



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 346 883**

51 Int. Cl.:
A01N 33/18 (2006.01)
A01N 25/28 (2006.01)
A01N 25/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04726995 .6**
96 Fecha de presentación : **13.04.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1622447**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.02.2006**

54 Título: **Composición acuosa fluida en forma de concentrado de pendimetalín.**

30 Prioridad: **14.04.2003 EP 03008556**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.10.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.10.2010

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Goldsmith, Andrew**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 346 883 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).

ES 2 346 883 T3

DESCRIPCIÓN

Composición acuosa fluida en forma de concentrado de pendimetalín.

5 La presente invención se refiere a composiciones acuosas en forma de concentrado de pendimetalín que son fluidas y tienen una estabilidad al almacenamiento mejorada.

10 Los plaguicidas insolubles en agua a menudo se formulan como concentrados en suspensión que también se denominan fluidos acuosos. Los concentrados en suspensión son composiciones acuosas que contienen el plaguicida como partículas finas que están dispersadas en el medio acuoso. La concentración del plaguicida en tales concentrados es habitualmente superior a 100 g/l y principalmente al menos 200 g/l. Los concentrados en suspensión tienen las características deseables de un líquido que puede verterse o bombearse y que puede diluirse fácilmente con agua hasta la concentración deseada requerida para la aplicación. En contraste con los concentrados en emulsión, los concentrados en suspensión tienen la ventaja añadida de no requerir el uso de disolventes orgánicos inmiscibles con agua.

15 Problemas que se asocian en general con los concentrados en suspensión son la sedimentación y la aglutinación que dan como resultado inestabilidad de la formulación, dificultad en el procesamiento y falta de fiabilidad de utilización. Estos problemas son pronunciados en el caso de plaguicidas de bajo punto de fusión, tales como pendimetalín (nombre común de la N-(1-etilpropil)-2,6-dinitro-3,4-dimetilanilina). Un problema adicional asociado con las formulaciones de pendimetalín resulta de la tendencia del pendimetalín a formar grandes cristales durante el envejecimiento, dando como resultado una sedimentación incrementada de partículas de pendimetalín y así una inestabilidad, una dificultad en el procesamiento y una falta de fiabilidad de utilización. Estos problemas se hacen más graves cuando se almacenan concentrados en suspensión acuosos de pendimetalín a temperaturas por encima de 35°C y especialmente por encima de 40°C.

25 US 4.874.425 divulga una composición acuosa en forma de concentrado de pendimetalín que comprende lignin-sulfonato sódico o cálcico como estabilizante.

30 EP 249 770 divulga concentrados en suspensión de pendimetalín estables que se preparan emulsionando pendimetalín fundido en agua caliente, añadiendo un tensioactivo y agentes antiespumantes para proporcionar un tamaño de gotícula de las gotículas de pendimetalín de aproximadamente 2 a 10 μm y enfriando la emulsión caliente hasta temperatura ambiente mientras se agita.

35 EP-A-445 603 muestra la estabilización de concentrados en suspensión acuosos de plaguicidas insolubles en agua usando un copolímero de polioxialquileno-polioxipropileno líquido.

40 EP-A-747116 divulga concentrados de pendimetalín estables, en los que el pendimetalín está encapsulado en microcápsulas de liberación rápida.

45 EP-A-823 993 muestra una composición acuosa de microcápsulas que contiene pendimetalín que está microencapsulado por un material polímero sensible al pH.

Aunque los concentrados en suspensión de pendimetalín son estables a temperatura ambiente, su estabilidad al almacenamiento es escasa a temperaturas superiores, especialmente cuando el concentrado en suspensión se almacena a temperaturas que superan 35°C y lo más pronunciado a temperaturas que superan 40°C.

50 Se sabe de US 5.705.174 y US 5.910.314 que en una composición acuosa en forma de concentrado de partículas de pendimetalín que están encapsuladas por un material parietal polímero (pendimetalín microencapsulado), se reduce la tendencia a formar cristales grandes. Estas composiciones tienen una estabilidad al almacenamiento mejorada. Desgraciadamente, la microencapsulación de pendimetalín tiende a frenar la liberación del ingrediente activo.

55 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar una composición acuosa en forma de concentrado de pendimetalín que tenga una estabilidad al almacenamiento mejorada a temperaturas superiores y que no muestre una liberación frenada del ingrediente activo.

Este objetivo se resuelve mediante una composición acuosa en forma de concentrado de pendimetalín que contiene tanto partículas de pendimetalín microencapsulado como partículas de pendimetalín no encapsulado y al menos una sustancia tensioactiva.

