpoliglucósidos en forma de los productos APG[®] de Henkel o tales como ésteres de sorbitano en forma de los productos Span[®] o Tween[®] de Uniquema o ésteres o éteres de ciclodextrina de Wacker.

55 Aductos alquilenoxi basados en polioles, tales como los productos Polyglycol[®] de Clariant. Poliglicéridos activos en interfases y sus derivados de Clariant. Compuestos tensioactivos basados en silicona y/o silano, tales como los productos Tegopren[®] de Goldschmidt y los productos SE[®] de Wacker y los productos Bevaloid[®], Rhodorsil[®] y Silcolapse[®] de Rhodia (Dow Corning, Reliance, GE, Bayer).

60 Compuestos tensioactivos perfluorados o polifluorados, tales como los productos Fluowet[®] de Clariant, los productos Bayowet[®] de Bayer, los productos Zonyl[®] de Du Pont y productos de este tipo de Daikin y Asahi Glass.

Sulfonamidas activas en interfases, por ejemplo de Bayer

65 Compuestos polivinílicos tensioactivos, tales como polivinilpirrolidona modificada, tales como los productos Luviskol[®] de BASF y los productos Agrimer[®] de ISP o los poli(vinil acetatos) derivatizados, tales como los productos Mowilith[®] de Clariant o los butiratos, tales como los productos Lutonal[®] de BASF, los productos

Vinnapas[®] y Pioloform[®] de Wacker o los poli(alcoholes vinílicos) modificados, tales como los productos Mowiol[®] de Clariant.

5 Polímeros tensioactivos basados en anhídrido maleico y/o en los productos de reacción de anhídrido maleico, y anhídrido maleico y/o los productos de reacción de copolímeros que incluyen anhídrido maleico, tales como los productos Agrimer[®]-VEM A de ISP.

10 Derivados tensioactivos de ceras montana, de polietileno y de polipropileno, tales como las ceras Hoechst[®] o los productos Licowet[®] de Clariant.

Tensioactivos poli o perhalogenados, tales como, por ejemplo, Emulsogen[®]-1557 de Clariant.

15 Fenoles que pueden estar alcoxilados, por ejemplo fenil alquilo (C₁-C₄) éteres o fenoles (poli)alcoxilados [=fenol (poli)alquilenglicol éteres], por ejemplo, que tienen 1 a 50 unidades alquilenoxi en el resto (poli)alquilenoxi, donde el resto alquilenoxi tiene preferiblemente en cada caso 1 a 4 átomos de carbono, preferiblemente fenol que se ha hecho reaccionar con 3 a 10 moles de óxido de alquilenoxi.

20 (Poli)alquilfenoles o alcoxilatos de (poli)alquilfenoles [=polialquilfenol-(poli)alquilenglicol éteres], por ejemplo, con 1 a 12 átomos de carbono por radical alquilo y 1 a 150 unidades alquilenoxi en el resto polialquilenoxi, preferiblemente tri-n-butilfenol o triisobutilfenol que se han hecho reaccionar con 1 a 50 moles de óxido de etileno,

25 Poliarilfenoles o alcoxilatos de poliarilfenoles [=poliarilfenol (poli)alquilenglicol éteres], por ejemplo, triestirilfenol polialquilenglicol éteres con 1 a 150 unidades alquilenoxi en el resto polialquilenoxi, preferiblemente triestirilfenol reaccionado con 1 a 50 moles de óxido de etileno.

30 Ejemplos de tensioactivos del grupo de los tensioactivos basados en compuestos aromáticos son los tensioactivos de los grupos anteriormente mencionados, preferiblemente fenol que se ha hecho reaccionar con 4 a 10 moles de óxido de etileno, disponibles comercialmente, por ejemplo, en forma de los productos Agrisol[®] (Akcros), triisobutilfenol, que se ha hecho reaccionar con 4 a 50 moles de óxido de etileno, comercialmente disponibles, por ejemplo, en forma de los productos Sapogenat[®] T (Clariant), nonilfenol que se ha hecho reaccionar con 4 a 50 moles de óxido de etileno, comercialmente disponibles, por ejemplo, en forma de los productos Arkopal[®] (Clariant), triestirilfenol, que se ha hecho reaccionar con 4 a 150 moles de óxido de etileno, por ejemplo de la serie Soprophor[®], tales como Soprophor[®] FL, Soprophor[®] 3D33, Soprophor[®] BSU, Soprophor[®] 4D-384, Soprophor[®] CY/8 (Rhodia).

El emulsionante no iónico presente en las composiciones de la invención puede comprender uno de tales tensioactivos o una mezcla de dos o más tensioactivos no iónicos.

40 El emulsionante se selecciona más preferiblemente de etoxilatos de alcohol, etoxilatos de ácidos grasos, etoxilatos de amidas grasas y copolímeros de bloques de EO/PO que incluyen copolímeros de bloques basados en butilo. El emulsionante no iónico está preferiblemente comprendido en el intervalo de 2% p/p a 25% p/p de la composición. Más preferiblemente, el emulsionante no iónico está comprendido en el intervalo de 2% p/p a 20% p/p y más preferiblemente de 2% p/p a 15% p/p del concentrado.

45 En una realización, el emulsionante aniónico comprende de 1% a 10% p/p de la composición y el emulsionante no iónico comprende de 2% a 15% p/p de la composición.

50 En un conjunto de realizaciones, la composición de concentrado comprende:

- Dicamba ácido en una cantidad de al menos 250 g/L, más preferiblemente al menos 300 g/L y aún más preferiblemente al menos 400 g/L y lo más preferiblemente al menos 450 g/L;
- 55 • Disolvente tipo amida, preferiblemente amida de ácido graso en una cantidad de 25% a 60% p/p de la composición, más preferiblemente 25% a 50% p/p y lo más preferiblemente 25% a 45% p/p del concentrado;
- 60 • Codisolvente tipo hidrocarburo seleccionado preferiblemente del grupo de di y trialquilo C₈ - C₁₂-bencenos en una cantidad de 2% a 25% p/p, más preferiblemente 5% a 20% p/p y lo más preferiblemente 5% a 15% p/p del concentrado;
- Emulsionante aniónico en una cantidad de 1% a 10% p/p de la composición;

- Emulsionante no iónico en una cantidad de 2% a 25% p/p, más preferiblemente 2% a 20% p/p y aún más preferiblemente 2% a 15% p/p de la composición de concentrado; y
- Monoetanolamina, metoxipropilamina, hexiloxipropilamina o mezcla de dos o más de las mismas en una cantidad de 0,5% a 5% en peso basado en el peso del concentrado emulsionable, más preferiblemente de 2% a 5% en peso basado en el peso del concentrado emulsionable y aún más preferiblemente de 3% a 5% en peso basado en el peso del concentrado emulsionable.

Se ha encontrado que la composición de la invención proporciona buena estabilidad al almacenamiento y también forma una emulsión al diluirla con agua que tiene buena estabilidad para permitir una aplicación eficaz a las plantas.

Se proporciona además un método para la preparación de un concentrado emulsionable que comprende combinar un herbicida derivado del ácido benzoico con un disolvente tipo amida y una amina y calentar las composiciones, preferiblemente a una temperatura de al menos 40 °C, más preferiblemente 50 °C, aún más preferiblemente al menos 60 °C y lo más preferiblemente al menos 75 °C, para proporcionar una solución del herbicida derivado del ácido benzoico.

