

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 899 179**

51 Int. Cl.:

A01N 25/28 (2006.01)

A01N 43/80 (2006.01)

A01P 13/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.03.2015 PCT/CN2015/073674**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.10.2015 WO15143974**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.03.2015 E 15769881 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.09.2021 EP 3122184**

54 Título: **Microcapsulas de clomazona, su preparación y uso**

30 Prioridad:

26.03.2014 GB 201405412

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

10.03.2022

73 Titular/es:

**JIANGSU ROTAM CHEMISTRY CO., LTD (100.0%)
No. 88, Rotam Road, Economic & Technical
Development Zone, Kunshan
Jiangsu 215301, CN**

72 Inventor/es:

**BRISTOW, JAMES TIMOTHY y
WU, YIFAN**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 899 179 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

Microcapsulas de clomazona, su preparación y uso

La presente invención se refiere a una composición que comprende clomazona microencapsulada. La presente invención se refiere además a un método para preparar la composición y el uso de la misma, en particular en el control del crecimiento de plantas no deseadas.

La clomazona, (2-[(2-clorofenil)metil]-4,4-dimetil-3-isoxazolidinona) es un herbicida bien conocido y disponible comercialmente, activo para reprimir el crecimiento de plantas no deseadas en campos de soja, algodón, mandioca, maíz, colza, caña de azúcar, tabaco y otros cultivos. La clomazona tiene un fuerte efecto inhibitor sobre plantas no deseadas tales como pasto de corral, almorejo, digitaria, Solanum nigrum, Elsholtzia espinosa de agua, Thlaspi arvense, persicaria espinosa del sauce, bardana, verdolaga, plántulas de sandía silvestre, pasto lobo y otras hierbas anuales y malezas de hoja ancha, Cephalanoplos Daji perenne, cola de caballo, Sonchus Caideng.

La formulación de Clomazona disponible comercialmente actualmente disponible es una concentración de emulsión. Tal formulación tiene las siguientes desventajas:

1. La formulación contiene grandes cantidades de disolventes orgánicos como tolueno, xileno, cuya presencia es un desperdicio de recursos y contribuye a una grave contaminación del medio ambiente;

2. La clomazona tiene una presión de vapor relativamente alta y es volátil, lo que conduce a una baja utilización en uso, lo que conduce a la aplicación de altas dosis en el campo y a un alto costo;

3. La clomazona está sujeta a deriva del lugar de aplicación, lo que daña los cultivos sensibles adyacentes para los que la clomazona es fitotóxica. Para evitar tales peligros de deriva de vapor, la pulverización mecánica de las formulaciones de Clomazona en el suelo debe realizarse con mucho cuidado, en particular a baja presión, utilizando grandes cantidades de agua pulverizada, seleccionando condiciones con poco o ningún viento y pulverizando dos veces al día. Al aplicar la formulación, es necesario prestar atención a la dirección y la velocidad del viento. Se requiere especial cuidado para evitar cultivos sensibles, como árboles frutales y hortalizas. La pulverización aérea de las formulaciones actuales de Clomazona no es factible.

La microencapsulación de Clomazona supera los inconvenientes de las formulaciones de concentrado en emulsión conocidas discutidas anteriormente.

Por consiguiente, existe la necesidad de formulaciones microencapsuladas mejoradas de Clomazona.

El documento WO 2013/105107 describe una composición de gránulos dispersables en agua de liberación variable.

El documento CN 102669115 describe una suspensión de microcápsulas que contiene pendimetalina y clomazona, así como su preparación.

La preparación de clomazona microencapsulada es descrita por Ge, Y-R., et al., "Study on pre-polymerization condition of clomazone herbicide microcapsules by in-situ polimerization" (Estudio sobre la condición de prepolimerización de microcápsulas de herbicida de clomazona mediante polimerización in situ), Journal of Hebei University of Science and Technology, vol. 31, núm. 2, págs. 160 a 164.

La preparación de clomazona microencapsulada está descrita por Ge, Y-R., Et al., 'Preparation of Microcápsule Agent of Clomazone Urea-formaldehyde Resin' (Preparación de microcápsulas de agente de clomazona y resina de urea-formaldehído), Journal of Aufui Agricultural Sciences, páginas 12181 a 12183.

El documento US 2012/0157315 describe formulaciones agroquímicas de microcápsulas para compuestos que contienen grupos carboxamida.

El documento US 2012/0245027 describe microcápsulas con polímeros de acetilen carbamida-poliurea y formulaciones de los mismos para liberación controlada.

Según la presente invención, se proporciona una composición que comprende clomazona contenida dentro de una microcápsula que tiene una cubierta que comprende una resina de urea-formaldehído reticulada con resina de glicolurilo como agente reticulante.

La composición de la presente invención comprende un ingrediente activo, en particular Clomazona, retenido dentro de una microcápsula. La microcápsula tiene una pared o cubierta de la cápsula que comprende una resina de urea-formaldehído reticulada con resina de glicolurilo como agente reticulante. La resina es un producto de reacción de polimerización de un prepolímero de urea-formaldehído y un agente reticulante. Estas microcápsulas tienen las siguientes ventajas:

1. Alta estabilidad;
2. Capacidad mejorada para controlar la velocidad de liberación de la cápsula;
3. Reduce la deriva del ingrediente activo, en particular Clomazona;
4. Alta eficiencia en la entrega del ingrediente activo al locus objetivo;
5. Baja toxicidad;
6. Bajo coste; y
7. Impacto reducido sobre el medio ambiente.

Las microcápsulas de la composición de la presente invención contienen Clomazona.

10 Las microcápsulas tienen una pared que comprende una resina de urea-formaldehído. La resina se forma a partir de la reacción de un prepolímero de urea-formaldehído y un agente reticulante. La relación en peso de urea a formaldehído en la resina es preferiblemente de 1:0,5 a 1:3,0, más preferiblemente de 1:1 a 1:2,5.

Las microcápsulas pueden contener solo clomazona. Más preferiblemente, la clomazona está presente en las microcápsulas junto con un vehículo líquido.

