República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1011542-0 B1

(22) Data do Depósito: 12/02/2010

(45) Data de Concessão: 01/12/2020

(54) Título: HERBICIDA DE ACETAMIDA MICROENCAPSULADA PARTICULADA E MISTURA AQUOSA O COMPREENDENDO, BEM COMO MÉTODO PARA CONTROLAR ERVAS DANINHAS EM UM CAMPO DE PLANTAS DE COLHEITA

(51) Int.Cl.: A01N 25/28; A01P 13/00; A01N 37/26.

(30) Prioridade Unionista: 13/02/2009 US 61/152,533.

(73) Titular(es): MONSANTO TECHNOLOGY LLC.

(72) Inventor(es): DAVID Z BECHER; WILLIAM ABRAHAM; S. DOUGLAS PROSCH; BRETT H. BUSSLER; AMANDA C. HERR.

(86) Pedido PCT: PCT US2010024158 de 12/02/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/093970 de 19/08/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 15/08/2011

(57) Resumo: HERBICIDA DE ACETAMIDA MICROENCAPSULADA PARTICULADA E MISTURA AQUOSA O COMPREENDENDO, BEM COMO MÉTODO PARA CONTROLAR ERVAS DANINHAS EM UM CAMPO DE PLANTAS DE COLHEITA. Métodos de reduzir danos às folhagens de colheitas e atingir controle de ervas daninhas usando herbicidas de acetamida encapsulada são descritos. Microcápsulas herbicidas compreendendo material de núcleo herbicida e uma parede de revestimento encapsulando o material de núcleo também são descritas. As microcápsulas propiciam redução de danos à colheita através de liberação de herbicida controlada.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"HERBICIDA DE ACETAMIDA MICROENCAPSULADA PARTICULADA E MISTURA AQUOSA O COMPREENDENDO, BEM COMO MÉTODO PARA CONTROLAR ERVAS DANINHAS EM UM CAMPO DE PLANTAS DE COLHEITA".**

CAMPO DA INVENÇÃO

[0001] A presente invenção refere-se geralmente a métodos de reduzir lesão em folhagem de cultura e alcançar controle comercial de ervas daninhas usando herbicidas de acetamida (por exemplo, acetanilida) encapsulada.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[0002] O aparecimento de ervas daninhas resistentes ao glifosato gerou interesse no uso de herbicidas residuais como partners de mistura de tanque com glifosato em culturas tolerantes ao glifosato (por exemplo, ROUNDUP READY ou RR). Herbicidas de acetamida, incluindo, por exemplo, herbicidas de acetanilida, normalmente não oferecem atividade pós-emergência significativa, mas como um partner residual forneceria controle de monocotilédones que emergiram recentemente e espécies de ervas daninhas dicotiledôneas semeadas pequenas. Isso suplementaria de forma útil a atividade de glifosato que é eficaz em ervas daninhas que emergiram, mas carece de significativa atividade residual.

[0003] Herbicidas de acetanilida tradicionalmente foram aplicados ao solo antes da plantação como herbicidas pré-emergentes. A aplicação de herbicidas de acetanilida anteriores ao surgimento da cultura, no entanto, tem feito com que muitas culturas sejam danificadas ou mortas. Em resposta a este problema, foi proposto para aplicar formulações de herbicida de acetanilida comercialmente disponíveis após o surgimento da cultura (ou seja, pós-emergente à cultura), mas antes do surgimento de ervas daninhas que germinaram mais tarde (ou seja, pré-emergente

às ervas daninhas). A aplicação durante esta janela de tempo, no entanto, causou lesão foliar inesperada à cultura. A lesão foi observada com as duas formulações de concentrado emulsificável (EC) de acetanilida convencionais, comercialmente disponíveis e com formulações de acetanilida encapsulado comercialmente disponíveis.

[0004] Os procedimentos de microencapsulação da técnica anterior são

geralmente adequados para a produção de formulações com bom controle de ervas daninhas. No entanto, o técnico dessa arte teve alguma dificuldade para otimizar as taxas de liberação para obter bioeficácia aceitável para um determinado ativo ao mesmo tempo em que minimiza lesão à cultura a níveis comercialmente aceitáveis. Em particular, formulações encapsuladas comerciais podem mostrar maior lesão de plantas de cultura sistêmica ao longo do tempo em forma de ondulação de folha e baixa estatura de planta quando comparado aos concentrados emulsificáveis.

[0005] Na tecnologia de microencapsulação conhecida na arte, herbicida de núcleo é tipicamente liberado de uma microcápsula, pelo menos, em parte por difusão molecular através da parede do invólucro. A modificação da espessura da parede do invólucro para aumentar ou diminuir a taxa de herbicida tem limitações definitivas.

[0006] Paredes finas de invólucro são sensíveis à ruptura mecânica prematura durante a manipulação ou no campo, resultando na liberação imediata. Estabilidade de embalagem ruim resultante dos defeitos de parede de invólucro também pode surgir quando o material de núcleo está em contato direto com o veículo externo. Como resultado, alguns materiais de núcleo podem cristalizar fora da cápsula causando problemas em aplicações de pulverização, tais como entupimento do bocal de pulverização. Além disso, cisalhamento mais elevado encontrado em certos meios de aplicação, tais como aplicações de

pulverização, pode resultar na ruptura de parede de invólucro e liberação de herbicida. A microcápsula torna-se, portanto, pouco mais do que uma emulsão estabilizada contra coalescência. Quando distribuída no campo, a liberação de herbicida é tão rápida que pouca melhoria de segurança de cultura é adquirida em relação a formulações de concentrado de emulsões convencionais.