En un aspecto adicional, la invención proporciona un método para mitigar las malezas que comprende proporcionar un concentrado emulsionable como se ha descrito anteriormente en esta memoria; diluir el concentrado con agua para formar una emulsión y aplicar la composición diluida a las malezas.

En una realización adicional, la invención proporciona un método para aplicar una composición de concentrado emulsionable de un derivado de ácido benzoico que comprende:

- Proporcionar un concentrado emulsionable de herbicida derivado del ácido benzoico como se divulga en la presente memoria;
- Combinar el concentrado emulsionable con agua y, opcionalmente, un fertilizante nitrogenado líquido para formar una emulsión de aceite en agua que tiene una fase oleosa discontinua que comprende el disolvente inmiscible en agua;
- Aplicar la emulsión de aceite en agua a las malezas que se van a mitigar, preferiblemente mediante aplicación por pulverización.

El concentrado emulsionable se puede combinar con el fertilizante líquido, combinándose agua adicional con el concentrado y/o el fertilizante o, alternativamente, en algunos casos, se puede formar una emulsión con el concentrado puro usando fertilizante nitrogenado líquido en la forma suministrada por el fabricante.

La composición puede comprender uno o más principios activos adicionales seleccionados del grupo que consiste en herbicidas, fungicidas, insecticidas, reguladores del crecimiento de las plantas, productos biológicos y mezclas de dos o más de los mismos.

Ejemplos de herbicidas adicionales pueden seleccionarse de las siguientes clases:

Herbicidas tipo amida tales como alidoclor, beflubutamida, benzadox, benzipram, bromobutida, cafenstrol, CDEA, ciprozol, dimetenamida, dimetenamida-P, difenamida, epronaz, etnipromida, fentrazamida, flupoxam, fomesafeno, halosafeno, isocarbamida, isoxabén, napropamida, naptalam, petoxamida, propizamida, quinonamida y tebutam;

Herbicidas tipo anilida tales como cloranocrilo, cisanilida, clomeprop, cipromida, diflufenicán, etobenzanid, fenasulam, flufenacet, flufenicán, mefluidida, metamifop, monalida, naproanilida, pentanoclor, picolinafen y propanilo;

Herbicidas tipo arilalanina tales como benzoilprop, flamprop y flamprop-M;

Herbicidas tipo cloroacetanilida tales como acetoclor, alaclor, butaclor, butenaclor, delaclor, dietatilo, dimetaclor, metazaclor, metolaclor, S-metolaclor, pretilaclor, propaclor, propisoclor, prinaclor, terbuclor, tenilclor y xyiaclor;

Herbicidas tipo sulfoanilida tales como benzofluor, cloransulam, diclosulam, florasulam, flumetsulam, metosulam, perfluidona, pirimisulfán y profluzol;

ES 3 019 859 T3

- Herbicidas tipo sulfonamida tales como asulam, carabasulam, fenasulam, orizalina, penoxsulam y piroxsulam, véanse también herbicidas tipo sulfonilurea;
- 5 Herbicidas tipo tioamida tales como bencarbazona y clortiamida;
- Herbicidas antibióticos tales como bilanafós;
- Herbicidas tipo ácidos aromáticos
- 10 Herbicidas tipo ácido pirimidiniloibenzoico tales como bispiribac y piriminobac;
- Herbicidas tipo ácido pirimidiniltiobenzoico tales como piritiobac;
- 15 Herbicidas tipo ácido ftálico tales como clortal;
- Herbicidas tipo ácido picolínico tales como aminopirialid, clopiralid y picloram;
- Herbicidas tipo ácido quinolincarboxílico tales como quinclorac y quinmerac;
- 20 Herbicidas arsenicales tales como ácido cacodílico, CMA, DSMA, hexaflurato, MAA, MAMA, MSMA, arsenito de potasio y arsenito de sodio;
- Herbicidas tipo benzoilciclohexanodiona tales como mesotriona, sulcotriona, tefuritriona y tembotriona;
- 25 Herbicidas tipo benzofuranil-alquilsulfonato de tales como benfuresato y etofumesato;
- Herbicidas tipo carbamato tales como asulam, carboxazol, clorprocarb, diclormato, fenasulam, carbutilato y terbucarb;
- 30 Herbicidas tipo carbanilato tales como barban, BCPC, carabasulam, carbetamida, CEPC, clorbufam, clorprofam, CPPC, desmedifam, fenisofam, fenmedifam, fenmedifam-etilo, profam y swep;
- Herbicidas tipo ciclohexeno oxima tales como aloxidim, butroxidim, cletodim, cloproxidim, cicloxidim, profoxidim, setoxidim, tepraloxidim y tralcoxidim;
- 35 Herbicidas tipo ciclopropilisoxazol tales como isoxaclortol e isoxaflutol;
- Herbicidas tipo dicarboximida tales como benzfendizona, cinidón-etilo, flumezina, flumiclorac, flumioxazina, y flumipropina;
- 40 Herbicidas tipo dinitrofenol tales como dinofenato, dinoprop, dinosam, dinoseb, dinoterb, DNOC, etinofeno y medinoterb;
- Herbicidas tipo difenil éter tales como etoxifeno;
- 45 Herbicidas tipo nitrofenil éter tales como acifluorfenó, aclonifeno, bifenox, clometoxifeno, clornitrofenó, etnipromid, fluorodifeno, fluoroglicofeno, fluoronitrofenó, fomesafeno, furiloxifeno, halosafeno, lactofeno, nitrofenó, nitrofluorfenó y oxifluorfenó;
- 50 Herbicidas tipo ditiocarbamato tales como dazomet y metam;
- Herbicidas alifáticos halogenados tales como alorac, cloropón, dalapón, flupropanato, hexacloroacetona, yodometano, bromuro de metilo, ácido monocloroacético, SMA y TCA;
- 55 Herbicidas tipo imidazolinona tales como imazametabenz, imazamox, imazapic, imazapir, imazaquín e imazetapir;
- Herbicidas inorgánicos tales como sulfamato amónico, bórax, calcio, clorato, sulfato de cobre, sulfato ferroso, azida potásica, potasio, yanato, azida sódica, clorato sódico y ácido sulfúrico;
- 60 Herbicidas tipo nitrilo tales como bromobonilo, bromoxinilo, cloroxinilo, yodobonilo, ioxinilo y piraclonilo;
- Herbicidas organofosforados tales como amiprofós-metilo, anilofós, bensulida, bilanafós, butamifós, 2,4-DEP, DMPA, EBEP, fosamina, glufosinato, glifosato y piperofós;
- 65 Herbicidas tipo oxadiazolona tales como dimefurón, metazol, oxadiargilo y oxadiazón;