60 Las composiciones de la invención son composiciones que fluyen libremente, en las que tanto las partículas de pendimetalín microencapsulado como las partículas de pendimetalín no encapsulado están finamente dispersadas en el medio acuoso de la suspensión. Estas composiciones permanecen estables durante meses a temperaturas que superan 35°C e incluso a temperaturas que superan 45°C. Por otra parte, estas composiciones no muestran una liberación frenada del ingrediente activo.

65 Las composiciones de acuerdo con la invención contienen habitualmente pendimetalín en una concentración total de 200 a 600 g/l, preferiblemente de 300 a 550 g/l y especialmente de 350 a 450 g/l.

ES 2 346 883 T3

Las composiciones de acuerdo con la invención contienen en general partículas de pendimetálin microencapsulado y partículas de pendimetálin no encapsulado en una relación en peso de 1:9 a 9:1, preferiblemente de 1:5 a 5:1, en particular de 1:4 a 4:1, especialmente de 1:3 a 3:1, más preferiblemente de 1:2 a 2:1 y lo más preferiblemente de 2:3 a 3:2.

De acuerdo con la invención, una parte de las partículas de pendimetálin en la composición son partículas de pendimetálin microencapsulado. En el pendimetálin microencapsulado, el pendimetálin se encapsula dentro de un material parietal polímero delgado insoluble en agua. Ejemplos de materiales parietales adecuados son poliamida, polisulfonamida, poliéster, policarbonato, poliuretano o poliurea. Materiales parietales preferidos son poliuretano y el más preferido es la poliurea. La cantidad de material parietal polímero en las partículas de pendimetálin microencapsulado es en general de 0,5 a 20% en peso, preferiblemente de 1 a 10% en peso y especialmente de 2 a 8% en peso, basado en el peso total de las partículas de pendimetálin microencapsulado.

Partículas de pendimetálin microencapsulado útiles para las composiciones de acuerdo con la invención se conocen, p. ej., de US 5.705.174 y US 5.910.314. Suspensiones acuosas de pendimetálin microencapsulado también pueden prepararse de acuerdo con procedimientos bien conocidos en la técnica, p. ej. mediante condensación interfacial según se divulga en US 3.577.515, US 4.280.833 y US 5.310.721.

En una realización preferida de la presente invención, el material de la pared polímera es una poliurea. En general, las poliureas se forman haciendo reaccionar un poliisocianato, que tiene al menos dos grupos isocianato, con una poliamina que tiene al menos dos grupos amino primario para formar una pared de envuelta de poliurea. Poliisocianatos que son adecuados para el uso incluyen di- y tri-isocianatos, en donde los grupos isocianato están ligados a un resto alifático o cicloalifático (isocianatos alifáticos) o a un resto aromático (isocianatos aromáticos). Ejemplos de diisocianatos alifáticos adecuados incluyen diisocianato de tetrametileno, diisocianato de pentametileno y diisocianato de hexametileno. Isocianatos aromáticos adecuados incluyen diisocianatos de tolueno (TDI: una mezcla de los isómeros 2,4 y 2,6), 4,4'-diisocianato de difenilmetano (MDI: DESMODUR® VL, Bayer Corp., Pittsburgh), polifenilisocianato de polimetileno (MONDUR® MR, Bayer Corp., Pittsburgh), PAPI® y PAPI® 135 (Upjohn Co.), 2,4,4'-trisisocianato de difenil-éter, 3,3'-dimetil-4,4'-diisocianato de difenilo, 3,3'-dimetoxi-4,4'-diisocianato de difenilo, 1,5-diisocianato de naftileno y 4,4',4''-trisisocianato de trifenilmetano. Un diisocianato adecuado adicional es el diisocianato de isoforona.

También son adecuados aductos de diisocianatos con alcoholes polihidroxilados, tales como etilenglicol, glicerol y trimetilolpropano, obtenidos mediante la adición, por mol de alcohol polihidroxilado, de un número de moles de diisocianato correspondiente al número de grupos hidroxilo del alcohol respectivo. De este modo, varias moléculas de diisocianato se conectan a través de grupos uretano al alcohol polihidroxilado para formar poliisocianatos de alto peso molecular. Un producto particularmente adecuado de este tipo, DESMODUR® L (Bayer Corp., Pittsburgh), puede prepararse haciendo reaccionar tres moles de diisocianato de tolueno con un mol de 2-etilglicerol (1,1-bis-metilolpropano). Productos adecuados adicionales se obtienen mediante adición de diisocianato de hexametileno o diisocianato de isoforona con etilenglicol o glicerol. Poliisocianatos preferidos son 4,4'-diisocianato de difenilmetano y polifenilisocianato de polimetileno.