[0007] Se a espessura da parede for aumentada, a bioeficácia cai rapidamente para um nível de desempenho marginal porque a liberação de herbicida é retardada. Também há um limite prático para a espessura da parede na polimerização interfacial. À medida que o polímero precipita, a reação se torne controlada por difusão. A taxa de reação pode cair até tal ponto que reações colaterais não construtivas podem predominar.

[0008] Várias soluções de formulação têm sido tentadas para tratar das limitações de taxa de liberação. Por exemplo, misturas de duas embalagens ou embalagem única de microcápsulas e dispersões ou emulsões de ativos agrícolas livres foram propostos em Scher, patente US 5.223.477 e 5.049.182. Seitz e outros, patente US 5.925.595 e dos Estados Unidos publicação 2004/0137031 A1, ensinam métodos para produzir Acetocloro microencapsulado. O DEGREE de permeabilidade é regulado por uma alteração de composição nos precursores para a parede. Embora as composições de Sietz tenham provado ser eficazes para o controle de ervas daninhas, lesão inaceitável à cultura foi observado em conexão com o uso dessas composições quando aplicado a determinadas culturas comercialmente importantes.

[0009] Por conseguinte, existe uma necessidade de composições de herbicidas e métodos que utilizam herbicidas de acetamida tais como herbicidas de acetamida pelo qual controle simultâneo de erva daninha comercialmente aceitável e lesão de cultura comercialmente aceitável podem ser alcançados.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[00010] Entre os vários aspectos da presente invenção pode ser observado o fornecimento de composições de herbicida de acetamida encapsulado e métodos para sua utilização. A presente invenção fornece a aplicação de cultura pós-emergência e erva daninha pré-emergência de herbicidas de acetamida encapsulado em que taxa de liberação de herbicida é controlada para fornecer tanto controle de ervas daninhas comercialmente aceitável como lesão de cultura comercialmente aceitável.

[00011] Em resumo, portanto, uma modalidade da presente invenção é dirigida a um herbicida de acetamida microencapsulada em partículas compreendendo um material de núcleo imiscível em água compreendendo o herbicida de acetamida e uma microcápsula com uma parede de invólucro que inclui uma poliuréia, a microcápsula contendo o material de núcleo. A parede do invólucro é formada em um meio de polimerização por uma reação de polimerização entre um componente poliisocianato que inclui um poliisocianato ou uma mistura de poliisocianatos e um componente de poliamina compreendendo uma poliamina ou mistura de poliaminas para formar a poliuréia. A relação de equivalentes molares de amina contidos no componente de poliamina para equivalentes molares de isocianato contidos no componente de poliisocianato é, pelo menos, 1,1:1 e uma população das microcápsulas tem um tamanho médio de partícula de, pelo menos, cerca de 7 µm.

[00012] Outra modalidade da presente invenção é dirigida a um herbicida de acetamida microencapsulada em partículas constituído por um material de núcleo imiscível em água compreendendo o herbicida de acetamida e uma microcápsula com uma parede de invólucro que inclui uma poliuréia, a microcápsula contendo o material de núcleo. A parede do invólucro é formada em um meio de polimerização por uma

reação de polimerização entre um componente de poliisocianato que inclui um poliisocianato ou uma mistura de poliisocianatos e um componente de poliamina constituído essencialmente por uma poliamina principal para formar a poliuréia. Uma população das microcápsulas tem um tamanho médio de partícula de, pelo menos, cerca de 7 µm.

[00013] Outra modalidade da presente invenção é dirigida a um herbicida de acetamida microencapsulada em partículas constituído por um material de núcleo imiscível em água compreendendo o herbicida de acetamida e uma microcápsula com uma parede de invólucro que inclui uma poliuréia, a microcápsula contendo o material de núcleo. A parede do invólucro é formada em um meio de polimerização por uma reação de polimerização entre um componente de poliisocianato que inclui um poliisocianato ou uma mistura de poliisocianatos e um componente de poliamina compreendendo uma poliamina ou mistura de poliaminas para formar a poliuréia. Uma população das microcápsulas tem um tamanho médio de partículas de, pelo menos, cerca de 7 µm e a parede do invólucro é de permeabilidade limitada. A natureza e a composição da parede do referido invólucro e acetamida encapsulada é tal que, quando uma pasta aquosa consistindo em 1% em peso do herbicida de acetamida encapsulada em um meio aquoso, consistindo em água deionizada é submetido à agitação em uma taxa suficiente para manter as partículas em suspensão sem ruptura mecânica, o teor de acetamida do meio aquoso permanece menor do que 100 ppm após agitação por 6 horas a 25° C e inferior a 150 ppm de acetamida após agitação durante 24 horas a 25°C.

[00014] Ainda outra modalidade da presente invenção é direcionada para um método de controlar as ervas daninhas em um campo de plantas de cultura, o método compreendendo formar uma mistura de aplicação que inclui os herbicidas de acetamida microencapsulada em

partículas da presente invenção e aplicar a mistura de aplicação em uma quantidade eficaz de forma herbicida pós-emergente às plantas de cultura.