ES 3 019 859 T3

- Herbicidas fenoxi tales como bromofenoxim, clomeprop, 2,4-DEB, 2,4-DEP, difenopenteno, diul, erbón, etnipromido, fenteracol y trifopsima;
- 5 Herbicidas fenoxiacéticos tales como 4-CPA, 2,4-D, 3,4-DA, MCPA, MCPA-tioetilo y 2,4,5-T;
- Herbicidas fenoxibutíricos tales como 4-CPB, 2,4-DB, 3,4-DB, MCPB y 2,4,5-TB;
- 10 Herbicidas fenoxipropiónicos tales como cloprop, 4-CPP, diclorprop, diclorprop-P, 3,4-DP, fenoprop, mecoprop y mecoprop-P;
- Herbicidas ariloxifenoxipropiónicos tales como clorazifop, clodinafop, clofop, cihalofop, diclofop, fenoxaprop, fenoxaprop-P, fentiaprop, fluazifop, fluazifop-P, haloxifop, haloxifop-P, isoxapirifop, metamifop, propaquizafop, quizalofop, quizalofop-P y trifop;
- 15 Herbicidas tipo fenilendiamina tales como dinitramina y prodiamina;
- Herbicidas tipo fenil pirazolil cetona tales como benzofenap, pirasulfotol, pirazolinato, pirazoxifeno y topamezona;
- 20 Herbicidas tipo pirazolilfenilo tales como fluazolato, nipiraclofeno y piraflufeno;
- Herbicidas tipo piridazina tales como credazina, piridafol y piridato;
- 25 Herbicidas tipo piridazinona tales como brompirazón, cloridazón, dimidazón, flufenpir, metflurazón, norflurazón, oxapirazón y pidanón;
- Herbicidas tipo piridina tales como aminopirialid, clidinato, clopiralid, ditiopir, fluroxipir, haloxidina, picloram, picolinafen, piriclor, tiazopir y triclopir;
- 30 Herbicidas tipo pirimidindiamina tales como iprimidam y tioclorim;
- Herbicidas tipo amonio cuaternario tales como cipermet, diethamquat, difenzoquat, diquat, morfamquat y paraquat;
- 35 Herbicidas tipo tiocarbamato tales como butilato, cicloato, dialato, EPTC, esprocarb, etiolato, isopolinato, metiobencarb, molinato, orbencarb, pebulato, prosulfocarb, piributicarb, sulfallato, tiobencarb, tiocarbazilo, trialato y vernolato;
- 40 Herbicidas tipo tiocarbonato tales como dimexano, EXD, proxano y eptam (EPTC);
- Herbicidas tipo tiourea tales como metiurón;
- Herbicidas tipo triazina tales como dipropetrina, triaziflam y trihidroxitriazina;
- 45 Herbicidas tipo clorotriazina tales como atrazina; clorazina, cianazina, ciprazina, eglinazina, ipazina, mesoprazina, prociazina, proglinazina, propazina, sebutilazina, simazina, terbutilazina y trietazina;
- Herbicidas tipo metoxitriazina tales como atratón, metometón, prometón, secbumetón, simetón y terbumetón;
- 50 Herbicidas tipo metiltiotriazina tales como ametrina, aziprotrina, cianatrina, desmetrina, dimetametrina, metoprotrina, prometrina, simetrina y terbutrina;
- Herbicidas tipo triazinona tales como ametriona, amibuzina, hexazinona, isometozina, metamitrone y metribuzina;
- 55 Herbicidas tipo triazol tales como amitrol, cafenstrol, epronaz y flupoxam;
- Herbicidas tipo triazolona tales como amicarbazona, bencarbazona, carfentrazona, flucarbazona, propoxicarbazona y sulfentrazona;
- 60 Herbicidas tipo triazolopirimidina tales como cloransulam, diclosulam, florasulam, flumetsulam, metosulam y penoxsulam;
- Herbicidas tipo uracilo tales como butafenacilo, bromacilo, flupropacilo, isocilo, lenacilo y terbacilo;
- 65

Herbicidas tipo urea tales como benztiазurón, cumilurón, ciclurón, dicloralurea, diflufenzopir, isonorurón, isourón, methabenzthiazurón monisourón y norurón;

5 Herbicidas tipo fenilurea tales como anisurón, buturón, clorbromurón, cloreturón, clorotolurón, cloroxurón, daimurón, difenoxurón, dimefurón, diurón, fenurón, fluometurón, fluotiurón, isoproturón, linurón, metiurón, metildimrón, metobenzurón, metobromurón, metoxurón, monolinurón, monurón, neburón, paraflurón, fenobenzurón, sidurón, tetraflurón y tidiazurón;

10 Herbicidas tipo sulfonilurea que incluyen:

Herbicidas tipo pirimidinilsulfonilurea tales como amidosulfurón, azimsulfurón, bensulfurón, clorimurón, ciclosulfamurón, etoxisulfurón, flazasulfurón, flucetosulfurón, flupirsulfurón, foramsulfurón, halosulfurón, imazosulfurón, mesosulfurón, nicosulfurón, ortosulfamurón, oxasulfurón, primisulfurón, pirazosulfurón, rimsulfurón, sulfometurón, sulfosulfurón y trifloxisulfurón;

15 Herbicidas tipo triazinilsulfonilurea tales como clorsulfurón, cinosulfurón, etametsulfurón, yodosulfurón, metsulfurón, prosulfurón, tifensulfurón, triasulfurón, tribenurón, triflusulfurón y tritosulfurón; y

20 Herbicidas tipo tiadiazolilurea tales como buthiurón, etidimurón, tebuthiurón, tiazafurón y tidiazurón; y

25 Herbicidas no clasificados tales como KIH-485, acroleína, alcohol alílico, azafenidina, benazolina, bentazona, benzobiciclona, buthidazol, cianamida de calcio, cambendiclor, clorfenac, clorfenprop, clorflurazol, clorflurenol, cinmetilina, clomazona, CPMF, cresol, orto-diclorobenceno, dimepiperato endotal, fluoromidina, fluridona, flurocloridona, flurtamona, flutiacet, indanofano, isotiocianato de metilo, OCH, oxaziclomefona, pentaclorofenol, pentoxazona, acetato de fenilmercurio, pinoadén, prosulfalina, piribenzoxim, piriftalid, quinoclamina, rodetanilo, sulglicapina, tidiazimina, tridifano, trimeturón, tripropindano y tritac.

30 La relación en peso de dicamba a otro herbicida dependerá de la naturaleza del otro herbicida y de la carga deseada de dicamba.

Sin embargo, típicamente la relación en peso de dicamba a otro herbicida (o herbicidas) está en el intervalo de 30:1 a 1:10. Preferiblemente, dicamba constituirá más del 15% p/p del contenido total de herbicida, más preferiblemente al menos 70% p/p y lo más preferiblemente al menos 80% p/p.

35 En un conjunto de realizaciones, el otro herbicida comprende un herbicida derivado de piridina seleccionado del grupo que consiste en picloram, clopiralid, aminopiralid, fluorohipir y triclopir.

40 En un conjunto adicional de realizaciones, el otro herbicida comprende un herbicida derivado de un ácido fenoxialcanoico seleccionado del grupo que consiste en 2,4-D, MCPA, diclorprop, diclorprop-P, mecoprop y mecoprop-P.

45 La invención muestra una mayor eficacia el herbicida derivado del ácido benzoico sobre una base de gramos activos por gramo en comparación con los herbicidas derivados del ácido benzoico vendidos actualmente en el mercado, tales como sales, sales de amina y ésteres.