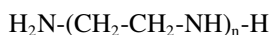
Di- y tri-isocianatos, tales como los mencionados anteriormente, pueden emplearse individualmente o como mezclas de dos o más de tales isocianatos.

Se entenderá que poliaminas adecuadas dentro del alcance de esta invención significa en general aquellos compuestos que contienen dos y más grupos amino en la molécula, grupos amino que pueden estar conectados a restos alifáticos o aromáticos. Ejemplos de poliaminas alifáticas adecuadas son α,ω -diaminas de la fórmula



en la que n es un número entero de 2 a 6. Ejemplares de tales diaminas son etilendiamina, propilen-1,3-diamina, tetrametilendiamina, pentametilendiamina y hexametilendiamina. Una diamina preferida es la hexametilendiamina.

Poliaminas alifáticas adecuadas adicionales son polietileniminas de la fórmula



en la que n es un número entero de 2 a 5. Ejemplos representativos de tales polietileniminas son dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina y pentaetilenhexamina.

Poliaminas alifáticas adecuadas adicionales son dioxaalcano- α,ω -diaminas, tales como 4,9-dioxadodecano-1,12-diamina de la fórmula



ES 2 346 883 T3

Ejemplos de poliaminas aromáticas adecuadas son 1,3-fenilendiamina, 2,4- y 2,6-toluendiamina, 4,4'-diaminodifenilmetano, 1,5-diaminonaftaleno, 1,3,5-triaminobenceno, 2,4,6-triaminotolueno, 1,3,6-triaminonaftaleno, 2,4,4'-triaminodifenil-éter, 3,4,5-triamino-1,2,4-triazol y 1,4,5,8-tetraaminoantraquinona. Aquellas poliaminas que sean insolubles o insuficientemente solubles en agua pueden usarse como sus sales de hidrocloreuro.

Otras poliaminas adecuadas adicionales son aquellas que contienen grupos sulfo o carboxilo además de los grupos amino. Ejemplos de tales poliaminas son ácido 1,4-fenilendiaminosulfónico, ácido 4,4'-diaminodifenil-2-sulfónico o ácidos diaminomono-carboxílicos, tales como amitina y lisina.

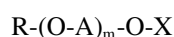
Las poliaminas, tales como las mencionadas anteriormente, pueden usarse individualmente o como mezclas de dos o más poliaminas.

Las cantidades relativas de cada componente formador de pared complementario variarán con sus pesos equivalentes. En general, se prefieren cantidades aproximadamente estequiométricas, aunque también puede emplearse un exceso de un componente, especialmente un exceso de poliisocianato. La cantidad total de componentes formadores de pared corresponde aproximadamente a la cantidad total de materiales formadores de pared polímeros.

La composición de acuerdo con la invención contiene además al menos una sustancia tensioactiva. Las sustancias tensioactivas comprenden emulsionantes, coloides protectores, agentes humectantes y dispersantes que normalmente se emplean en concentrados en suspensión acuosos y formulaciones acuosas en microcápsulas de plaguicidas. Las sustancias tensioactivas pueden ser no iónicas, aniónicas y/o catiónicas. Como norma, las composiciones de la presente invención contienen al menos un surfactante aniónico, preferiblemente en combinación con al menos un surfactante no iónico. Surfactantes adecuados que pueden usarse en las composiciones de la invención se divulgan, p. ej., en "McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual", MC Publishing Corp., Ridgewood, NJ, EE. UU. de A. 1981; H. Stache, "Tensid-Taschenbuch", 2ª ed., C. Hanser, Munich, Vienna, 1981; M. y J. Ash, "Encyclopedia of Surfactants", vol. I-III, Chemical Publishing Co., Nueva York, NY, EE. UU. de A. 1980-1981.

En una realización preferida de la invención, la composición contiene al menos un compuesto tensioactivo oligómero o polímero A que contiene la pluralidad de grupos aniónicos, tales como grupos carboxilato, grupos sulfonato, grupos fosfonato, grupos sulfato y/o grupos fosfato. Los grupos aniónicos en estos compuestos oligómeros o polímeros pueden estar parcialmente o totalmente neutralizados. Iones conjugados adecuados son sodio, potasio, magnesio, calcio y amonio. Ejemplos para sustancias oligómeras y polímeras A son las sales de ácido lignosulfónico etoxilado, de ácido lignosulfónico, de ligninas oxidadas, las sales de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, las sales de homo-, co- y ter-polímeros de ácido acrílico, las sales de condensados de ácido arilsulfónico-formaldehído y de condensados de ácido arilsulfónico-formaldehído-urea, tales como condensados de ácido naftalenosulfónico-formaldehído, condensados de ácido fenolsulfónico-formaldehído, condensados de ácido cresolsulfónico-formaldehído, etc. Preferiblemente, la composición de la invención contiene al menos un surfactante A que se selecciona de sales de ácido lignosulfónico, ligninas alcalinas oxidadas y sales de ácido lignosulfónico etoxiladas. Preferiblemente, la composición de la invención contiene la sustancia polímera u oligómera A en cantidades de 1 a 20% en peso, preferiblemente de 2 a 15% en peso y en particular de 4 a 10% en peso, basado en la cantidad total de pendimetalfén en la composición. La concentración de la sustancia tensioactiva A en la composición es preferiblemente de 5 a 100 g/l, en particular de 10 a 80 g/l y lo más preferiblemente de 20 a 50 g/l.