15 El vehículo líquido es inmiscible con agua. El vehículo líquido preferiblemente comprende uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanoles C₁-C₄. Preferiblemente, los ésteres de ácidos grasos están presentes en una cantidad tal que uno o más ésteres de ácidos grasos de los alcanoles C₁-C₄ representan aproximadamente del 40 al 99,8% en peso de la composición final. El vehículo líquido puede comprender además uno o más ingredientes de formulación adicionales tales como otras sustancias utilizadas como vehículos líquidos.

20 Las porciones de ácidos grasos de los ésteres de ácidos grasos consisten en un resto carboxilato unido a una cadena de hidrocarburo, que puede ser ramificada o no ramificada, pero típicamente no es ramificada en fuentes naturales. La cadena de hidrocarburos puede ser saturada o insaturada. Normalmente, la cadena de hidrocarburo es saturada (es decir, una cadena de alquilo) o contiene 1 o 2 dobles enlaces carbono-carbono (que es una cadena de alqueno). Los ésteres de ácidos grasos formados a partir de ácidos grasos que contienen un número impar de átomos de carbono (es decir, un número par de átomos de carbono en la cadena de hidrocarburo) son útiles en las composiciones de la presente invención, así como los ésteres de ácidos grasos formados a partir de ácidos grasos que contienen un número par de átomos de carbono (es decir, un número impar de átomos de carbono en la cadena de hidrocarburo). Sin embargo, los ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales contienen típicamente un número par de átomos de carbono y, por lo tanto, se prefieren los ésteres de ácidos grasos que contienen un número par de átomos de carbono por razones de disponibilidad comercial y coste. Las composiciones de ácidos grasos obtenidas de fuentes naturales (por ejemplo, aceites de semillas) consisten típicamente en ácidos grasos que tienen un rango de longitudes de cadena y diferentes grados de saturación. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos derivadas de tales mezclas de ácidos grasos son generalmente útiles en las composiciones de la presente invención sin la necesidad de separar primero los ésteres de ácidos grasos.

35 Los ácidos grasos contienen al menos 4 átomos de carbono y están limitados a aproximadamente 22 átomos de carbono a partir de fuentes naturales. Aunque los ésteres de ácidos grasos inferiores (por ejemplo, que contienen tan solo 4 átomos de carbono) son útiles para la composición de la presente invención, se prefieren los ésteres de ácidos grasos que tienen al menos 8, más preferiblemente al menos 10, átomos de carbono debido a las favorables propiedades físicas (por ejemplo, baja volatilidad). Los ésteres de ácidos grasos inferiores se pueden mezclar con ésteres de ácidos grasos superiores para disminuir la polaridad, la solubilidad en agua y la volatilidad. Como los ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales contienen típicamente de 8 a 22 átomos de carbono, más típicamente de 10 a 22 átomos de carbono, se prefieren los ésteres de estos ácidos grasos por razones de disponibilidad comercial y costo. Los ésteres de ácidos grasos C₁₀-C₂₂ con un número par de átomos de carbono son, por ejemplo, ácido erúxico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido estearico, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linolénico. Preferiblemente, el uno o más ésteres grasos en las composiciones de la presente invención comprenden al menos aproximadamente 80%, más preferiblemente al menos 90%, en peso de ésteres de ácidos grasos que contienen de 8 a 22 átomos de carbono, preferiblemente de 12 a 20 átomos de carbono y más. Preferiblemente de 16 a 18 átomos de carbono.

50 Las composiciones de ácidos grasos obtenidas a partir de fuentes naturales (por ejemplo, aceites de semillas) consisten típicamente en ácidos grasos que tienen un rango de longitudes de cadena y diferentes grados de saturación. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos derivadas de tales mezclas de ácidos grasos pueden ser útiles en las composiciones de la presente invención sin necesidad de separar primero los ésteres de ácidos grasos. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos adecuadas obtenidas de plantas incluyen aceites de semillas y frutos de girasol, colza, oliva, maíz, soja, algodón y linaza. Es de destacar una composición de la presente invención en la que uno o más ésteres de ácidos grasos comprenden ésteres metílicos de ácidos grasos derivados de aceites de semillas de girasol, soja, algodón o linaza. Es de particular interés una composición de la presente invención en la que uno o más ésteres de ácidos grasos comprenden ésteres metílicos de ácidos grasos derivados del aceite de soja

(también conocido como aceite de soja metilado o soyato de metilo).

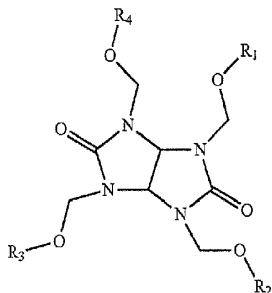
Los ésteres de ácidos grasos de alcanoles y los métodos para su preparación son bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, el "biodiesel" comprende típicamente ésteres de ácidos grasos de etanol o más comúnmente metanol. Las dos rutas principales utilizadas para preparar ésteres de alcanoles de ácidos grasos son la transesterificación que parte de otro éster de ácido graso (a menudo un éster de origen natural con glicerol) y la esterificación directa que parte del ácido graso. Se conocen diversos métodos para llevar a cabo estas rutas de síntesis. Por ejemplo, la esterificación directa se puede lograr poniendo en contacto un ácido graso con un alcanol en presencia de un catalizador ácido fuerte como el ácido sulfúrico. La transesterificación se puede lograr poniendo en contacto un éster de ácido graso de partida con el alcohol en presencia de un catalizador ácido fuerte como el ácido sulfúrico pero más comúnmente una base fuerte como el hidróxido de sodio.

Los aceites de semillas alquilados son los productos de transesterificación de los aceites de semillas con un alcanol. Por ejemplo, el aceite de soja metilado, también conocido como soyato de metilo, comprende ésteres metílicos producidos por la transesterificación de aceite de soja con metanol. El soyato de metilo comprende así ésteres metílicos de ácidos grasos en la relación molar aproximada en la que los ácidos grasos se encuentran esterificados con glicerol en aceite de semilla de soja. Los aceites de semillas alquilados, como el soyato de metilo, se pueden destilar para modificar la proporción de ésteres de ácidos grasos metílicos.

La relación en peso de Clomazona a vehículo líquido dentro de las cápsulas es preferiblemente de 1:2 a 1:99, más preferiblemente de 1:3 a 1:99, aún más preferiblemente de 1:4 a 1:99. En una composición preferida, están presentes de 1 a 10 partes en peso de Clomazona y de 40 a 99 partes en peso del vehículo líquido.