La invención presenta menor volatilidad y menor propensión a la deriva en comparación con otras formulaciones de herbicidas derivados del ácido benzoico comercializadas actualmente en el mercado.

50 La invención se describirá ahora con referencia a los siguientes Ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1

55 Los ejemplos comparan el efecto de diferentes alcanolaminas sobre la estabilidad de concentrados emulsionables. Las composiciones se prepararon combinando los componentes de la Tabla 1 en las cantidades enumeradas usando el método de fabricación descrito a continuación.

Tabla 1

Material	Ej, 1	Ej, 2	Ej, 3	Ej, 4
Dicamba tec. (92,4%)	43,3	48,75	48,75	48,75
Kemmat HF60	3,5	3,5	3,5	3,5
TERMUL 1284	1,5	1,5	1,5	1,5
TOXIMUL 8320	5,0	5,0	5,0	5,0
MEA (99%)	5,0	-	-	-

ES 3 019 859 T3

TIPA (85%)	-	5,0	-	-
MIPA (100%)	-	-	5,0	-
DEA (85%)	-	-	-	5,0
Solvesso 200	10	10	10	10
Hallcomid 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 100 mL	Hasta 100 mL	Hasta 100 mL
Observación: Toda la medición de la emulsificación en agua estándar CIPAC D,	Buena Emulsificación; sin crema en 30 minutos	Emulsificación no tan buena como la del Ej. 1	2 mL de crema en 30 minutos; no tan buena como la del Ej. 1	1,0 mL de crema en 30 minutos; no tan buena como la del Ej. 1

Método de fabricación

Etapas 1: Se Pesa todos los excipientes en un vaso de precipitados de 250 mL.

Etapas 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente y se comienza la agitación y el calentamiento a 75 °C.

Etapas 3: Se continúa calentando a 75 °C mientras se agita durante aproximadamente 1,0 hora o hasta que se han disuelto todos los sólidos.

Etapas 4: Se continúa calentando a 75 °C y mientras se agita se añade lentamente monoetanolamina.

Ejemplo 5 – 450 g/L de dicamba ácido y monoetanolamina al 5 % p/v

5

Se preparó una composición según la invención que comprendía herbicida dicamba ácido y monoetanolamina combinando los componentes de la Tabla 2 usando el método de fabricación descrito a continuación. Los resultados se describen en la Tabla 3.

10

Tabla 2

Ingredientes	Cantidad
Ácido dicamba (92,4%)	48,75 g
KEMMAT HF60	3,5 g
TERMUL 1284	1,50 g
TOXIMUL 8320	5,0 g
Monoetanolamina (MEA) 100%	5,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL

Método de fabricación:

Etapas 1: Se pesa el 95% del Hallcomid M 8-10 en un vaso de precipitados de 250 mL

Etapas 2: Se añadir una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados en un agitador y se comienza la agitación

Etapas 3: Mientras se continúa agitando, se mantiene la temperatura a 75 °C y se cargan Kemmat HF60, TERMUL 1284, TOXIMUL8320 y Solvesso 200

Etapas 4: Se continúa agitando hasta que se obtiene una solución transparente

Etapas 5: Se pesa el dicamba ácido tec. y se transfiere a la solución anterior lentamente

Etapas 6: Se continúa calentando a 75 °C mientras se agita durante 30 min o hasta que se obtenga una solución transparente

Etapas 7: Cuando todo el material sólido se ha disuelto se añade la cantidad requerida de monoetanolamina al 100%

Etapas 8: Una vez que todos los materiales se han cargado en el recipiente de formulación, se permite que el producto continúe mezclándose durante al menos 30 minutos o hasta que se consiga una mezcla homogénea y luego se enfría la formulación a 20 °C.

Etapas 9: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz volumétrico de 100 mL y se completa el volumen hasta 100 mL con Hallcomid M810.

Resultados

15

Tabla 3

Parámetros	INICIAL	2 semanas a 54 °C
Aspecto	Líquido transparente de color ámbar	Líquido transparente de color ámbar
Contenido activo (dicamba ácido), g/L	449	448

ES 3 019 859 T3

Densidad (20°C), g/mL	1,122	1,122
pH (dilución al 1% en agua DI)	2,90	2,89
Estabilidad de la emulsión (CIPAC MT36.1)	Muy buena emulsificación	Muy buena emulsificación
<u>Agua CIPAC ESTÁNDAR A</u>		
% de aceite (30 min; 2 h; 24h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
% de crema (30 min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
<u>Agua CIPAC ESTÁNDAR D</u>		
% de aceite (30 min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
% de crema (30 min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
Estabilidad durante el almacenamiento a baja temperatura. (CIPAC MT39.3)		
24 h:		
7 días (siembra):	Estable. Sin cristalización	
	Estable. Sin cristalización	

Ejemplo 6 - 400 g/L de dicamba ácido

- 5 La composición de la invención que comprendía herbicida dicamba ácido se preparó combinando los componentes mostrados en la Tabla 4 usando el método de fabricación descrito. La composición resultante tenía las propiedades mostradas en la Tabla 5.

Tabla 4

Ingredientes	Cantidad
Dicamba ácido (92,5%)	43,24 g
KEMMAT HF60	3,5 g
TERMUL 1284	1,5 g
TOXIMUL 8320	5,0 g
Monoetanolamina (MEA) 100%	5,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL

- 10 Método de fabricación:
- Etapas:
- Etapas 1: Se pesa el 95% del Hallcomid M 810 en un vaso de precipitados de 250 mL
 - Etapas 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados en un agitador y se comienza la agitación
 - Etapas 3: Mientras se continúa agitando, se mantiene la temperatura a 75 °C y se cargan Kemmat HF60, TERMUL1284, TOXIMUL8320 y Solvesso 200
 - Etapas 4: Se continúa agitando hasta que se obtiene una solución transparente
 - Etapas 5: Se pesa el dicamba ácido tec. y se transfiere a la solución anterior lentamente
 - Etapas 6: Se continúa calentando a 75 °C mientras se agita durante 30 min o hasta que se obtenga una solución transparente
 - Etapas 7: Cuando todo el material sólido se ha disuelto, se añade la cantidad requerida de monoetanolamina al 100%
 - Etapas 8: Una vez que todos los materiales se han cargado en el recipiente de formulación, se permite que el producto continúe mezclándose durante al menos 30 minutos o hasta que se consiga una mezcla homogénea y luego se enfría la formulación a 20 °C.

ES 3 019 859 T3

Etapa 9: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz volumétrico de 100 mL y se completa el volumen hasta 100 mL con Hallcomid M810.

Resultados

Tabla 5

Parámetros	INICIAL	2 semanas a 54 °C
Aspecto	Líquido transparente de color ámbar	Líquido transparente de color ámbar
Contenido activo (dicamba ácido), g/L	394	393
Densidad (20°C), g/mL	1,097	1,097
pH (dilución al 1% en agua DI)	2,93	2,94
Estabilidad de la emulsión (CIPAC MT36.1)	Muy buena emulsificación	Muy buena emulsificación
<u>Agua CIPAC ESTÁNDAR A</u>		
% de aceite (30min; 2 h; 24h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
% de crema (30min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
<u>Agua CIPAC ESTÁNDAR D</u>		
% de aceite (30min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
% de crema (30min; 2 h; 24 h)	(0; 0; 0)	(0; 0; 0)
Estabilidad durante el almacenamiento a baja temperatura. (CIPAC MT39.3)		
24 h:		
7 días (siembra):	Estable. Sin cristalización.	
	Estable. Sin cristalización.	