Preferiblemente, la composición de la invención contiene un compuesto tensioactivo aniónico de fórmula I



en la que

R es un radical hidrocarbonado que tiene de 8 a 40 átomos de carbono y preferiblemente de 12 a 30 átomos de carbono y opcionalmente un átomo de oxígeno;

A es independientemente entre sí 1,2-etileno, 1,2-propileno o 1,3-propileno, especialmente 1,2-etileno;

m es de 3 a 200, preferiblemente de 5 a 100 y de forma especialmente preferible de 5 a 50; y

X es SO_3M o PO_3M_2 , seleccionándose M de H, metales alcalinos, tales como K y A, metales alcalinotérreos, tales como Ca y Mg, y amonio. Preferiblemente, M es un metal alcalino y especialmente sodio.

Ejemplos de radicales hidrocarbonados R adecuados que tienen de 8 a 40 átomos de carbono son alquilo que tiene de 8 a 40 y preferiblemente de 12 a 30 átomos de carbono, fenilo que puede estar sustituido con uno o dos radicales alquilo que tienen de 4 a 20 átomos de carbono, fenilo que está sustituido con un radical fenoxi, en donde el fenilo y/o el fenoxi puede contener un radical alquilo que tiene de 4 a 20 átomos de carbono, un radical triestirilfenilo, etc.

En una realización preferida de la presente invención, el radical R en la fórmula I es un radical triestirilfenilo.

ES 2 346 883 T3

En una realización preferida de la presente invención, la composición contiene tanto una sustancia A tensioactiva aniónica como un compuesto tensioactivo aniónico de la fórmula I según se definió anteriormente.

La cantidad de compuesto I tensioactivo es preferiblemente de 1 a 50% en peso, especialmente de 5 a 30% en peso y lo más preferiblemente de 8 a 20% en peso, basado en el pendimetalín en la composición. En composiciones preferidas, la concentración del al menos un compuesto tensioactivo aniónico de fórmula I es de 5 a 200 g/l, especialmente de 25 a 150 g/l y lo más preferiblemente de 40 a 100 g/l.

Las composiciones de acuerdo con la invención también pueden contener un compuesto tensioactivo no iónico. Compuestos tensioactivos no iónicos preferidos son los compuestos tensioactivos neutros de la fórmula II,



en la que

R' es un radical hidrocarbonado que tiene de 8 a 40 y más preferiblemente de 12 a 30 átomos de carbono y opcionalmente un átomo de oxígeno,

B es 1,2-etileno, 1,2-propileno o 1,3-propileno y más preferiblemente 1,2-etileno, y

n es de 5 a 200, preferiblemente de 8 a 100 y más preferiblemente de 10 a 50.

Ejemplos de radicales hidrocarbonados R' adecuados incluyen los radicales mencionados para R. En una realización preferida de la presente invención, el radical R' es un radical fenilo que está sustituido con un grupo alquilo C₄-C₁₈.

La cantidad de compuesto tensioactivo neutro II es preferiblemente de 1 a 20% en peso, en particular de 2 a 10% en peso y lo más preferiblemente de 3 a 8% en peso, basado en la cantidad de pendimetalín en la composición. La concentración del compuesto tensioactivo II es preferiblemente de 5 a 100 g/l, en particular de 10 a 50 g/l y lo más preferiblemente de 15 a 40 g/l.