La resina de urea-formaldehído que forma la cubierta de las cápsulas comprende un agente reticulante. El agente reticulante es una resina de glicolurilo. En particular, la resina de glicolurilo se selecciona para la capa de fondo o de bloqueo de los orificios. La resina de glicolurilo se genera a partir del producto de condensación de glicolurilo y un aldehído. Los aldehídos adecuados son conocidos e incluyen, por ejemplo, formaldehído, paraformaldehído, acetaldehído, butiraldehído, paraldehído, glioxal, furfuraldehído, propionaldehído, benzaldehído y mezclas de los mismos. En realizaciones preferidas, los aldehídos específicos seleccionados como reactivos son formaldehído, acetaldehído y butiraldehído.

Los ejemplos de resinas de glicolurilo seleccionados como agente reticulante se describen en US 2011/0269063 y están representados por la siguiente fórmula:



donde cada uno de R₁, R₂, R₃ y R₄ representa independientemente un átomo de hidrógeno o un alquilo con, por ejemplo, de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono, de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, de 1 a aproximadamente 6 átomos de carbono o de 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono.

La resina de glicolurilo puede ser soluble en agua, dispersable o no dispersable. Los ejemplos de resina de glicolurilo incluyen las altamente alquiladas/alcoxiladas, las parcialmente alquiladas/alcoxiladas o las alquiladas/alcoxiladas mixtas, y más específicamente, la resina de glicolurilo puede estar metilada, n-butilada o isobutilada. Los ejemplos específicos de resinas de glicolurilo incluyen CYMEL® 1170, 1171 y 1172. Las resinas de glicolurilo CYMEL® están disponibles comercialmente en CYTEC Industries, Inc.

Las acetilen carbamidas normalmente líquida, sustancialmente completamente alquilada en mezcla, sustancialmente completamente metilolada son una clase de agentes de reticulación, cuyo material de partida es acetilen carbamida, que también se conoce como acetilen diurea, y que se prepara haciendo reaccionar dos moles de urea con un mol de glioxal. El nombre químico de la acetilen carbamida es tetrahidroimidazo-(4,5-d)imidazol 2,5(1H,3H)-diona. La acetilen carbamida se puede metilar completamente haciendo reaccionar un mol de acetilen carbamida con cuatro moles de formaldehído. El producto resultante se identifica como tetrametilol acetilen carbamida. La tetrametilol acetilen carbamida se hace reaccionar luego con una cantidad seleccionada de metanol para metilar parcialmente la acetilen carbamida completamente metilolada que es seguida luego por alquilación con un alcohol monohidroxílico alifático superior que contiene de dos a cuatro átomos de carbono. Estos alcoholes monohidroxílicos pueden ser alcoholes primarios o secundarios. Estos alcoholes alifáticos monohidroxílicos superiores que contienen de dos a cuatro átomos de carbono pueden ser etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol y similares. A veces es ventajoso metilar completamente la tetrametilol acetilen carbamida y luego, mediante el uso de una reacción de transesterificación,

incorporar la medida deseada de etanol, propanol o butanol en el derivado de acetileno carbamida.

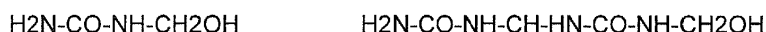
Estos derivados de acetileno carbamida completamente eterificados y completamente metilolados no se consideran materiales resinosos, ya que son, como entidades individuales, compuestos puros simples o mezclas de compuestos puros simples, pero son compuestos potencialmente formadores de resina que entran en reacción química con ciertos materiales poliméricos no gelificados, dispersables en agua ionizada, -, cuando se someten a calor y particularmente cuando se someten a calor en condiciones ácidas. El concepto de grado de metilación o más ampliamente alquilación, por término medio, y el concepto de grado de metilación, por término medio, se discutirán aquí a continuación con el fin de que este concepto pueda entenderse completamente.

Teóricamente, es posible metilar completamente la acetileno carbamida, es decir, producir tetrametilol acetileno carbamida. Sin embargo, con frecuencia, una composición comercial que pretende ser tetrametilol acetileno carbamida, cuando se analiza, puede mostrar un grado fraccionado de metilación. Es bien sabido que no se considera posible la metilación fraccionada. Como consecuencia, cuando una composición contiene tras el análisis un grado de metilación de 3,70, 3,80 o 3,90, debe reconocerse que este no es más que un grado medio de metilación del compuesto de acetileno carbamida y establece que la composición de metilol antes mencionada está compuesta de una mezcla de una cantidad preponderante de tetrametilol acetileno carbamida con cantidades comparativamente menores de trimetilol acetileno carbamida y, quizás, cantidades insignificantes que incluyen trazas de derivados tales como dimetilol acetileno carbamida e incluso monometilol acetileno carbamida. El mismo concepto de promedios también es aplicable a la alquilación o eterificación de la composición de tetrametilol acetileno carbamida. No puede haber, basado en el razonamiento actual, una alquilación fraccionada y, como consecuencia, cuando tras el análisis, una composición dada muestra que el grado de metilación es, por término medio, entre aproximadamente 0,9 y 3,60 y que la alquilación superior tiene un grado medio de etilación, propilación y/o butilación, por término medio, correspondientemente entre aproximadamente 2,80 y 0,40, debe concluirse que hay presente en tal composición una pluralidad de éteres mixtos de la tetrametilol acetileno carbamida. Por ejemplo, puede estar presente algo de éter monometílico, éter trietilico de tetrametilol acetileno carbamida, algo de éter dimetilico, éter dietílico de tetrametilol acetileno carbamida, algo de éter trimetilico, éter monoetilico de tetrametilol acetileno carbamida. Incluso puede haber trazas del tetrametiléter de tetrametilol acetileno carbamida. También puede estar presente con los éteres metílicos variables de tetrametilol acetileno carbamida mono, di y tri etil éteres, mono, di y tri propil éteres y mono, di y tri butil éteres de tetrametilol acetileno carbamida. Es posible producir un éter monometílico, éter monoetilico, éter monopropílico, éter monobutílico de tetrametilol acetileno carbamida que podría clasificarse como un derivado alquilado tetramezclado. Sin embargo, generalmente se prefiere hacer uso de sólo un alcohol monohidroxílico superior que contenga de dos a cuatro átomos de carbono con el alcohol metílico para preparar un éter completo mixto de la tetrametilol acetileno carbamida. Por lo tanto, se prefieren los productos alquilados bimixtos aunque se podrían preparar y utilizar los derivados alquilados trimixtos así como los derivados alquilados tetramixtos.