5

Ejemplo 7

Formulaciones y detalles del método de fabricación

10

Ejemplo 7a - Emulsionantes añadidos antes del herbicida derivado del ácido benzoico

EC de 400 g/L de dicamba ácido: tamaño de lote 200 mL. La composición se preparó combinando los componentes de la Tabla 6 usando el método de fabricación descrito. Las propiedades de la composición se muestran en la Tabla 7.

15

Tabla 6

Ingredientes	Cantidad (g) para 100 mL	Cantidad real del lote (200 mL)
Dicamba ácido (92,5%)	43,24 g	86,48 g
KEMMAT HF60	3,5 g	7,0 g
TERMUL 1284	1,5 g	3,0 g
TOXIMUL 8320	5,0 g	10,0 g
Monoetanolamina (MEA) 100%	5,0 g	10,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g	20,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 200 mL

ES 3 019 859 T3

Método de fabricación

- Etapa 1: Se pesa el 95% del Hallcomid M 8-10 en un vaso de precipitados de 250 mL
- Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
- Etapa 3: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añaden KEMMAT HF60, Toximul 8320, TERMUL1284 y Solvesso 200
- Etapa 4: Se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente
- Etapa 5: Se añade dicamba tec., se mantiene la temperatura a 75 °C, se continúa mezclando hasta que se logra una solución transparente
- Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añade monoetanolamina
- Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente.
- Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL, se completa hasta la marca con Hallcomid M 8-10.

Resultados preliminares de los ensayos

5

Tabla 7

Aspecto	Líquido transparente de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó
pH al 1% CIPAC MT 75.3	3,1
Densidad	1,097
Características de la emulsión en estándar D	Buena, nula formación de crema después de 30 minutos

Ejemplo 7b - Herbicida derivado del ácido benzoico añadido después de emulsionantes

- 10 EC de 400 g/L de dicamba ácido: tamaño de lote 200 mL, fórmula similar a los Ejemplos anteriores pero preparada usando un método de fabricación en el cual se añadió el herbicida derivado del ácido benzoico antes del emulsionante. La composición se preparó combinando los componentes mostrados en la Tabla 8 usando el método de fabricación. Las propiedades de la composición se muestran en la Tabla 9.

15

Tabla 8

Ingredientes	Cantidad (g) para 100 mL	Cantidad real de lote (200 mL)
Dicamba ácido (92,5%)	43,24 g	86,48 g
KEMMAT HF60	3,5 g	7,0g
TERMUL 1284	1,5 g	3,0 g
TOXIMUL 8320	5,0 g	10,0 g
Monoetanolamina (MEA) 100%	5,0 g	10,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g	20,0g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 200 mL

Método de fabricación

- Etapa 1: Se pesan el 95% del Hallcomid M 8-10 y Solvesso 200 (cantidad total) en un vaso de precipitados de 250 mL.
- Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
- Etapa 3: Se añade dicamba tec., se continúa mezclando hasta que se consiga una solución transparente
- Etapa 4: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añade KEMMAT HF60, TERMUL1284 y Toximul 8320.
- Etapa 5: Se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente.
- Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añade monoetanolamina.
- Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente.
- Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL, y se completa hasta la marca con Hallcomid M8-10.

20

ES 3 019 859 T3

Resultados preliminares de los ensayos

Tabla 9

Aspecto	Líquido transparente de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó
pH al 1% CIPAC MT 75.3	2,95
Densidad	1,096
Características de la emulsión en Estándar D	Buenas, sin crema después de 30 minutos

5

Ejemplo 8

EC de 450 g/L de dicamba ácido: tamaño del lote 200 mL, fórmula similar al Ejemplo 6 pero preparada usando un método en la cual se añadieron inicialmente los disolventes HALLCOMID y SOLVESSO 200.

10

La composición se preparó combinando los componentes mostrados en la Tabla 10 usando el método de fabricación enumerado. Las propiedades de la composición se muestran en la Tabla 11.

Tabla 10

Ingredientes	Cantidad (g) durante 100 mL	Cantidad real del lote (200 mL)
Dicamba ácido (92,5%)	48,65	97,30 g
KEMMAT HF60	3,5 g	7,0 g
TERMUL 1284	1,50 g	3,0 g
TOXIMUL 8320	5,0 g	10,0 g
Monoetanolamina (MEA) 100%	5,0 g	10,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g	20,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 200 mL

15

Método de fabricación

- Etapas:
- Etapas 1: Se pesan el 95% del Hallcomid M 8-10 y Solvesso 200 (cantidad total) en un vaso de precipitados de 250 mL.
 - Etapas 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
 - Etapas 3: Se añade dicamba tec., se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente
 - Etapas 4: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añaden KEMMAT HF60, TERMUL1284 y Toximul 8320.
 - Etapas 5: Se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente.
 - Etapas 6: Se apaga el calentamiento y se añade monoetanolamina.
 - Etapas 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente.
 - Etapas 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL, se completa hasta la marca con Hallcomid M8-10.

Resultados preliminares de los ensayos

20

Tabla 11

Aspecto	Líquido transparente de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó
pH al 1% CIPAC MT 75.3	3,02
Densidad	1,117
Características de la emulsión en Estándar D	Buenas, sin crema después de 30 minutos

Ejemplo 9

25

Este Ejemplo se preparó usando metoxipropilamina (MOPA) en lugar de monoetanolamina (MEA) y mediante un método en el cual se intentaron formulaciones para evaluar metoxipropilamina (MOPA) en EC de dicamba ácido. La composición se preparó combinando los componentes de la Tabla 12 usando el método de fabricación y se ensayó para determinar la estabilidad de la emulsión, la densidad y la estabilidad al almacenamiento a baja temperatura. Los resultados se muestran en la Tabla 13.

30

ES 3 019 859 T3

EC de 400 g/L de Dicamba ácido: tamaño de lote 200 mL, formulación con MOPA, preparada usando un nuevo método de fabricación.

Tabla 12

Ingredientes	Cantidad (g) durante 100 mL	Cantidad real de lote (200 mL)
Dicamba ácido (92,5%)	43,24 g	86,48 g
KEMMAT HF60	3,5 g	7,0 g
TERMUL 1284	1,5 g	3,0 g
TOXIMUL 8320	5,0 g	10,0 g
Metoxipropilamina (MOPA) 100%	5,0 g	10,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g	20,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 200 mL

5

Método de fabricación

- Etapa 1: Se pesan el 95% de HALLCOMID M 8-10 y Solvesso 200 (cantidad total) en un vaso de precipitados de 250 mL.
- Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
- Etapa 3: Se añade dicamba tec., se continúa mezclando hasta que se consiga una solución transparente.
- Etapa 4: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añade KEMMAT HF60, TERMUL 1284 y Toximul 8320.
- Etapa 5: Se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente.
- Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añade MOPA.
- Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente.
- Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL, se completa hasta la marca con Hallcomid M8-10.