[00015] Outra modalidade da presente invenção é direcionada a um método de controlar ervas daninhas comercialmente importantes localizadas em um campo de plantas de cultura. O método compreende formar uma mistura de aplicação composta por uma composição de herbicida de acetamida encapsulado em partículas e aplicar a mistura de aplicação em uma quantidade eficaz de forma herbicida pós-emergente às plantas de cultura e pré-emergente às ervas daninhas. O herbicida de acetamida em partículas compreende partículas de núcleo/invólucro cada tendo um núcleo constituído por acetamida contida dentro de um invólucro de permeabilidade limitada, e a natureza e composição de acetamida encapsulada em partículas é tal que, quando uma pasta aquosa consistindo em 1% em peso de herbicida de acetamida encapsulado em um meio aquoso, consistindo em água deionizada é submetida à agitação em uma taxa suficiente para manter as partículas em suspensão sem ruptura mecânica, o teor de acetamida do meio aquoso permanece menor do que 100 ppm após agitação durante 6 horas a 25°C e inferior a 150 ppm de acetamida após agitação durante 24 horas a 25°C.

[00016] Outra modalidade da presente invenção é direcionada a um método de controlar ervas daninhas comercialmente importantes localizado em um campo de plantas de cultura. O método compreende formar uma mistura de aplicação composto por uma composição de herbicida de acetamida encapsulado em partículas e aplicar a mistura de aplicação em uma quantidade eficaz de forma herbicida pós-emergente às plantas de cultura e pré-emergente às ervas daninhas. A taxa de lesões de cultura é não maior do que 20% para o período de tempo de 1 dia a 28 dias após a aplicação da mistura de aplicação a

plantas de cultura na faixa de estágio de crescimento de emergência de cultura até o estágio de crescimento de seis folhas e a taxa de controle de erva daninha é pelo menos 60% para o período de tempo de aplicação da mistura de aplicação a 12 semanas após a aplicação da mistura de aplicação.

[00017] Outros objetivos e características serão em parte evidentes e em parte indicadas a seguir.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[00018] Fig. 1 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00019] Fig. 2 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00020] Fig. 3 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00021] Fig. 4 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00022] Fig. 5 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsulada conforme descrito no exemplo 2.

[00023] Fig. 6 é um gráfico representando o controle do controle de lambsquarters comum obtido com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00024] Fig. 7 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de

Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00025] Fig. 8 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 2.

[00026] Fig. 9 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 5.

[00027] Fig. 10 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 5.

[00028] Fig. 11 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00029] Fig. 12 é um gráfico representando o controle do controle de lambsquarters comum alcançada com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00030] Fig. 13 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00031] Fig. 14 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00032] Fig. 15 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00033] Fig. 16 é um gráfico representando o controle do controle de lambsquarters comum alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00034] Fig. 17 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00035] Fig. 18 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 6.

[00036] Fig. 19 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 10.

[00037] Fig. 20 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 10.

[00038] Fig. 21 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 10.

[00039] Fig. 22 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 10.

[00040] Fig. 23 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 10.

[00041] Fig. 24 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro

microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00042] Fig. 25 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00043] Fig. 26 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00044] Fig. 27 é um gráfico representando o controle de lambsquarters comum alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00045] Fig. 28 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00046] Fig. 29 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 15.

[00047] Fig. 30 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 19.

[00048] Fig. 31 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 19.

[00049] Fig. 32 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 19.

[00050] Fig. 33 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard

alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 19.

[00051] Fig. 34 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 19.

[00052] Fig. 35 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 29.

[00053] Fig. 36 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 29.

[00054] Fig. 37 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 29.

[00055] Fig. 38 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançada com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 29.

[00056] Fig. 39 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 29.

[00057] Fig. 40 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 30.

[00058] Fig. 41 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 30.

[00059] Fig. 42 é um gráfico representando controle de rabo de

raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações Acetocloro microencapsulada conforme descrito no exemplo 30.

[00060] Fig. 43 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 30.

[00061] Fig. 44 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 30.

[00062] Fig. 45 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 31.

[00063] Fig. 46 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 31.

[00064] Fig. 47 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 31.

[00065] Fig. 48 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsulados conforme descrito no exemplo 31.

[00066] Fig. 49 é um gráfico mostrando controle da beldroega comum alcançada com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 31.

[00067] Fig. 50 é um gráfico representando o controle de ervas daninhas de raiz vermelha alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme

descrito no exemplo 31.

[00068] Fig. 51 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00069] Fig. 52 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00070] Fig. 53 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00071] Fig. 54 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00072] Fig. 55 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00073] Fig. 56 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 32.

[00074] Fig. 57 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 33.

[00075] Fig. 58 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 33.

[00076] Fig. 59 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 33.

[00077] Fig. 60 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 33.

[00078] Fig. 61 é um gráfico representando controle de Azevém perene alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 33.

[00079] Fig. 62 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 37.

[00080] Fig. 63 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 37.

[00081] Fig. 64 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 37.

[00082] Fig. 65 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 37.

[00083] Fig. 66 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 39.

[00084] Fig. 67 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 39.

[00085] Fig. 68 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 39.

[00086] Fig. 69 é um gráfico representando controle de rabo de

raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 39.

[00087] Fig. 70 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 43.

[00088] Fig. 71 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 43.

[00089] Fig. 72 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 43.

[00090] Fig. 73 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 48.

[00091] Fig. 74 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 48.

[00092] Fig. 75 é um gráfico representando controle de crabgrass alcançados com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 48.

[00093] Fig. 76 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 48.

[00094] Fig. 77 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 48.

[00095] Fig. 78 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu

com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 49.

[00096] Fig. 79 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 49.

[00097] Fig. 80 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 49.

[00098] Fig. 81 é um gráfico representando controle de crabgrass alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 49.

[00099] Fig. 82 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 49.