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona un método para preparar una composición microencapsulada que comprende un ingrediente activo encapsulado, comprendiendo el método:

- a) preparar un prepolímero de urea-formaldehído mediante la reacción de urea y formaldehído;
- b) dispersar el ingrediente activo y un vehículo líquido insoluble en agua en una fase acuosa para formar una emulsión; y
- c) añadir el prepolímero de urea-formaldehído y un agente reticulante a la emulsión, en donde el agente reticulante es una resina de glicolurilo, y permitir que sus componentes reaccionen para formar paredes de microcápsulas en la interfaz de la fase orgánica dispersa y la fase acuosa, para encapsular la fase orgánica.

El método comprende primero formar un prepolímero de urea-formaldehído en una fase acuosa. La formación del prepolímero puede estar representada por las siguientes secuencias de reacción (1) y (2):



Se forma una fase orgánica que comprende el ingrediente activo, en un vehículo líquido, por ejemplo, un aceite tal como aceite vegetal. La fase orgánica se dispersa en una fase acuosa para formar una emulsión estable. Se pueden incluir adyuvantes adecuados en la fase acuosa y/o la fase orgánica para estabilizar la emulsión, como se conoce en la técnica.

El prepolímero de urea-formaldehído se añade a la emulsión, junto con un agente reticulante, si se emplea, y la mezcla se deja reaccionar para formar microcápsulas que contienen la fase orgánica. Durante la reacción, la pared de polímero de las microcápsulas se forma en la interfaz entre las fases orgánica y acuosa en la emulsión, encapsulando así la fase orgánica.

El prepolímero de urea-formaldehído se puede formar mediante el siguiente procedimiento:

5 La urea se disuelve en una solución acuosa de formaldehído. La solución de formaldehído puede tener una concentración de 30 a 40% en peso de formaldehído en agua. Como se indicó anteriormente, la relación en peso de urea a formaldehído es preferiblemente de 1:1 a 2,5. El pH de la mezcla se ajusta preferiblemente a 7,0 a 9,0. La reacción se efectúa calentando a una temperatura de 60 a 80°C, con la mezcla de reacción mantenida a esta temperatura durante de 0,5 a aproximadamente 3 horas, para generar un líquido transparente viscoso. A continuación, se puede añadir agua destilada para diluir la mezcla y se obtiene una solución acuosa estable de prepolímero de urea-formaldehído.

10 La fase orgánica se obtiene combinando el vehículo líquido, como se discutió anteriormente, con el ingrediente activo, en particular Clomazona. A continuación, la fase orgánica se dispersa en agua, con cizallamiento, para obtener una emulsión estable. El tamaño de la gota de la fase orgánica dispersa puede controlarse mediante la cantidad de cizallamiento aplicado a la mezcla, que a su vez controla el tamaño final de las microcápsulas.

Puede añadirse un emulsionante y/o un estabilizante para proporcionar una dispersión estable de la fase orgánica en agua. Los emulsionantes y estabilizantes adecuados se describen a continuación.

15 A continuación, la emulsión se puede enfriar, por ejemplo, a una temperatura de 0 a 5°C. El pH se ajusta preferiblemente a una condición alcalina, preferiblemente un pH de 8 a 10 mediante la adición de una base, por ejemplo hidróxido de sodio. El prepolímero de urea-formaldehído se añade a la emulsión. Si se emplea, se añade luego el agente reticulante. A continuación, se deja reaccionar la mezcla, por ejemplo, de 40 a 60 minutos, después de lo cual la mezcla resultante se puede calentar de 30 a 50°C.

20 Puede añadirse un agente de viscosidad para formar una dispersión estable de microcápsulas en agua. El agente de viscosidad puede ser una o más de etilcelulosa, goma xantano, alcohol polivinílico y sal sódica del ácido poliacrílico.

Una realización del método de la presente invención es la siguiente:

25 a. Preparación de prepolímero de urea - formaldehído: La urea se disuelve en una solución de formaldehído al 30% ~ 40%, la relación de masa de urea a formaldehído es 1:1-2,5. La mezcla se agita para asegurarse de que la urea se disuelva por completo. El pH se ajusta entre 7,0 y 9,0 y la mezcla se calienta a 60 - 80°C. Se deja reaccionar la mezcla durante 0,5-3 h, para generar un líquido transparente viscoso. A continuación, se añade agua destilada para diluir la mezcla, la relación de formaldehído a agua destilada es de 1:1 a 3. Se obtiene una solución acuosa estable de prepolímero de urea-formaldehído.

30 b. Preparación de emulsión: La clomazona, los emulsionantes, el vehículo líquido y un estabilizante se combinan con agua desionizada. La mezcla resultante se homogeneiza agitando a una velocidad de 3000 – 10000 rpm durante 5 - 30 min. Se obtiene una emulsión estable de aceite en agua.

35 c. Reticulación: La emulsión se enfría a una temperatura de 0 - 5°C y el pH se ajusta a 8-10 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 20%. Se añaden el prepolímero de urea-formaldehído y el reticulante y la mezcla resultante se deja reaccionar durante 40 - 60 min, después de lo cual la mezcla se calienta lentamente a 30 - 50°C. Se añade un agente de viscosidad para obtener una formulación estable de Clomazona CS.

40 Las microcápsulas pueden tener cualquier tamaño de partícula adecuado. El tamaño medio de partícula de las microcápsulas variará generalmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 130 micrómetros, preferiblemente de 1 a 100 micrómetros, más preferiblemente de 1 a 75 micrómetros, con un tamaño de partícula promedio preferido de aproximadamente 1 a 50 micrómetros. Estas partículas relativamente finas son ventajosas para evitar la obstrucción de los orificios del equipo de pulverización utilizado para la aplicación de campo de las composiciones pesticidas. El tamaño de la microcápsula puede controlarse durante el proceso de fabricación controlando el grado de dispersión del material a encapsular y la fase orgánica inmiscible en agua en la fase acuosa. Esto se puede lograr, por ejemplo, controlando el grado de agitación de la mezcla multifásica y el número, tipo y cantidad de agentes emulsionantes presentes en la fase continua.