Resultados preliminares de los ensayos

10

Tabla 13

Aspecto	Líquido transparente de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó
pH al 1% CIPAC MT 75.3	3,19
Densidad	1,094
Características de la emulsión en Estándar D	Satisfactorias, 1 mL de crema después de 30 minutos

Ejemplo 10

15

EC de 450 g/L de dicamba ácido: tamaño de lote 200 mL, formulación con MOPA, preparada usando un nuevo método de fabricación.

La composición se preparó combinando los componentes mostrados en la Tabla 14 usando el método de fabricación enumerado y proporcionó los resultados mostrados en la Tabla 15.

20

Tabla 14

Ingredientes	Cantidad (g) para 100 mL	Cantidad real de lote (200 mL)
Dicamba ácido (92,5%)	48,65 g	97,30 g
KEMMAT HF60	3,5 g	7,0 g
TERMUL 1284	1,50 g	3,0 g
TOXIMUL 8320	5,0 g	10,0 g
Metoxipropilamina (MOPA) 100%	5,0 g	10,0 g
SOLVESSO 200	10,0 g	20,0 g
Hallcomid M 8-10	Hasta 100 mL	Hasta 200 mL

Método de fabricación

- Etapa 1: Se pesan el 95% de HALLCOMID M 8-10 y Solvesso 200 (cantidad total) en un vaso de precipitados de 250 mL.

25

ES 3 019 859 T3

- Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
- Etapa 3: Se añade dicamba tec., se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente.
- Etapa 4: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C y se añaden KEMMAT HF60, TERMUL1284 y Toximul 8320.
- Etapa 5: Se continúa mezclando hasta que se consigue una solución transparente.
- Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añadir metoxipropilamina (MOPA).
- Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente.
- Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL, se completa hasta la marca con Hallcomid M8-10.

Resultados preliminares de los ensayos

Tabla 15

Aspecto	Líquido transparente de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó
pH al 1% CIPAC MT 75.3	2,82
Densidad	1,117
Características de la emulsión en Estándar D	Satisfactorias, 1 mL de crema después de 30 minutos
Viscosidad @ 5 °C (cp)	620 cP
Viscosidad @ 20 °C (cp)	254 cP

5

Ejemplos 11-16 – EC de dicamba ácido

Las composiciones de EC de dicamba ácido de la Tabla 16 se prepararon según el método identificado en la Tabla como se expone a continuación.

10

Tabla 16

	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16
	EC de 400 g/L de dicamba ácido	EC de 400 g/L de dicamba ácido	EC de 450 g/L de dicamba ácido	EC de 450 g/L de dicamba ácido	EC de 400 g/L de dicamba ácido	EC de 450 g/L de dicamba ácido
Material/Método	SS1 (400 g/L)	SS2 (400 g/L)	SS3 (450 g/L)	SS4 (450 g/L)	SS5 (400 g/L)	SS6 (450 g/L)
Dicamba tec. (92,5%)	86,48	86,48	97,28	97,28	86,48	97,28
Kemmat HF60	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0
TERMUL 1284	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
TOXIMUL 8320	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
MEA (100%)	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Solvesso 200	20	20	20	20	20	20
Hallcomid 8-10	Hasta 200 mL	Hasta 200 mL	Hasta 200 mL	Hasta 200 mL	Hasta 200 mL	Hasta 200 mL
Observaciones						
Aspecto	Líquido límpido de color ámbar	Líquido límpido de color ámbar	Líquido límpido de color ámbar	Líquido límpido de color ámbar	Líquido límpido de color ámbar	Líquido límpido de color ámbar
Estabilidad a baja temperatura CIPAC MT 39.3	No se congeló, no cristalizó, no se separó	No se congeló, no cristalizó, no se separó	No se congeló, no cristalizó, no se separó	No se congeló, no cristalizó, no se separó		
pH al 1% CIPAC MT 75.3	3,1	2,95	2,87	3,02		
Densidad	1,097	1,096	1,117	1,117		
Características de la emulsión en Estándar D	Buenas, sin crema después de 30 minutos	Buenas, sin crema después de 30 minutos	Buenas, sin crema después de 30 minutos	Buenas, sin crema después de 30 minutos		

ES 3 019 859 T3

Método de fabricación para SS1 y SS3 (Dicamba tec. añadido después de la adición de emulsionantes)

Etapa 1: Se pesa el 95 % de HALLCOMID M 8-10 en un vaso de precipitados de 250 mL,

5 Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados en una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C,

Etapa 3: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añaden KEMMAT HF60, Toximul 8320, TERMUL1284 y Solvesso 200,

10 Etapa 4: Se continúa mezclando hasta que se logra una solución transparente,

Etapa 5: Se añade dicamba tec., se mantiene la temperatura a 75 °C, se continúa mezclando hasta que se logra una solución transparente,

15 Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añade una base alcalina,

Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente,

20 Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL y se completa hasta la marca con Hallcomid M 8-10.

Método de fabricación de SS2, SS4, SS5 y SS6 (dicamba tec. añadido antes de la adición de emulsionantes)

25 Etapa 1: Se pesan el 90% de HALLCOMID M 8-10 y Solvesso 200 (cantidad total) en un vaso de precipitados de 250 mL,

Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados en una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C,

30 Etapa 3: Se añade dicamba tec. y se continúa mezclando hasta que se logra una solución transparente,

Etapa 4: Mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, se añaden KEMMAT HF60, TERMUL1284 y Toximul 8320,

35 Etapa 5: Se continúa mezclando hasta que se logra una solución transparente,

Etapa 6: Se apaga el calentamiento y se añade base alcalina,

40 Etapa 7: Se continúa agitando durante aproximadamente 20 a 30 minutos, o hasta que esté transparente,

Etapa 8: Se retira el vaso de precipitados, se transfiere el contenido a un matraz de 200 mL y se completa hasta la marca con Hallcomid M8-10

45 Nota: En SS1 y SS3, se añadió dicamba tec. después de la adición de los emulsionantes, mientras que en SS2, SS4, SS5 y SS6 se añadió dicamba tec. antes de la adición de los emulsionantes. Para más detalles, véase el método de fabricación.

Ejemplos 17 - 22 - EC que contiene tanto dicamba como fluroxipir

50 Se prepararon concentrados emulsionables combinando los componentes mostrados en la Tabla 17 usando el método de fabricación mostrado a continuación. Se encontró que las composiciones tenían buena estabilidad y las propiedades mostradas también en la Tabla 17.