[000100] Fig. 83 é um gráfico representando lesão de soja que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

[000101] Fig. 84 é um gráfico representando lesão de algodão que ocorreu com aplicações pós-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

[000102] Fig. 85 é um gráfico representando controle de trevo branco alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

[000103] Fig. 86 é um gráfico representando controle de crabgrass alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

[000104] Fig. 87 é um gráfico mostrando controle da grama barnyard alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

[000105] Fig. 88 é um gráfico representando controle de rabo de raposa amarelo alcançado com aplicações pré-emergentes de várias formulações de Acetocloro microencapsuladas conforme descrito no exemplo 52.

DESCRIÇÃO DAS MODALIDADES DA INVENÇÃO

[000106] De acordo com a presente invenção, composições compreendendo herbicidas encapsulados (por exemplo, herbicidas microencapsulados em partículas), tendo uma taxa baixa inicial de liberação e uma liberação controlada de longo prazo e métodos para o uso de tais composições, são fornecidos que fornecem controle de ervas daninhas comercialmente aceitável e lesão de cultura comercialmente aceitável. As composições são úteis para o controle de ervas daninhas, pré-emergência, quando aplicadas a campos pós-emergência às plantas de cultura.

[000107] Em conformidade com a presente invenção, "controle de erva daninha" refere-se a qualquer medida observável de controle de crescimento da planta, que pode incluir uma ou mais das ações de (1) extermínio, (2) inibição do crescimento, reprodução ou proliferação e (3) a remoção, destruição, ou de outro modo a diminuição da ocorrência e a atividade das plantas. O controle de ervas daninhas pode ser medido por qualquer um dos vários métodos conhecidos na arte. Por exemplo, o controle de ervas daninhas pode ser determinado como uma porcentagem, em comparação com plantas não tratadas segundo um procedimento padrão em que uma avaliação visual da redução da mortalidade e redução de crescimento é feita por uma pessoa versada na arte especialmente treinada para fazer essas avaliações. Em outro método de medição de controle, o controle é definido como uma percentagem de redução de peso médio de planta entre as plantas tratadas e não tratadas. Em mais um método de medição de controle, o controle pode ser definido como a porcentagem de plantas que não

emergem após aplicação de um herbicida pré-emergência. Uma "taxa de controle de ervas daninhas comercialmente aceitável" varia de acordo com as espécies de ervas daninhas, DEGREE de infestação, condições ambientais e a planta de cultura associada. tipicamente, o controle de ervas daninhas comercialmente eficaz é definido como a destruição (ou inibição) de, pelo menos, cerca de 60%, 65%, 70%, 75%, 80%, ou mesmo pelo menos 85% ou mesmo, pelo menos, 90%. Embora seja geralmente preferível do ponto de vista comercial que 80-85% ou mais das ervas daninhas sejam destruídas, o controle de ervas daninhas comercialmente aceitável pode ocorrer em níveis de destruição ou inibição muito menores, particularmente com algumas plantas muito nocivas, resistentes a um herbicida. Vantajosamente, as microcápsulas herbicidas conseguem controle de ervas daninhas comercialmente aceitável no período de tempo de aplicação de microcápsulas de herbicida, por exemplo como contido em uma mistura de aplicação, para 3 semanas, 4 semanas, 5 semanas, 6 semanas, 7 semanas, 8 semanas, 9 semanas, dez semanas, 11 semanas, ou até mesmo de 12 semanas após aplicação das microcápsulas de herbicida. [000108] Danos às culturas pode ser medido por quaisquer meios conhecidos na arte, como os descritas acima para determinação de controle de ervas daninhas. Da mesma forma uma "taxa de lesão das culturas comercialmente aceitável" para a presente invenção varia de acordo com as espécies de plantas de cultura. tipicamente, uma taxa comercialmente aceitável da lesão das culturas é definida pelo menos de cerca de 20%, 15%, 10% ou até menos de cerca de 5%. As microcápsulas de herbicida da presente invenção limitam à lesão de cultura a uma taxa comercialmente aceitável como medida de cerca de 24 horas (cerca de 1 DAT) após a aplicação a duas semanas (cerca de 14 DAT), de cerca de 24 horas (cerca de 1 DAT) após a aplicação a três semanas (cerca de 21 DAT) ou de cerca de 24 horas (cerca de 1 DAT)

a cerca de quatro semanas (cerca de 28 DAT).

[000109] Em algumas modalidades da presente invenção, as composições da presente invenção podem ser aplicadas pos-emergência a plantas de cultura e pré-emergência às ervas daninhas para obter simultaneamente o controle comercial de ervas daninhas e uma taxa de lesão das culturas comercialmente aceitável. Para efeitos da presente invenção, pós-emergência a plantas de cultura inclui surgimento inicial do solo, ou seja, "rachadura". Milho, amendoim, batata, soja, canola, beterrabas, sorgo (milo), favas e algodão são exemplos de plantas de cultura. Plantas de cultura incluem híbridos, inatos e plantas transgênicas ou plantas geneticamente modificadas, tendo características específicas ou combinações de traços incluindo, sem limitação, tolerância a herbicidas (por exemplo, resistência ao glifosato, glufosinato, sethoxydim, etc.), *Bacillus thuringiensis* (Bt), teor elevado de óleo, teor elevado de lisina, teor elevado de amido, densidade nutricional e resistência a seca. Em algumas modalidades, as plantas de cultura são resistentes a herbicidas organofosforados, herbicidas inibidores de ALS, herbicidas auxina sintéticas e/ou herbicidas inibidores de acetil-CoA carboxilase, em outras modalidades as plantas de cultura são resistentes ao glifosato, dicamba, 2,4-D, MCPA, Quizalofop, glufosinato e/ou diclofop-metil. Em outras modalidades, a planta de cultura é resistente a glifosato e/ou dicamba. Em algumas modalidades da presente invenção, plantas de cultura são resistentes a glifosato e/ou glufosinato. Culturas preferidas incluem milho, algodão e soja. Espécies da cultura particularmente preferidas são algodão e soja.