45 El espesor de pared de las microcápsulas se puede seleccionar de acuerdo con el uso previsto de la composición. El espesor de pared de las microcápsulas de poliurea varía preferiblemente de aproximadamente 0,01 a 4 micrómetros, prefiriéndose un espesor de aproximadamente 0,01 a 1 micrómetro. El grosor de la pared de la cápsula, así como el grado de reticulación del polímero que la constituye, afectará a la velocidad de difusión del ingrediente activo a través de la misma y, por lo tanto, influirá en el rendimiento de la composición cuando esté en uso. El espesor de la pared de la microcápsula puede controlarse, por ejemplo, por la cantidad de intermedio reactivo presente en la fase inmiscible en agua que se va a encapsular.

50 La composición de la presente invención está preferiblemente en forma de una formulación de suspensión de cápsulas (CS). Los componentes de la formulación de CS se conocen en la técnica.

55 Normalmente, las composiciones de la presente invención incluyen uno o más emulsionantes para ayudar a formar una dispersión cuando las composiciones se añaden al agua en un tanque de pulverización. Estos emulsionantes

pueden ser catiónicos, aniónicos o no iónicos, pero más típicamente son aniónicos o no iónicos. Ejemplos de tensioactivos aniónicos particularmente adecuados para este propósito son sulfonatos tales como dodecilmecanosulfonato de calcio. Ejemplos de tensioactivos no iónicos particularmente adecuados son ésteres de sorbitán polioxiethylados (POE), tales como trioleato de sorbitán POE (20) y ésteres de sorbitol polioxiethylados (POE) tales como hexaoleato de sorbitol POE (40). El trioleato de sorbitán POE (20) está disponible comercialmente con el nombre comercial TWEEN 85 comercializado por Uniqema. El hexaoleato de sorbitol POE (40) está disponible comercialmente con los nombres comerciales ATLAS G1086 y CIRRASOL G1086 comercializados por Uniqema. La combinación de un éster de sorbitán POE con un éster de sorbitol POE permite optimizar el valor HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) del tensioactivo para obtener la emulsión de la más alta calidad (gotitas suspendidas más pequeñas) cuando la composición se agrega al agua. La alta calidad de las emulsiones conduce típicamente a un rendimiento herbicida óptimo. Por lo tanto, de particular interés para un rendimiento herbicida óptimo es una composición de la presente invención que comprende uno o más tensioactivos no iónicos seleccionados de ésteres de sorbitán polioxiethylados (POE) tales como trioleato de sorbitán POE (20) y ésteres de sorbitol polioxiethylados (POE) tales como POE (40).) hexaoleato de sorbitol y mezclas de los mismos.

Se ha descubierto sorprendentemente que los lignosulfonatos aumentan considerablemente la estabilidad química de los herbicidas en mezclas con ésteres de alcanos de ácidos grasos en las composiciones de la presente invención. La cantidad de uno o más lignosulfonatos en las composiciones de la presente invención puede variar de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20% en peso, pero por razones de costo, la cantidad no es típicamente más de aproximadamente 10%, preferiblemente no más de aproximadamente 8%, más preferiblemente no más de aproximadamente 6% y lo más preferiblemente no más de aproximadamente 5% en peso de la composición. Típicamente, el uno o más lignosulfonatos ascienden a al menos aproximadamente 0,5% de la composición en peso, aunque se pueden usar cantidades menores hasta aproximadamente 0,1%. Más típicamente, el uno o más lignosulfonatos representan al menos aproximadamente el 1% de la composición e incluso más típicamente al menos aproximadamente el 2% de la composición en peso. La cantidad de lignosulfonatos necesaria para proporcionar un grado de estabilidad deseado depende del herbicida y otros ingredientes de la composición, y puede determinarse mediante simple experimentación.

La lignina, el bloque de construcción básico de los lignosulfonatos, se forma en las plantas leñosas y es un polímero natural complejo en cuanto a estructura y homogeneidad. Los lignosulfonatos son ligninas vegetales sulfonadas y son coproductos comercialmente bien conocidos de la industria del papel. Los lignosulfonatos se pueden preparar mediante una modificación química del bloque de construcción de la lignina básica utilizando un proceso de fabricación de pasta al sulfito o un proceso de fabricación de pasta kraft (también conocido como fabricación de pasta con sulfato) que incluye la sulfonación posterior. Estos procesos de fabricación de pasta son bien conocidos en la industria del papel. El proceso de fabricación de pasta al sulfito y el proceso de fabricación de pasta kraft se describen en la literatura publicada por Lignotech (p. ej., "Specialty Chemicals for Pesticide Formulations" (Productos químicos especiales para formulaciones de plaguicidas), octubre de 1998) y MeadWestvaco Corp (p. ej., "From the forest to the fields" (De los bosques a los campos), junio de 1998). Las preparaciones de lignosulfonato crudo normalmente contienen, además de la lignina sulfonada, otros productos químicos derivados de plantas como azúcares, ácidos de azúcar y resinas, así como productos químicos inorgánicos. Aunque tales preparaciones de lignosulfonato en bruto se pueden usar para las composiciones de la presente invención, preferiblemente las preparaciones en bruto se refinan primero para proporcionar una mayor pureza de lignosulfonato. Los lignosulfonatos dentro del contexto de la presente descripción y las reivindicaciones también incluyen lignosulfonatos que han sido ampliamente modificados químicamente. Ejemplos de lignosulfonatos que se han modificado químicamente de forma extensa son las oxiligninas en las que la lignina se ha oxidado en un proceso que reduce el número de grupos ácido sulfónico y metoxilo y provoca transposiciones que aumentan el número de grupos ácido carboxílico y fenólico. Un ejemplo de oxilignina es VANISPERSE A comercializado por Borregaard LignoTech.