Aparte del pendimetalín no encapsulado, el pendimetalín microencapsulado y la composición de sustancia tensioactiva de la invención también pueden contener una sal inorgánica soluble en agua que resulta de la preparación del pendimetalín microencapsulado. Tales sales inorgánicas incluyen sales de metales alcalinos, tales como cloruro de litio, cloruro sódico, cloruro potásico, nitrato de litio, nitrato sódico, nitrato potásico, sulfato de litio, sulfato sódico, sulfato potásico, monohidrogenofosfato sódico, monohidrogenofosfato potásico, dihidrogenofosfato sódico, dihidrogenofosfato potásico y similares; sales de metales alcalinotérreos, tales como cloruro magnésico, cloruro cálcico, nitrato magnésico, nitrato cálcico, sulfato magnésico y similares, y sales amónicas, tales como cloruro amónico, sulfato amónico, monohidrogenofosfato amónico, dihidrogenofosfato amónico y similares. Sales preferidas son cloruro sódico, cloruro potásico, cloruro cálcico y sulfato magnésico, prefiriéndose especialmente el sulfato magnésico. La concentración de la sal inorgánica soluble en agua puede variar de 10 a 200 g/l, preferiblemente de 20 a 180 g/l y especialmente de 50 a 150 g/l.

En una realización preferida de la presente invención, la composición contiene

i. de 50 a 500 g/l, preferiblemente de 100 a 300 g/l y especialmente de 150 a 250 g/l de pendimetalín como partículas de pendimetalín microencapsulado a),

ii. de 50 a 500 g/l, preferiblemente de 100 a 300 g/l y especialmente de 150 a 250 g/l de partículas de pendimetalín no encapsulado b),

iii. de 5 a 100 g/l, preferiblemente de 10 a 80 g/l, en particular de 20 a 50 g/l de al menos una sustancia tensioactiva aniónica oligómera o polímera A como la definida anteriormente,

iv. de 5 a 200 g/l, preferiblemente de 25 a 150 g/l, especialmente de 40 a 100 g/l de al menos un compuesto tensioactivo aniónico de la fórmula I como el definido anteriormente,

v. de 5 a 100 g/l, preferiblemente de 10 a 50 g/l, en particular de 15 a 40 g/l de al menos un compuesto tensioactivo no iónico de la fórmula II como el definido anteriormente, y

vi. de 20 a 200 g/l, preferiblemente de 50 a 150 g/l de al menos una sal inorgánica soluble en agua, siendo preferiblemente la cantidad total de pendimetalín en estas composiciones de 200 a 600 g/l y lo más preferiblemente de 300 a 500 g/l.

La composición de la invención puede contener además adyuvantes comunes, tales como antiespumantes, espesantes, anticongelantes, conservantes, agentes antisedimentación, etc., que se emplean habitualmente en formulaciones acuosas de plaguicidas.

ES 2 346 883 T3

Agentes espesantes adecuados incluyen agentes espesantes inorgánicos, tales como arcillas, silicatos magnésicos hidratados, y agentes espesantes orgánicos, tales como gomas de polisacárido, como goma de xantano, goma guar, goma arábica y derivados de celulosa. Los agentes espesantes orgánicos se emplean en cantidades de 0,5 a 30 g/l y preferiblemente de 1 a 10 g/l, mientras que los agentes espesantes inorgánicos se emplean en cantidades de 0,5 a 30 g/l y preferiblemente de 1 a 10 g/l.

Conservantes adecuados para prevenir el deterioro microbiano de las composiciones de la invención incluyen formaldehído, ésteres alifáticos de ácido p-hidroxibenzoico, benzoato sódico, 2-bromo-2-nitropropano-1,3-diol, o-fenilfenol, tiazolinonas, tales como bencisotiazolinona, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolinona, pentaclorofenol, alcohol 2,4-diclorobencílico y mezclas de los mismos. En general, la cantidad de conservantes será de 0,1 a 10 g/l.

Agentes anticongelantes adecuados incluyen disolventes orgánicos que son completamente miscibles con agua, tales como etilenglicol, propilenglicol, otros glicoles, glicerina o urea.

Antiespumantes adecuados incluyen polisiloxanos, tales como polidimetilsiloxano. Los antiespumantes se emplean habitualmente en cantidades de 0,1 a 5 g/l.

El tamaño de partícula tanto de las partículas de pendimetálin microencapsulado como de las partículas de pendimetálin no encapsulado en general no superará 40 μm y preferiblemente 30 μm . Lo más preferiblemente, tanto las partículas de pendimetálin microencapsulado como las partículas de pendimetálin no encapsulado tienen tamaños de partícula (diámetros) que varían de 0,5 a 20 μm . Los tamaños de partícula dados se refieren a aquellos tamaños de partícula que tienen 90% en peso de las partículas de pendimetálin. Preferiblemente, el tamaño de partícula (diámetro) medio en peso de las partículas de pendimetálin tanto encapsulado como no encapsulado variará de 1 a 20 μm y especialmente de 1 a 10 μm . El tamaño de partícula de las partículas de pendimetálin puede determinarse mediante métodos convencionales tales como dispersión de luz.