55

Tabla 17

	E17	E18	E19	E20	E21	E22
Fluroxipir	110	110	110	110	110	110
Dicamba	200	200	200	200	200	200
NMP	50	50	50	50	50	50
MOPA 100%	10	0	20	30	40	10
Tomamina al 100%						20
Hallcomid M8-10	510	510	510	510	510	510
Solvesso	50	50	50	50	50	50

ES 3 019 859 T3

200						
Termul 1284	15	15	15	15	15	15
Toximul 8320	50	50	50	50	50	50
Kermat HF60	35	35	35	35	35	35
Aspecto	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente
Estabilidad a baja temperatura	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
pH al 1%	2,87	2,76	2,96	3,07	3,34	2,91
Densidad	1,059	1,059	1,059	1,059	1,059	1,059
Emulsión A 30 minutos	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL
Emulsión D 30 minutos	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL
Emulsión A 2 horas	Pasa 0,1 mL	Pasa 0,2 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0,2 mL
Emulsión D 2 horas	Pasa 0,1 mL	Pasa 0,3 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0 mL	Pasa 0,1 mL
Espumado mL	30	35	35	30	50	

Método de fabricación - Lotes de 1 L con fluroxipir

- Etapa 1: Se pesan Hallcomid M-8-10 y NMP en un vaso de precipitados de vidrio de 2 L y se añade Fluroxipir y se calienta en una placa caliente a 75 °C mientras se agita con un agitador suspendido hasta que se produce una solución transparente.
- Etapa 2: Cuando la solución anterior es transparente, se puede añadir opcionalmente 2,4D y mantener a 75 °C mientras se agita con un agitador suspendido hasta que se obtiene una solución transparente.
- Etapa 3: A un vaso de precipitados de vidrio de 400 mL con un agitador magnético se añaden Solvesso 200, Toximul 1284 y Toximul 8320 y se mezclan a 50 °C hasta que se obtiene una solución homogénea y transparente.
- Etapa 4: Al vaso de precipitados de 2 L se añade el contenido del vaso de precipitados de 400 mL mientras se agita vigorosamente y se mantiene la temperatura a 75 °C.
- Etapa 5: Se mezcla hasta que sea homogénea y transparente y se deja enfriar.
- Etapa 6: Cuando está a 40°C se comprueba el pH al 1%.
- Etapa 7: Se añade la base y se mezcla durante diez minutos.
- Etapa 8: Se deja enfriar a 20 °C y se introduce en un lote de 1 L y se completa el volumen con Hallcomid M-8-10.

Ejemplos 23-32 - Composiciones de EC que contienen dicamba y picloram

5

Se prepararon composiciones de concentrados emulsionables combinando los componentes mostrados en la Tabla 18 en las partes en peso enumeradas y usando el método de fabricación descrito. Las propiedades de las composiciones también se registran en la Tabla 18.

10

Tabla 18

Todos en g/L	Ej. 23	Ej. 24	Ej. 25	Ej. 26	Ej. 27	Ej. 28	Ej. 29	Ej. 30	Ej. 31	Ej. 32
Picloram como 100%	22,5	22,5	22,5	22,5	22,5	22,5	25	25	25	22,5
Dicamba como 100%	260	260	260	260	260	260	300	300	300	260
Hallcomid M8-10	567	520	520	550	550	550	535	535	535	560
Solvesso 200	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50

ES 3 019 859 T3

Termul 1284	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
Toximul 8320	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
Kermat HF60	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35
MEA 100%	10		20							5
TEA 99%										
MOPA 100%				10	20	30	10	20	30	5
Aspecto	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente
Estabilidad a baja temperatura	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente
pH al 1%	2,8	2,69	3,02	2,75	2,95	3,2	2,64	2,83	3,06	2,8
Densidad	1,036	1,025	1,025	1,033	1,033	1,033	1,052	1,052	1,052	1,034
Picloram g/L iniciales	24,3	23,2	23,4	23,8	23,3	22,8	25,5	25	24,5	
Picloram g/L 2 sem. TA	24,6	23,6	23,2	23,6	23,1	22,7				
Picloram g/L 2 sem. 54 °C	24,4	23,4	23	23,3	22,9	22,5				
Picloram g/L 2 sem. 0 °C	24,6	23,6	23,2	23,6	23,1	22,7				
Dicamba g/L iniciales	254	238	239	257	252	248	296	290	284	:
Dicamba g/L 2 sem. TA	258	241	237	257	252	247				
Dicamba g/L 2 sem. 54 °C	257	241	236	257	251	247				
Dicamba g/L 2 sem. 0 °C	258	241	238	257	253	248				
Emulsión A	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
Emulsión D	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
Espumado mL	10	10	10	20	20	20	20	20	20	

Método de fabricación - lotes de 1 L con Dicamba y Picloram

Etapa 1: Se pesa el 95 % de Hallcomid M-8-10 en un vaso de precipitados de vidrio de 2 L y se calienta a 75 °C mientras se agita con un agitador superior.

Etapa 2: Se mantiene la temperatura a 75 °C, se añade Picloram y se agita vigorosamente hasta que se disuelve completamente.

ES 3 019 859 T3

- Etapa 3: Se mantiene la temperatura a 75 °C, se añade dicamba y se agita vigorosamente hasta que se disuelve completamente y después se añade.
- Etapa 4: En un vaso de precipitados de vidrio de 400 mL se añade Solvesso seguido de Keramat HF60, Termul 1284 y Toximul 8320 y se calienta a 50 °C y se mezcla hasta que se obtiene una solución transparente.
- Etapa 5: Mientras se agita vigorosamente y se mantiene la temperatura a 75 °C, se añade la mezcla anterior basada en Solvesso 200 y se agita hasta que es homogénea y transparente.
- Etapa 6: A continuación, se enfría a TA y, mientras se agita, se añade lentamente base y se agita hasta que sea homogénea.
- Etapa 7: Se deja volver a TA y se ajusta hasta 1 L con Hallcomid.

Ejemplos comparativos CE1 a CE9

Los siguientes Ejemplos Comparativos se refieren a composiciones preparadas usando una gama de disolventes según el siguiente procedimiento:

- Etapa 1: Se pesan todos los excipientes en un vaso de precipitados de 250 mL.
- Etapa 2: Se añade una pulga magnética al vaso de precipitados, se coloca el vaso de precipitados sobre una placa caliente, se comienza la agitación y se calienta a 75 °C.
- Etapa 3: Se continúa calentando a 75 °C mientras se agita durante aproximadamente 1,0 h o hasta que se han disuelto todos los sólidos.

5

Tabla 20

Material	CE1	CE2	CE3
Dicamba (92,8%)	48,49	48,49	48,49
Atlas G-5002L	10		
Sinperonic A11		10	
Calsogen ARL100ND			10
Caromax 200LN	5	5	5
2-Butoxietanol	36,51	36,51	36,51

10 CE7 a CE9 exhibieron una mala emulsificación.

Tabla 21

Material	CE4	CE5	CE6	CE7
Dicamba (92,8%)	48,49	48,49	48,49	48,49
Calsogen ARL100ND	5,5	5,5	5,5	5,5
Emulsogen EL360	2,5	2,5	2,5	-
Emulsogen EL540	2,0	2,0	2,0	2,0
Acetofenona	10,0	15	20,0	-
Solvesso 200ULN	Hasta 100 g	Hasta 100 g	Hasta 100 g	Hasta 100 g
BEROL 106	-	-	-	4,5
NMPR-200	-	-	-	15,0
	12% cristalización (durante la noche en reposo a TA)	10% cristalización (durante la noche en reposo a TA)	5% cristalización (durante la noche en reposo a TA)	10% cristalización (durante la noche en reposo a TA)

15

Tabla 22

Material	CE8	CE9
Dicamba (92,8%)	43,1	43,1
Calsogen ARL100ND	9,0	9,0
BEROL 106	6,0	6,0
Rodiasolv-Match 11	10,0	20,0
Solvesso 200ULN	Hasta 100 g	Hasta 100 g
Observaciones	Después de 2 horas de agitación	Solubilización completa después de 1 hora de

ES 3 019 859 T3

	a 75 °C no se disolvió completamente.	agitación a 75 °C. Cristaliza durante la noche en reposo a TA.
--	---------------------------------------	--

Conclusión para los Ejemplos CE1 a CE9

- 5 Se hicieron varios intentos para formular un producto EC usando diversos disolventes y emulsionantes, pero las formulaciones no fueron satisfactorias. Las combinaciones con una carga de dicamba del 40% al 45% mostraron emulsificaciones muy malas.