[000110] Herbicidas de acetamida adequados para a prática da presente invenção incluem herbicidas dimetenamida, napropamida, pronamida e acetanilida como acetocloro, Alaclor, butacloro, butenacloro, delacloro, Dietatil, dimetacloro, mefenacet, metazocloro,

metolacloro, pretilacloro, Propacloro, propisocloro, prinacloro, terbucloro, tenilclor e xilacloro, misturas e estereoisômeros dos mesmos. Alguns herbicidas de acetamida estão disponíveis em suas formas livres, como sais ou como materiais derivatizados, por exemplo, como ésteres. Qualquer forma de herbicidas aqui descritos por nome é potencialmente aplicável. Por exemplo, a presente invenção tem utilidade para metolacloro racêmico e S-metolacloro e dimetenamida racêmica e dimetenamida-p. Herbicidas de acetamida preferidos incluem dimetenamida e dimetenamida-P e herbicidas de acetanilida preferidos incluem acetocloro, metolacloro e S-metolacloro.

[000111] Um outro aspecto da presente invenção é o uso de formulações de acetamida encapsulada como partners de mistura de tanque com herbicidas ativos foliares. Exemplos de herbicidas ativos foliares incluem, mas não estão limitados a, glifosato, dicamba, 2,4-D, e/ou glufosinato ou glufosinato-p. É bem conhecido na arte que a mistura de herbicidas ativos foliares com co-herbicidas (como acetamidas) e/ou outros materiais que causam lesão foliar podem, em alguns casos, resultar em antagonismo onde a absorção de herbicidas foliares é reduzida, assim, resultando em menor eficácia herbicida. Acredita-se que a taxa de liberação de acetamidas encapsuladas da presente invenção seja reduzida em comparação com composições de técnica anterior, minimizando assim o antagonismo de tal modo que o co-herbicida (por exemplo, glifosato) seja efetivamente absorvido e translocado dentro da planta antes que dano à folha induzido pelo herbicida de acetamida possa interferir significativamente na absorção e translocação do co-herbicida. Portanto, além de reduzir a lesão foliar das plantas de cultura, as herbicidas de acetamida encapsulada desta invenção devem minimizar a lesão foliar localizada inicial para as ervas daninhas que surgiram previamente e desse modo permitir que os componentes ativos foliares de co-herbicida eficazmente e

eficientemente absorvam em e transloquem através das ervas daninhas que anteriormente emergiram para atingir máxima atividade na ausência de antagonismo entre a acetamida e co-herbicida.

[000112] Em geral, as herbicidas encapsuladas da presente invenção são preparadas por contatar uma fase contínua aquosa contendo um componente de poliamina constituído por uma fonte de poliamina e uma fase descontínua de óleo contendo o herbicida e um componente de poliisocianato que inclui uma fonte de poliisocianato. Uma parede do invólucro é formada em uma reação de polimerização entre a fonte de poliamina e a fonte de isocianato na interface óleo/água desse modo formando uma cápsula ou microcápsula contendo o herbicida. A fonte de poliamina pode ser uma mistura de uma poliamina principal e uma ou mais poliaminas auxiliares, também chamada de uma mistura de poliamina. Em algumas modalidades da presente invenção, a fonte de poliamina consiste essencialmente em uma poliamina principal. Como usado aqui, uma poliamina principal (também conhecida como uma amina principal) refere-se a uma poliamina composta essencialmente de uma espécie única de poliamina. A fonte de poliisocianato pode ser um poliisocianato ou uma mistura de poliisocianatos.

[000113] Em conformidade com a presente invenção e com base na evidência experimental, foi descoberto que os objetivos da invenção podem ser alcançados, encapsulando herbicidas, em particular, acetamidas, em microcápsulas preparadas pela seleção de uma ou mais determinada variáveis de processo e composição, incluindo a relação molar de poliamina para poliisocianato, composição de parede de invólucro, a relação do peso do material de núcleo (componente de herbicida) para material de parede de invólucro, os componentes de material de núcleo, o tamanho médio de partícula de microcápsula, condições de processo como cisalhamento de mistura e tempo, e suas combinações. Através da seleção cuidadosa destes e de outros fatores,

dispersões aquosas de herbicidas microencapsuladas foram desenvolvidas de acordo com as composições e métodos descritos aqui, que, em comparação com métodos e composições conhecidas na arte, reduzem lesão de folhagem de cultura para aplicação pós-emergente para as plantas de cultura a um nível comercialmente aceitável enquanto atinge simultaneamente o controle de ervas daninhas comercialmente aceitável para a aplicação pré-emergente às ervas daninhas. Segurança melhorada das culturas da presente invenção é alcançada até mesmo na ausência de um agente de proteção.

[000114] O invólucro de microcápsula da presente invenção pode preferivelmente incluir um polímero de poliuréia formado por uma reação entre uma poliamina principal e opcionalmente uma poliamina auxiliar, tendo dois ou mais grupos amino por molécula e pelo menos um poliisocianato com dois ou mais grupos de isocianato por molécula. A liberação do material de núcleo de herbicida é controlada pela parede do invólucro de microcápsula, de preferência sem a necessidade de liberação mecânica (ruptura de microcápsula).