Las composiciones de la invención pueden obtenerse fácilmente mezclando la primera composición acuosa fluida que contiene partículas de pendimetálin microencapsulado con una segunda composición acuosa fluida que contiene partículas de pendimetálin no encapsulado. Para alcanzar la concentración deseada de pendimetálin en la composición de la invención, la concentración de partículas de pendimetálin en dicha composición acuosa primera y segunda variará de 200 a 600 g/l y especialmente de 300 a 500 g/l.

La mezcladura de la composición acuosa primera y segunda puede alcanzarse por medios convencionales para mezclar suspensiones acuosas (véase La temperatura a la que se realiza la mezcladura no es crítica y en general puede variar de 0 a 60°C, especialmente de 10 a 50°C o de 20 a 35°C).

Tanto la primera composición acuosa fluida que contiene partículas de pendimetálin microencapsulado como la segunda composición acuosa fluida que contiene partículas de pendimetálin no encapsulado contienen habitualmente al menos un ingrediente tensioactivo.

En una realización preferida, la primera composición contiene al menos un compuesto polímero tensioactivo A como el definido anteriormente. La cantidad del compuesto tensioactivo A en la primera composición será habitualmente de 2 a 40% en peso, preferiblemente de 5 a 30% en peso y especialmente de 10 a 25% en peso, basado en la cantidad de pendimetálin en la composición. La primera composición puede contener además adyuvantes comunes, tales como antiespumantes, espesantes, anticongelantes, agentes antisedimentación, etc., que se emplean habitualmente en formulaciones acuosas de plaguicidas.

Composiciones acuosas adecuadas que contienen pendimetálin microencapsulado son conocidas en la técnica, especialmente de US 4.874.425, US 5.705.174 y US 5.910.314. Composiciones acuosas de partículas de pendimetálin microencapsulado también pueden obtenerse de acuerdo con los procedimientos divulgados en US 4.280.833, US 4.640.709, US 4.938.797 y US 5.310.721. Composiciones acuosas de pendimetálin microencapsulado están disponibles comercialmente de BASF Corporation, NC, EE. UU. de A.

En una realización preferida, la segunda composición contiene al menos un compuesto tensioactivo de la fórmula I como el definido anteriormente. La cantidad del compuesto tensioactivo I en la segunda composición será habitualmente de 1 a 50% en peso, preferiblemente de 10 a 45% en peso y especialmente de 20 a 40% en peso, basado en la cantidad de pendimetálin en la composición. Lo más preferible es que la segunda composición también contenga un compuesto tensioactivo neutro de la fórmula II como el definido anteriormente. La cantidad del compuesto tensioactivo II en la segunda composición será habitualmente de 2 a 30% en peso, preferiblemente de 5 a 25% en peso y especialmente de 7 a 20% en peso, basado en la cantidad de pendimetálin en la segunda composición. La segunda composición puede contener además adyuvantes comunes, tales como antiespumantes, espesantes, anticongelantes, conservantes, agentes antisedimentación, etc., que se emplean habitualmente en formulaciones acuosas de plaguicidas.

Concentrados en suspensión que contienen partículas de pendimetálin no encapsulado adecuados también se conocen de la técnica, p. ej. de EP 249 770, EP-A-249 075, EP 404 201, US 4.874.425 y EP-A-445 603. Concentrados en suspensión de pendimetálin también están disponibles comercialmente de BASF Corporation, NC, EE. UU. de A.

ES 2 346 883 T3

Las composiciones de acuerdo con la invención son útiles para controlar plantas no deseables. Debido a su estabilidad al almacenamiento superior, especialmente a una temperatura que supera 30°C, especialmente a 35°C o más e incluso a temperaturas que superan 45°C, las composiciones son fácilmente manejables. Ventajosamente, las composiciones de la invención no sufren una liberación frenada del ingrediente activo. Por consiguiente, las composiciones son más fáciles de manejar que las composiciones en forma de concentrado de pendimetalín convencionales. Así, la presente solicitud también se refiere al uso de las composiciones para controlar vegetación no deseada.

Las composiciones de acuerdo con la presente invención pueden diluirse fácilmente con agua hasta la concentración de aplicación deseada que sea habitual. Las composiciones diluidas así obtenidas están listas para usar y por lo tanto se denominan habitualmente una forma de aplicación o una mezcla en depósito. La mezcla en depósito obtenida diluyendo las composiciones de la invención puede aplicarse antes (preemergencia), durante y/o después de la emergencia de plantas no deseadas (posemurgencia). Por lo tanto, la invención también se refiere a un método para controlar vegetación no deseada, que comprende aplicar una mezcla en depósito acuosa, que se obtiene diluyendo una composición de acuerdo con la invención con agua, antes, durante y/o después de la emergencia de plantas no deseadas.