Los lignosulfonatos varían según el catión, el grado de sulfonación y el peso molecular medio. Los lignosulfonatos pueden contener cationes de sodio, calcio, magnesio, zinc, potasio o amonio o mezclas de los mismos, pero preferiblemente contienen cationes de sodio. El grado de sulfonación se define como el número de grupos sulfonato por 1000 unidades de peso molecular de lignosulfonato y en productos disponibles comercialmente varía típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 4,7. Los lignosulfonatos en las composiciones de la presente invención contienen preferiblemente un grado de sulfonación que varía de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0. Los lignosulfonatos que contienen un grado de sulfonación de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0 pueden prepararse mediante sulfonación controlada en el proceso de fabricación de pasta kraft. Por ejemplo, el grado de sulfonación utilizando el proceso de fabricación de pasta kraft es 2,9 para REAX 88A, 0,8 para REAX 85A y 1,2 para REAX 907, que se describen más adelante. El peso molecular medio de los lignosulfonatos disponibles comercialmente varía típicamente de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 15.100. Los lignosulfonatos tienen preferiblemente un peso molecular medio superior a aproximadamente 2.900.

Ejemplos de productos de lignosulfonato refinado disponibles comercialmente útiles en las composiciones de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, REAX 88A (sal de sodio de un polímero de lignina kraft de bajo peso molecular químicamente modificado solubilizado por cinco grupos sulfonato, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 85A (sal de sodio de un polímero de lignina kraft de alto peso molecular químicamente modificado, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 907 (sal de sodio de un polímero de lignina kraft de alto peso molecular químicamente modificado, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 100M (sal de sodio de un

polímero de lignina kraft de bajo peso molecular químicamente modificado comercializado por MeadWestvaco Corp.) y Kraftspare DD-5 (sal de sodio de un polímero de lignina kraft de alto peso molecular químicamente modificado, comercializado por MeadWestvaco Corp.).

5 Las composiciones de la presente invención pueden incluir, como uno o más ingredientes de formulación adicionales, tensioactivos adicionales además de lignosulfonatos. Las propiedades de estos tensioactivos adicionales incluyen dispersantes y agentes humectantes. Los tensioactivos pueden ser no iónicos o iónicos (por ejemplo, aniónicos) y pueden incluir restos poliméricos tales como polioxietilación. Los tensioactivos típicos se describen en *McCutcheon Detergents and Emulsifiers Annual*, Allured Publ. Corp., Ridgewood, Nueva Jersey., al igual que Sisely y Wood, *Encyclopedia of Surface Active Agents*, Chemical Publ. Co., Inc., Nueva York, 1964. Ejemplos de tensioactivos
10 incluyen alcoholes polietoxilados, alquilfenoles polietoxilados, ésteres de ácidos grasos de sorbitán polietoxilados, ésteres de ácidos grasos de sorbitol polietoxilados, sulfosuccinatos de dialquilo, sulfatos de alquilo, sulfonatos de alquilbenceno, organosiliconas, N,N-dialquiltauratos, sulfonatos de lignina, naftalenosulfonato, condensados de formaldehído, policarboxilatos, ésteres de glicerol, copolímeros de bloques de polioxietileno/polioxipropileno, y alquilpoliglucósidos donde el número de unidades de glucosa, denominado grado de polimerización (D.P.), puede
15 variar de 1 a 3 y las unidades de alquilo pueden variar de C₆ a C₁₄ (véase *Pure and Applied Chemistry* 72, 1255-1264).

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona el uso de una composición como la descrita anteriormente en el presente documento para reprimir el crecimiento de las plantas en un lugar.

En otro aspecto más, la presente invención proporciona un método para reprimir el crecimiento de plantas en un locus que comprende aplicar al locus una composición como se describió anteriormente.

20 Como se señaló anteriormente, la composición se puede dispersar en agua y aplicar al lugar como una pulverización. Tales técnicas para aplicar composiciones herbicidas por pulverización, incluidas las velocidades de aplicación del ingrediente activo, son bien conocidas en la técnica.

Para que el concepto de la presente invención pueda entenderse más completamente, se exponen los siguientes ejemplos en los que todas las partes son partes en peso a menos que se indique lo contrario. Estos ejemplos se exponen principalmente con fines ilustrativos y cualquier enumeración específica de los detalles contenidos en ellos no debe interpretarse como una limitación en el presente caso.
25

Ejemplos

Ejemplo 1

Preparación de acetilén carbamida

30 En un recipiente de reacción adecuado equipado con agitador, termómetro y condensador de reflujo, se introdujeron 765 partes de urea y 875 partes de agua. A esta suspensión se le añadieron 282 partes de ácido sulfúrico concentrado y la mezcla se calentó a 70°C. A 70°C, se añadieron lentamente 605 partes de glioxal (solución acuosa al 40% y libre de formaldehído) a la solución transparente de modo que la temperatura de reacción se mantuvo entre 75°C y 80°C. Después de la adición del glioxal, la mezcla de reacción se mantuvo a 75°C durante una hora y luego se enfrió. La acetilén carbamida cristalina separada se filtró y se lavó con agua y con una solución acuosa cáustica diluida. La acetilén carbamida obtenida después del secado tenía un punto de fusión de 298° - 300°C y el rendimiento fue del 88%
35 (525 partes).

Preparación de tetrametilol acetilén carbamida

40 En un recipiente de reacción adecuado equipado con agitador, termómetro y condensador de reflujo, se introdujeron 688 partes (10 mol) de formaldehído acuoso (44%) y el pH se ajustó a 8,7 con 22 partes de solución de NaOH 0,5 N. A esta solución, se le añadieron 284 partes (2 mol) de acetilén carbamida a 40°C. Durante la reacción, se dejó que la temperatura subiera hasta 55°C. En esta etapa, la mayor parte de la acetilén carbamida se había disuelto. Después de aproximadamente 15 minutos, el pH se ajustó a 8,0 con cinco partes de NaOH 0,5 N. Se obtuvo una solución transparente de color amarillo pálido. La solución transparente se destiló a 50°C, a presión reducida para eliminar el
45 agua, hasta que el contenido del recipiente de reacción fue de aproximadamente 640 partes. El jarabe del recipiente se vertió en 800 partes de metanol. El precipitado cristalino blanco se filtró y se secó. El rendimiento total de tetrametilol acetilén carbamida fue de 483 partes (92%) y el punto de fusión de 132 a 136°C.