[000115] Em algumas modalidades, podem ser preparadas as microcápsulas encapsulando material de núcleo em uma parede do invólucro formada pela reação de componente de poliamina e um componente de poliisocianato em um meio de reação em concentrações tais que o meio de reação compreende um excesso equivalente molar de grupos de amina em comparação com os grupos de isocianato. Mais particularmente, a concentração molar de grupos de amina a partir de poliamina principal e poliamina auxiliar opcional e a concentração molar de grupos de isocianato de pelo menos um poliisocianato (ou seja, um poliisocianato, uma mistura de dois poliisocianatos, uma mistura de três poliisocianatos, etc.) no meio de reação é tal que a relação da concentração de equivalentes molares de amina para a concentração

de equivalentes molares de isocianato é, pelo menos, 1,1:1. A relação molar da concentração de equivalentes molares de amina para concentração de equivalentes molares de isocianato pode ser calculada de acordo com a seguinte equação:

$$\text{Relação Equivalentes molares} = \frac{\text{equivalentes molares de amina}}{\text{Equivalentes molares de poliisocianato}} \quad (1)$$

Na equação (1) acima, os equivalentes molares de amina são calculado de acordo com a seguinte equação:

$$\text{equivalentes molares de amina} = \Sigma\ ([\text{poliamina}] / \text{peso equivalente}).$$

Na equação (1) acima, os equivalentes molares de isocianato são calculados de acordo com a seguinte equação:

$$\text{Equivalentes molares de isocianato} = \Sigma\ ([\text{poliisocianato}] / \text{peso equivalente})$$

em que a concentração de poliamina e a concentração de poliisocianato referem-se à concentração de cada um no meio de reação e são ambos em gramas/L. O peso equivalente geralmente é calculado dividindo o peso molecular em gramas/mol pelo número de grupos funcionais por moléculas e é em gramas/mol. Para algumas moléculas, como trietilenotetramina ("TETA") e 4, 4'-diisocianato diciclohexilo metano ("DES W"), o peso equivalente é igual ao peso molecular dividido pelo número de grupos funcionais por molécula. Por exemplo, TETA tem um peso molecular de 146,23 g/mol e 4 grupos de amina. Portanto, o peso equivalente é 36,6 g/mol. Este cálculo é geralmente correto, mas para alguns materiais, o peso equivalente efetivo pode variar a partir do peso equivalente calculado. Em alguns componentes, por exemplo, o aduto contendo biureto (ou seja, trímero) de 1,6-diisocianato de hexametileno, o peso equivalente do material disponível comercialmente difere do peso equivalente teórico devido a, por exemplo, reação incompleta. O peso equivalente teórico de aduto contendo biureto (ou seja, trímero) de hexametileno-1,6-diisocianato é 159,5 g/mol. O peso equivalente de

trímero de hexametileno-1,6-diisocianato ("DES N3200"), o produto disponível comercialmente, é cerca de 183 g/mol. Este peso equivalente é usado nos cálculos acima. O peso equivalente efetivo pode ser obtido do fabricante ou por titulação com um reagente adequado por métodos conhecidos na arte. O símbolo, Σ, no cálculo de equivalentes molares de amina significa que os equivalentes molares de amina compreendem a soma de equivalentes molares de amina para todas as poliaminas no meio de reação. Da mesma forma, o símbolo, Σ, no cálculo de equivalentes molares de isocianato significa que os equivalentes molares de isocianato compreendem a soma de equivalentes molares isocianato para todos os poliisocianatos no meio de reação.

[000116] É vantajoso selecionar um componente de poliamina e um componente de poliisocianato tal que a poliamina principal e poliamina auxiliar opcional tenha uma funcionalidade de Amina pelo menos 2, ou seja, 3, 4, 5 ou mais e pelo menos um dos poliisocianatos tenha uma funcionalidade de isocianato pelo menos 2, ou seja, 2,5, 3, 4, 5 ou mais uma vez que a funcionalidade elevada de Amina e isocianato aumenta a porcentagem de reticulação que ocorre entre polímeros de poliuréia individuais que compõem a parede do invólucro. Em algumas modalidades, a poliamina principal e poliamina auxiliar opcional tem uma funcionalidade de amina maior que 2 e o poliisocianato é uma mistura de poliisocianatos em que cada poliisocianato tem uma funcionalidade de isocianato maior que 2. Em outras modalidades a poliamina principal e poliamina auxiliar opcional compreendem uma poliamina trifuncional e o componente poliisocianato compreende um ou mais poliisocianatos trifuncionais. Ainda em outras modalidades, a parede do invólucro é formada pela reação entre um poliisocianato ou uma mistura de poliisocianatos com uma média mínima de 2,5 grupos reativos por molécula e uma poliamina principal e poliamina auxiliar opcional com uma média de pelo menos três grupos reativos por

molécula. Além disso, é vantajoso selecionar as concentrações do componente de poliamina e o componente poliisocianato de tal modo que o componente poliisocianato seja substancialmente completamente reagido para formar o polímero de poliuréia. A reação completa do componente poliisocianato aumenta a porcentagem de reticulação entre polímeros de poliuréia formados na reação proporcionando desse modo estabilidade estrutural para a parede do invólucro. Esses fatores, ou seja, a relação do peso dos componentes de material de núcleo em comparação com o peso dos componentes de parede de invólucro, os tamanhos médios de partículas de microcápsulas herbicidas, o DEGREE de reticulação, entre outros fatores, podem ser selecionados para afetar o perfil de taxa de liberação da população de microcápsulas herbicidas, permitindo a preparação de microcápsulas herbicidas que equilibram segurança aumenta de cultura e são ainda eficazes para o controle de ervas daninhas.