Ejemplos Comparativos 10-13

10

Los concentrados emulsionables se prepararon usando el procedimiento de los Ejemplos Comparativos 1-9 y las observaciones enumeradas. En general, las composiciones no tuvieron la estabilidad deseada.

Tabla 23

Material	CE10	CE11	CE12
Dicamba tec. 92,8%	43,1	43,1	43,1
Kemmat HF60	5,5	5,5	5,5
TERMUL1284	2,5	2,5	2,5
Synperonic PE F127	3,0	3	3
Solvesso 200	10	10	Hasta 100 g
Hallcomid 8-10	Nada	15	20,0
THFA	Hasta 100 g	20,9	Nada
Observaciones	Mala emulsificación	Mala emulsificación	Mala emulsificación

15

Tabla 24

Material	CE13
Dicamba tec. al 100%	43,1
Kemmat HF60	5,0
TERMUL1284	3,0
Atlas G5002L	-
TERMUL1285	-
TERICI6A30	2,0
Solvesso 200	10
Hallcomid 8-10	Hasta 100 g
Observaciones	Mala emulsificación

20

Tabla 26

Nombre del material	CE14
Dicamba (92,4%)	43,3
KEMMAT HF60	5
TERIC 16A30	2
Synperonic PE/F127	3
Alcohol tetrahidrofurfurílico	35
Propilenglicol	5
Butil Glysolv (2-butoxietanol)	Hasta 100 g (6,7 g)
Observación	No hay emulsificación

En los ejemplos, los productos identificados son los siguientes:

- 25 Atlas™ G-5002L- emulsionante polimérico de aceite en agua no iónico tipo copolímero de bloques de butilo.

Sinperonic™ A11 - emulsionante no iónico tipo alcohol C₁₂-C₁₅ polioxietilenado (11).

Calsogen™ ARL 100ND - emulsionante aniónico tipo alquilbencenosulfonato.

30

Solvesso™ 200 - alquilbenceno IBP (punto de ebullición inicial) 220 °C

Solvesso™ 200 ULN - alquilbenceno IBP 220 °C

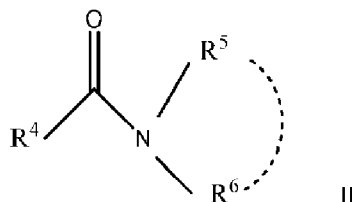
ES 3 019 859 T3

- KEMMAT™ HF60 - dodecilbencenosulfonato de calcio.
- TERMUL™ 1284 - emulsionante tipo aceite de ricino etoxilado.
- 5 TOXIMUL™ 8320 - copolímero de bloques de butilo, emulsionante polimérico.
- HALLCOMID™ M8-10 - N,N-dimetildecanamida
- 10 MEA - monoetanolamina (según la invención)
- TIPA - triisopropanolamina
- MIPA - monoisopropilamina
- 15 DEA - dietanolamina
- TEA - trietanolamina
- EDA - etilendiamina
- 20 DETA - dietilentriamina
- MOPA - metoxipropilamina (según la invención)
- 25 THFA - alcohol tetrahidrofurfúrico
- Rhodiasolv™ Match 11 - mezcla de disolventes no iónicos
- 30 BEROL™ 106 - aceite de ricino etoxilado

REIVINDICACIONES

1. Una composición de concentrado emulsionable que comprende:

- 5
- Dicamba ácido en una cantidad de al menos 250 g/L;
 - Disolvente tipo amida de ácido graso en una cantidad de 25% a 60% p/p de la composición del concentrado, en donde el disolvente tipo amida de ácido graso es de fórmula II



en donde

R^4 se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno e hidrocarbilo de C_1 hasta C_{17} ;

R^5 se selecciona del grupo que consiste en hidrocarbilo de C_1 hasta C_{15} ;

R^6 se selecciona del grupo que consiste en hidrocarbilo de C_1 hasta C_{15} ; y

R^5 y R^6 pueden formar juntos un anillo que incorpora el átomo de nitrógeno de la amida que comprende 4 ó 5 grupos metileno;

- Codisolvente tipo hidrocarburo en una cantidad de 2% a 25% p/p de la composición de concentrado;
- Emulsionante aniónico en una cantidad de 1% a 10% p/p de la composición de concentrado;
- Emulsionante no iónico en una cantidad de 2% a 25% p/p de la composición de concentrado; y
- Monoetanolamina, metoxipropilamina o mezcla de las mismas en una cantidad de 0,5% hasta 10% en peso basándose en el peso de la composición de concentrado.

2. Una composición de concentrado emulsionable según la reivindicación 1, en donde el disolvente tipo amida de ácido graso comprende un grupo R^4 alifático de C_6 hasta C_{17} .

3. Una composición de concentrado emulsionable según la reivindicación 1 ó 2, en donde en el disolvente tipo amida de ácido graso de fórmula II:

R^4 es alquilo de C_6 hasta C_{17} ; y

R^5 y R^6 se seleccionan independientemente de alquilo de C_1 hasta C_4 .

4. Una composición de concentrado emulsionable según la reivindicación 1, en donde el disolvente tipo amida de ácido graso es una N,N-dimetil amida de ácido graso.

5. Una composición de concentrado emulsionable según la reivindicación 1 ó 4, en donde el disolvente tipo amida de ácido graso es una N,N-dimetil-amida de ácido graso C_8 - C_{10} .

6. Una composición de concentrado emulsionable según la reivindicación 1, en donde el disolvente tipo amida de ácido graso se selecciona del grupo que consiste en N,N-dimetil octanamida, N,N-dimetil decanamida, N,N-dimetil caprilamida, N,N-dimetil-2-etilhexanoamida, N,N-dimetil oleamida, N,N-dimetil dodecanamida, N,N-dimetil tetradecanamida, N,N-dimetil-9-decanamida y mezclas de dos o más de los mismos.

7. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el dicamba ácido está presente en una cantidad de al menos 350 g/L.

8. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el dicamba ácido está presente en una cantidad de al menos 400 g/L.

9. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el codisolvente tipo hidrocarburo está presente en una cantidad en el intervalo de 5% a 20% p/p de la composición de concentrado.
- 5 10. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la monoetanolamina, la metoxipropilamina o una mezcla de las mismas está presente en una cantidad de 3% a 5% en peso de la composición de concentrado.
- 10 11. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el emulsionante no iónico está presente en una cantidad de 2% a 20% en peso de la composición de concentrado.
- 15 12. Una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el emulsionante no iónico está presente en una cantidad de 2% a 15% p/p de la composición de concentrado.
- 20 13. Un método para controlar malezas que comprende proporcionar una composición de concentrado emulsionable según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, diluir la composición de concentrado con agua para formar una emulsión y aplicar la composición diluida a las malezas.