Preparación de dimetoximetil dietoximetil acetilén carbamida

50 En un recipiente de reacción adecuado, equipado como antes, se cargaron 320 partes (10 moles) de metanol, 460 partes de etanol (10 moles) y 20 partes de ácido nítrico concentrado al 70%. A esta mezcla alcohólica ácida, se añadieron 262 partes (1 mol) de tetrametilol acetilén carbamida y la mezcla de reacción se calentó a 40°C con agitación. En aproximadamente 20 minutos, toda la tetrametilol acetilén carbamida se había disuelto. Cuando la mezcla de reacción se volvió transparente, se enfrió a 22°C y se añadieron 45 partes de una solución de hidróxido de sodio al 20% para neutralizar la mezcla de reacción a un pH de 7-8. La solución transparente neutralizada se calentó
55 lentamente a 105°C a presión reducida para eliminar sustancialmente toda la mezcla de alcohol y agua. El jarabe

resultante se filtró en caliente a 80°C para eliminar las sales inorgánicas y otras impurezas. El rendimiento del jarabe de dimetoximetil dietoximetil acetilen carbamida fue de 320 partes. La estructura de este producto fue confirmada por espectroscopia de resonancia magnética nuclear. Los sólidos de la bandeja eran 95,0% y los sólidos de la hoja eran 98,5%. La viscosidad de Gardner-Holdt fue Z₃ - Z₄ (a 25°C). El producto era soluble tanto en agua como en benceno.

5 Preparación de acetilen carbamida metilada y etilada

En un recipiente de reacción adecuado, equipado como antes, se introdujeron 142 partes (1 mol) de acetilen carbamida y 300 partes (4,4 mol) de formaldehído acuoso (44%), y el pH se ajustó a 7,5 - 8,0 con aproximadamente 6 partes de solución 0,5 N de NaOH. La mezcla de reacción se calentó a 80°C durante 15 minutos. El pH de la mezcla de reacción se ajustó de nuevo con una solución de NaOH 0,5 N a aproximadamente 7 - 7,5. La solución resultante de color amarillo pálido de tetrametilol acetilen carbamida se destiló a 50°C a presión reducida hasta que el peso del jarabe en el recipiente de reacción estuvo entre aproximadamente 305 - 310 partes. A este jarabe se le añadieron 160 partes (5 moles) de metanol y 6 partes de ácido nítrico concentrado a 50°C. Hubo una ligera exotermia después de la adición. La temperatura de reacción se mantuvo a aproximadamente 55-60°C durante 30 minutos y luego se enfrió a 22°C y se neutralizó a un pH de 7-8 con una solución de NaOH al 20%. Luego se calentó lentamente a 105°C a presión reducida para eliminar sustancialmente todo el alcohol y el agua. Al jarabe resultante se le añadieron 92 partes (2 mol) de etanol y 4 partes de ácido nítrico y la carga se calentó a aproximadamente 70°C y la mezcla de reacción se mantuvo a esa temperatura durante 30 minutos. Después de enfriar la mezcla de reacción a 22°C, se neutralizó a un pH de 7,5 usando una solución de NaOH al 20%. La solución neutralizada se calentó lentamente a 105°C a presión reducida, para eliminar toda la mezcla de alcohol y agua. El jarabe resultante se filtró en caliente a 80°C para eliminar las sales inorgánicas y otras impurezas. El rendimiento del jarabe fue de 320 gramos. Los sólidos de la hoja eran 99,5% y el producto era soluble en agua. El análisis de resonancia magnética nuclear indicó que la relación de grupos metoxi a etoxi en el producto era 1:0,63, respectivamente, es decir, un grado medio de metilación de aproximadamente 2,4 y un grado de etilación 1,6.

El procedimiento para la preparación de la acetilencarbamida etilada metilada se repitió en todos los detalles esenciales excepto que durante la segunda etapa de alquilación, se usaron 138 partes (3 moles) de etanol. El producto final en forma de jarabe era soluble en agua. Los sólidos de la hoja fueron del 99%. El análisis de resonancia magnética nuclear indicó que la relación de grupos metoxi a etoxi en el producto era 1:0,81, respectivamente. El producto era soluble en agua y también en benceno.

Preparación de acetilen carbamida butilada metilada

El proceso para la preparación de la acetilen carbamida etilada metilada expuesto anteriormente se repitió en todos los detalles esenciales excepto que la acetilen carbamida metilolada se hizo reaccionar primero con 192 partes (6 moles) de metanol. La segunda alquilación se logró con n-butanol de la siguiente manera:

Al jarabe obtenido después de la etapa de metilación se le añadieron 74 partes (1 mol) de n-butanol y 1 parte de ácido nítrico, y la mezcla de reacción se calentó a 105°C durante media hora, el destilado, que parecía ser metanol, se eliminó usando un separador Dean-Stark. La solución de color amarillo pálido se enfrió a 20°C y se neutralizó a un pH de 7 - 7,5 con una solución de NaOH 0,5 N. El butanol sin reaccionar y el agua de la mezcla de reacción se eliminaron a presión reducida a 121°C. El líquido viscoso con aproximadamente un 100% de sólidos resultante se analizó mediante RMN y se encontró que tenía una relación metoxi: butoxi de 1: 0,32 respectivamente, es decir, un grado medio de metilación de aproximadamente 3 y un grado de butilación de 1,0. El producto permaneció líquido y no cristalizó durante el almacenamiento a temperatura ambiente. El producto era escasamente soluble en agua pero era soluble en benceno.

Se ha indicado anteriormente que los agentes de reticulación de acetilencarbamida usados en la composición de la presente invención pueden usarse para formar composiciones de recubrimiento con una pluralidad de materiales poliméricos no gelificados tales como las emulsiones acrílicas, como se describen en las Pat. EE.UU. núms. 3,471,388, 3,661,819 así como el 3,663,389. Se pueden usar ciertos polioles con los agentes de reticulación de acetilencarbamida de la presente invención cuyos polioles se describen en la U.S. Pat. Nos. 3,959,202 y 3,969,803.