La cantidad de agua que se usa para diluir la composición en forma de concentrado de la invención será habitualmente de 10 a 10000 veces el volumen de la composición en forma de concentrado.

La mezcla en depósito también puede aplicarse junto con las semillas de una planta de cultivo. También existe la posibilidad de aplicar las composiciones de la invención mediante aplicación las semillas de una planta de cultivo pretratadas con una forma de aplicación diluida de las composiciones de la invención. Preferiblemente, las composiciones de acuerdo con la invención se aplican a las hojas de las plantas no deseadas. Especialmente, la composición diluida se aplica de un modo tal que las hojas de las plantas de cultivo, siempre que sea posible, no se pulvericen, mientras que la composición alcanza las hojas de las plantas no deseadas (objetivo) que crecen por debajo o la superficie de suelo expuesta (aplicación posdirigida o superficial ("lay-by")). Las dosis de aplicación que son necesarias para alcanzar el control deseado son similares a las dosis de aplicación requeridas cuando se usa un concentrado en suspensión de pendimetalín convencional.

Los ejemplos posteriores ilustran la presente invención:

Una primera composición acuosa (1) que contiene aproximadamente 450 g/l de pendimetalín como partículas de pendimetalín microencapsulado de un diámetro por debajo de 20 μm se combina con cantidades iguales de un concentrado en suspensión disponible comercialmente (2) que contiene aproximadamente 400 g/l de partículas de pendimetalín no encapsulado que tiene un diámetro por debajo de 20 μm .

La composición (1) de las partículas de pendimetalín microencapsulado se obtiene de acuerdo con el método general divulgado en el ejemplo 1 de US 5.705.174 usando los siguientes ingredientes:

450,0 g/l de pendimetalín

77,6 g/l de la sal sódica de una lignina alcalina oxidada ¹⁾

6,0 g/l de la sal sódica de un condensado de ácido naftalenosulfónico-formaldehído ²⁾

212,0 g/l de heptahidrato de sulfato magnésico

15,3 g/l de un diisocianato aromático ³⁾

9,0 g/l de una solución acuosa al 60% de 1,6-hexanodiamina

y agua añadida hasta 1,0 l. La suspensión acuosa de partículas de pendimetalín microencapsulado así obtenida se combinó adicionalmente con conservantes, un antiespumante y un espesante.

1) Diwatex® 200 de Lignotech, Rothschild, Wisconsin, EE. UU. de A.

2) Morwet D 425, Witco, Greenwich, CT, EE. UU. de A.

3) Mondur® MRS, suministrado por Bayer, Pittsburgh, PA, EE. UU. de A.

ES 2 346 883 T3

El concentrado en suspensión de pendimetalín (2) tenía la siguiente composición:

400,0 g/l de pendimetalín

125,0 g/l de la sal potásica de un poli(fosfato de arilfenol) etoxilado ⁴⁾

50,0 g/l de un etoxilato de nonilfenol ⁵⁾

y adyuvantes convencionales (un espesante orgánico, un espesante inorgánico, un antiespumante y un agente antisedimentación) en una concentración total de aproximadamente 21 g/l y agua añadida hasta 1,0 l.

4) Soprofor® FLK, Rhodia, Milán, Italia

5) Arkopal® N 080, Clariant, Frankfurt, A.M. Alemania

Estabilidad al almacenamiento:

Para evaluar las estabildades al almacenamiento, la composición de la invención así como el concentrado en suspensión y la suspensión de pendimetalín microencapsulado se almacenaron durante 12 semanas a 45°C y también durante 26 semanas a 37°C. Una determinación de la estabilidad al almacenamiento se realiza mediante la cantidad de material retenido sobre tamices de 150 µm y 45 µm después de la dilución del producto en agua. El valor inicial y los valores después de 12 semanas y 26 semanas se dan en la tabla 1. Por otra parte, el concentrado en suspensión de pendimetalín así como la combinación de acuerdo con la invención se habían almacenado a 37°C durante 12 semanas o 26 semanas, respectivamente, y la estabilidad al almacenamiento se determinó según se esboza anteriormente. Los valores se dan en la tabla 1.