[000117] De preferência, a relação de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato é, pelo menos, aproximadamente 1,15:1 ou mesmo, pelo menos, aproximadamente 1,20:1. Em algumas modalidades, a relação de equivalentes molares é inferior a cerca de 1,7:1, menos do que aproximadamente 1,6:1, menos do que aproximadamente 1,5: 1, menos do que aproximadamente 1,4:1 ou ainda menos do que aproximadamente 1,3:1. Em algumas modalidades, a relação de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato no meio de polimerização é de 1,1:1 a aproximadamente 1,7:1, de 1,1:1 a aproximadamente 1,6:1, de 1,1:1 a aproximadamente 1,5: 1, de 1,1:1 a aproximadamente 1,4:1, de 1,1:1 a aproximadamente 1,3:1, de aproximadamente 1,15:1 a aproximadamente 1.7:1, de aproximadamente 1,15:1 a aproximadamente 1,6:1, de aproximadamente 1,15:1 a

aproximadamente 1,5: 1, aproximadamente 1,15:1 a 1.4:1, ou de cerca 1,15:1 a aproximadamente 1,3:1. Os exemplos de taxas típicas incluem 1,1, 1,15:1, 1,2:1, 1,25:1, 1,3:1, 1,35:1, 1,4:1, 1,45:1 e 1,5: 1. A relação de equivalentes molares utilizada na prática da presente invenção é maior do que a normalmente empregada em composições de técnica anterior em que um pequeno excesso estequiométrico de equivalentes de Amina para equivalentes de isocianato de aproximadamente 1,01:1 a aproximadamente 1,05:1 é usado para garantir que o isocianato seja completamente reagido. Acredita-se, sem estar vinculado a qualquer teoria particular, que o excesso aumentado de grupos de amina usados na presente invenção resulte em um número significativo de grupos funcionais de amina não reagido proporcionando assim um invólucro tendo um grande número de grupos funcionais de amina que não são reticulados. Acredita-se, que a combinação de um componente de poliisocianato completamente reagido e reticulado e um componente de amina tendo um número significativo de grupos funcionais não reagidos e não reticulados pode resultar em uma parede do invólucro estruturalmente estável que é mais flexível e/ou maleável e menos propenso a cisalhamento ou ruptura, em comparação com paredes de invólucro conhecidas na arte. acredita-se ainda que grupos de amina não reagida possam reduzir o número de fissuras ou rachaduras na parede da invólucro, reduzindo assim o vazamento do núcleo.

[000118] Em algumas outras modalidades, a concentração do material de núcleo em comparação com a concentração de componentes da parede da invólucro no meio de reação é controlada, assim, resultando em uma variação da espessura da parede de invólucro de microcápsula. De preferência, o meio de reação compreende material de núcleo e componentes de parede de invólucro em uma relação de concentração (peso) de aproximadamente 16:1 a cerca de 3:1, tais como de cerca 13:1 a cerca de cerca 8:1, 13:1 a cerca 6:1, de cerca 12:1 a cerca 6:1,

ou de cerca 10:1 a cerca 6:1. A razão é calculada dividindo-se a concentração de material de núcleo (gramas/L), que consiste no herbicida ativo e qualquer solvente diluente ou solventes, no meio de reação da concentração de componentes de parede de invólucro (gramas/L) no meio de reação. As concentrações de componentes de parede invólucro compreendem a concentração do componente de poliamina e a concentração do componente de poliisocianato. Em geral, verificou-se que a diminuição da razão de material de núcleo para componentes de parede de invólucro tende a reduzir, por aumento da espessura da parede de invólucro, a taxa de liberação dos materiais de núcleo. Isso tende a diminuir a lesão das culturas e controle de ervas daninhas, embora as quantidades dos efeitos não sejam sempre correlacionados.

[000119] Em algumas modalidades, um diluente, tais como um solvente, pode ser adicionado para alterar as características de parâmetro de solubilidade do material de núcleo para aumentar ou diminuir a taxa de liberação do ativo da microcápsula, uma vez iniciada a liberação. Por exemplo, o material do núcleo pode incluir de 0% a cerca de 35% em peso de um diluente, por exemplo 0,1 a cerca de 25% em peso, de cerca de 0,5% e cerca de 20% em peso ou de cerca de 1% e 10% em peso. Em particular, o material do núcleo pode incluir 0%, 0,5%, 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30% ou até 35% de diluente. Em algumas modalidades, a relação do peso do material de núcleo total para diluente pode ser, por exemplo, de 8 para 1, de 10 para 1, de 15 para 1 ou de 20 para 1. Em algumas modalidades, o diluente é um solvente orgânico insolúvel em água com uma solubilidade menor do que 10, 5, 1, 0,5 ou mesmo 0,1 grama por litro, a 25°C. Exemplos de solventes insolúveis em água adequados incluem hidrocarbonetos parafínicos. Hidrocarbonetos parafínicos são preferivelmente predominantemente um hidrocarboneto linear ou

ramificado. Os exemplos incluem pentadecano e ISOPAR V.