Ejemplos 2 a 6

La composición de las materias primas de los ejemplos 2 a 6 se resume en la siguiente tabla:

ES 2 899 179 T3

| Etapa | Material | Ejemplo | | | | |
|---------------------------------------|---------------------------|---------|------|------|------|------|
| | | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| a. Prepolímero de Urea - formaldehído | Urea (g) | 24 | 17,5 | 43,6 | 30,5 | 37 |
| | Formaldehído del 37% (ml) | 40 | 29 | 72,6 | 50,8 | 61,6 |
| | Agua desionizada (ml) | 80 | 58 | 146 | 110 | 124 |
| b. Preparación de emulsión | Clomazona (g) | 1 | 3,2 | 5,5 | 7,8 | 10 |
| | Emulsionante | 2,5 | 1 | 1,95 | 4 | 2,25 |
| | Vehículo líquido | 50 | 40 | 80 | 60 | 80 |
| | Estabilizante | 2,5 | 1 | 1,95 | 4 | 2,25 |
| | Agua desionizada (g) | 106 | 100 | 120 | 110 | 113 |
| c. Reticulación | Agente reticulante | 3,5 | 2 | 5 | 2,75 | 4,25 |
| | Agente de viscosidad | 6,5 | 8 | 2 | 5 | 3,5 |

Notas:

5 El emulsionante usado en los ejemplos fue tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (Uniqema TWEEN 85) y tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (Uniqema ATLAS G1086);

El vehículo líquido fue éster metílico de ácido graso C₁₆-C₁₈ (Cognis Corp. AGNIQUE ME 18SDU,);

El estabilizante usado en los ejemplos fue lignosulfonato (MeadWestvaco Corp. REAX 88A);

El reticulante usado en los ejemplos fue Powderlink 1174;

El agente de viscosidad usado en los ejemplos fue goma xantana.

10 Las composiciones de microencapsulación del Ejemplo 2 al Ejemplo 6 se prepararon de acuerdo con la siguiente secuencia de etapas:

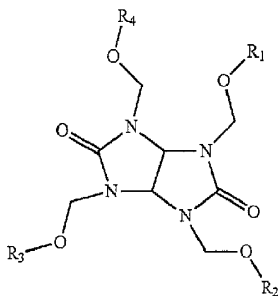
15 a. La preparación de prepolímero de urea - formaldehído: se disolvió urea en una solución de formaldehído del 30% ≈ 40%, la relación de masa de urea a formaldehído es 1:1-2, 5. Se agitó la urea hasta que se disolvió completamente, se ajustó el pH en el intervalo de 7,0 a 9,0, se calentó a 60-80 C, la reacción se mantuvo durante 0,5≈3 h, para generar un líquido transparente viscoso, luego se añadió agua destilada para diluir, la relación de formaldehído a agua destilada es de 1:1 a 3, y así se obtuvo una solución acuosa estable de prepolímero de urea-formaldehído;

20 B. Preparación de la emulsión: Se combinaron clomazona, emulsionantes, vehículo líquido y estabilizante en agua desionizada, y la mezcla resultante se homogeneizó en un mezclador a una velocidad de 3000 - 10000 rpm durante 5 - 30 min. Se obtuvo una emulsión de aceite en agua estable.

25 C. Reticulación: La emulsión se enfrió a una temperatura de 0 - 5°C, el pH se ajustó a 8 - 10 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 20%. Se añadieron prepolímero de urea - formaldehído y el reticulante y se dejó reaccionar la mezcla durante 40 - 60 min; y luego se calentó lentamente a 30 - 50°C. Se añadió el agente de viscosidad para obtener una formulación estable de Clomazona CS.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende un ingrediente activo contenido dentro de una microcápsula que tiene una cubierta que comprende una resina de urea-formaldehído; en donde el ingrediente activo es Clomazona; y donde la resina de urea-formaldehído está reticulada, donde el agente reticulante es una resina de glicolurilo.
- 5 2. La composición según la reivindicación 1, en la que las microcápsulas contienen el ingrediente activo y un vehículo líquido; preferiblemente en la que el vehículo líquido comprende uno o más ésteres de ácidos grasos de alcoholes C₁-C₄; más preferiblemente en la que el vehículo líquido comprende un éster metílico de un ácido graso C₁₆-C₁₈.
3. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la resina de urea-formaldehído se forma a partir de un prepolímero preparado mediante la reacción de urea y formaldehído.
- 10 4. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación en peso de urea a formaldehído en la resina es de 1:0,5 a 1:3,0; preferiblemente en la que la relación en peso de urea a formaldehído es de 1:1 a 1:2,5.
5. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la resina de glicolurilo tiene la fórmula general:



- 15 donde cada uno de R₁, R₂, R₃, y R₄ representa independientemente un átomo de hidrógeno o un alquilo con, por ejemplo, 1 a 12 átomos de carbono, 1 a 8 átomos de carbono, 1 a 6 átomos de carbono, o 1 a 4 átomos de carbono.
6. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las microcápsulas se suspenden en un medio acuoso; preferiblemente en donde la composición comprende además un emulsionante; más preferiblemente en la que el emulsionante comprende un éster de sorbitán, un éster de sorbitol o una mezcla de los mismos.
- 20 7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende además un estabilizante; preferiblemente en la que el estabilizante es un sulfonato de lignina.
8. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 o 7, que comprende además un agente de viscosidad; preferiblemente en el que el agente de viscosidad es uno o más de etilcelulosa, goma xantana, alcohol polivinílico y sal sódica de ácido poliacrílico.
- 25 9. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el tamaño medio de partícula de las microcápsulas es de 1 a 130 micrómetros.
10. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el espesor de pared de las microcápsulas varía de 0,01 micrómetros a 4 micrómetros.
- 30 11. Un método para preparar una composición microencapsulada que comprende un ingrediente activo encapsulado, comprendiendo el método:
- a) preparar un prepolímero de urea-formaldehído mediante la reacción de urea y formaldehído;
- b) dispersar el ingrediente activo y un vehículo líquido insoluble en agua en una fase acuosa para formar una emulsión, en la que el ingrediente activo es clomazona; y
- 35 c) agregar el prepolímero de urea-formaldehído y un agente reticulante a la emulsión, en donde el agente reticulante es una resina de glicolurilo, y permitir que sus componentes reaccionen para formar paredes de microcápsulas en la interfaz de la fase orgánica dispersa y la fase acuosa, para encapsular la fase orgánica.
12. El uso de una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 para reprimir el crecimiento de plantas en un lugar.
- 40 13. Un método para reprimir el crecimiento de plantas en un lugar que comprende aplicar al lugar una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.