TABLA 1

| Período de almacenamiento | Composición de la invención | | Concentrado en suspensión | | Composición de microcápsulas | |
|---------------------------|-----------------------------|--------|-----------------------------|-------|------------------------------|-------|
| | retención [%] ¹⁾ | | retención [%] ¹⁾ | | retención [%] ¹⁾ | |
| | 150 µm | 45 µm | 150 µm | 45 µm | 150 µm | 45 µm |
| inicial | 0 | < 0,01 | | | | |
| 12 semanas 45°C | < 0,01 | 0,03 | 0,51 | 0,74 | <0,01 | 0,02 |
| 12 semanas 37°C | n. d. | n. d. | 0,024 | 0,05 | n. d. | n. d. |
| 26 semanas 37°C | <0,01 | <0,02 | 0,01 | 0,06 | 0,006 | 0,023 |

¹⁾ % en peso, basado en la cantidad de pendimetalín en la composición

Como puede observarse a partir de los datos de la tabla 1, la estabilidad al almacenamiento de la composición de la invención es comparable a la estabilidad al almacenamiento de pendimetalín microencapsulado convencional y mejor que la estabilidad al almacenamiento de un concentrado en suspensión.

ES 2 346 883 T3

REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa fluida en forma de concentrado que contiene

- 5 i. partículas a) de pendimetalín microencapsulado,
ii. partículas b) de pendimetalín no encapsulado y
10 iii. al menos una sustancia tensioactiva,

en la que la relación en peso de las partículas de pendimetalín microencapsulado a las partículas de pendimetalín no encapsulado es de 1:9 a 9:1.

15 2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el pendimetalín microencapsulado está encapsulado mediante un material parietal polímero que se selecciona de poliurea y poliuretanos.

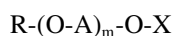
3. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que las partículas de pendimetalín microencapsulado están encapsuladas mediante un material parietal polímero en una cantidad de 0,5 a 20% en peso, basado en la cantidad de pendimetalín en dichas partículas.

4. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la concentración de pendimetalín es de 200 a 600 g/l.

25 5. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que contiene al menos una sustancia tensioactiva A que es un oligómero o polímero aniónico, que contiene una pluralidad de grupos aniónicos.

30 6. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que el oligómero o polímero aniónico se selecciona de lignina alcalina oxidada, lignosulfonatos, ligninsulfatos y las sales de condensados de ácido arilsulfónico-formaldehído y de condensados de ácido arilsulfónico-formaldehído-urea.

7. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que contiene al menos un compuesto tensioactivo aniónico de la fórmula I



en la que

40 R es un radical hidrocarbonado que tiene de 8 a 40 átomos de carbono y opcionalmente un átomo de oxígeno;

A es 1,2-etileno, 1,2-propileno o 1,3-propileno;

45 m es de 3 a 200 y

X es SO₃M o PO₃M₂, seleccionándose M de H, metales alcalinos, metales alcalinotérreos y amonio.

50 8. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que contiene al menos un compuesto tensioactivo neutro de la fórmula II



55 en la que

R' es un radical hidrocarbonado que tiene de 8 a 40 átomos de carbono y opcionalmente un átomo de oxígeno,

60 B es 1,2-etileno, 1,2-propileno o 1,3-propileno y

n es de 5 a 200.

9. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la cantidad total de sustancia tensioactiva es de 1 a 50% en peso, basado en el pendimetalín en la composición.

10. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que contiene una sal inorgánica soluble en agua en una cantidad de 10 a 200 g/l.

ES 2 346 883 T3

11. La composición de acuerdo con la reivindicación 10, que contiene

i. de 50 a 500 g/l de pendimetalín como partículas de pendimetalín microencapsulado a),

5 ii. de 50 a 500 g/l de partículas de pendimetalín no encapsulado b),

iii. de 5 a 100 g/l de al menos una sustancia tensioactiva aniónica oligómera o polímera A como la definida en la reivindicación 5,

10 iv. de 5 a 200 g/l de al menos un compuesto tensioactivo aniónico de la fórmula I como el definido en la reivindicación 7,

v. de 5 a 100 g/l de al menos un compuesto tensioactivo no iónico de la fórmula II como el definido en la reivindicación 8, y

15 vi. de 20 a 200 g/l de al menos una sal inorgánica soluble en agua.

20 12. Un método para preparar una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende la mezcladura de una primera composición acuosa que fluye libremente que contiene partículas de pendimetalín microencapsulado en una concentración de 200 a 600 g/l con una segunda composición acuosa que fluye libremente que contiene de 200 a 600 g/l de partículas de pendimetalín no encapsuladas.

25 13. El uso de una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, para controlar vegetación no deseada.

30 14. Un método para controlar vegetación no deseada, que comprende aplicar una mezcla en depósito acuosa, que se obtiene diluyendo una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, con agua, antes, durante y/o después de la emergencia de las plantas no deseadas.

30

35

40

45

50

55

60

65