[000120] Uma população de microcápsulas herbicidas da presente invenção pode ser preparada tendo pelo menos uma dimensão transversal média (por exemplo, diâmetro ou tamanho médio de partícula) de, pelo menos, cerca de 7 micrômetros ("micra" ou μm). O tamanho de partícula pode ser medido com um analisador de tamanho de partícula por dispersão de luz laser conhecido por aqueles versados na arte. Um exemplo um analisador de tamanho de partícula é um analisador de tamanho de partícula de LS Coulter. As microcápsulas são essencialmente esféricas de tal modo que a dimensão transversal média definida por qualquer ponto em uma superfície da microcápsula até um ponto no lado oposto da microcápsula é essencialmente o diâmetro da microcápsula. De preferência, a população de microcápsulas tem pelo menos uma dimensão transversal média, ou de tamanho médio de partícula, de pelo menos, cerca de 7 um, mais preferivelmente pelo menos cerca de 8 μm, mais preferivelmente pelo menos cerca de 9 μm, mais preferivelmente pelo menos cerca de 10 μm. Em modalidades preferidas, o tamanho médio de partículas da população de microcápsulas é inferior a cerca de 15 μm e mais preferivelmente inferior a 12 μm. Em visto disso, uma população de microcápsulas herbicidas da presente invenção tem preferivelmente um tamanho médio de partícula de cerca de 7 μm a cerca de 15 μm, de cerca de 7 μm a cerca de 12 μm, de cerca de 8 μm a cerca de 12 μm ou de cerca de 9 μm a cerca de 12 μm. Em modalidades particularmente preferidas, a faixa varia de cerca de 9 μm a cerca de 11 μm.

[000121] O tamanho de partícula de microcápsulas da presente invenção é maior do que o normalmente utilizado na arte e geralmente é obtido através da variação da composição, como descrito acima e controlando as condições de reação, como, por exemplo, velocidade de mistura, forças de cisalhamento, desenho do misturador e tempos de

misturas. Em geral, velocidade reduzida de mistura, forças de cisalhamento e tempo de mistura favorecem a preparação de microcápsulas maiores.

[000122] Em outras modalidades da presente invenção, duas ou mais das variáveis acima podem ser manipuladas para atingir os objetivos da presente invenção. A manipulação das seguintes combinações variáveis está compreendida no escopo da presente invenção: (1)(i) a razão de equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato e (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede de invólucro; (2)(i) a razão de equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato e (iii) a razão de peso do herbicida de núcleo para o diluente (por exemplo, solvente); (3)(i) a razão do equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula; (4) (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede de invólucro e (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente; (5) (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede de invólucro e (iv) o tamanho de partícula de cápsula; (6) (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula; (7)(i) a relação do equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato, (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede de invólucro e (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente; (8)(i) a relação do equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato, (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede de invólucro e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula; (9)(i) a proporção de equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato, (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula; (10)(ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes

de parede de invólucro, (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula; e (11)(i) a razão de equivalente molar de grupos de amina para grupos de isocianato, (ii) a relação de peso do herbicida de núcleo para os componentes de parede do invólucro, (iii) a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente e (iv) o tamanho de partícula de microcápsula.

[000123] A taxa de liberação do material de núcleo das microcápsulas pode ser controlada, selecionando Propriedades de cápsulas e composição e selecionando os parâmetros de processo conforme descritos anteriormente. Portanto, por escolha adequada dos parâmetros discutidos anteriormente e abaixo, é possível criar formulações que tenham segurança aceitável quando aplicadas como um spray de difusão em um campo contendo as culturas após emergência e mantêm o controle bom de ervas daninhas para períodos de tempo agronomicamente úteis.

[000124] As microcápsulas da presente invenção apresentam um perfil de taxa de liberação que fornece uma taxa reduzida do lesão das culturas, em comparação com microcápsulas conhecidas na arte. Em uma teoria e sem estar vinculado a qualquer teoria particular, acredita-se que aumentar o tamanho médio de partícula da população de microcápsulas diminui a área total efetiva por peso unitário das microcápsulas. Desde que a liberação de difusão seja proporcional à área de superfície, isto tende, se tudo o resto for mantido constante, a reduzir a taxa de liberação. Isso, por sua vez tende a reduzir tanto o controle de erva daninha controle como lesão da cultura. No entanto, surpreendentemente descobriu-se que as microcápsulas da presente invenção fornecem lesão inicial de plantas de cultura mediante aplicação que é ainda menos do que seria esperado com base apenas em uma taxa de liberação mediada por tamanho de partícula. Acredita-se, sem estar ligado a qualquer teoria particular, que a combinação de

tamanho aumentado de partícula e as características de invólucro resultantes de um grande excesso de grupos de amina não reagida significativamente reduz a quantidade de herbicida que as plantas de cultura inicialmente estão expostas após aplicação pós-emergente, proporcionando desse modo segurança aprimorada de cultura e lesão minimizada de planta de cultura. Acredita-se que, em comparação com microcápsulas da técnica anterior, o invólucro flexível da presente invenção é resistente à ruptura de tal modo que a quantidade de herbicida à qual as plantas de cultura são inicialmente expostas mediante aplicação de uma formulação herbicida contendo as microcápsulas é reduzida. Além disso ou, em alternativa, acredita-se que a parede do invólucro das microcápsulas seja caracterizada por fenda reduzida que diminui o vazamento e fluxo de herbicida através da parede do invólucro. Além disso, a otimização da relação do peso do núcleo para o invólucro e a relação de peso do herbicida de núcleo para o diluente (solvente) pode afetar ainda mais a taxa de liberação e alcançar os objetivos da presente invenção.

[000125] O perfil de taxa de liberação para efeitos de estimar o potencial de lesão de cultura do ativo herbicida de uma população de microcápsulas herbicidas da presente invenção pode ser medido em laboratório utilizando um equipamento de teste de dissolução agitado conhecido na arte, como um SOTAX AT-7 (SOTAX Corporation; Horsham, PA 19044) ou um HANSON SR8-PLUS (disponível a partir da Hitachi). No protocolo de método de taxa de dissolução da presente invenção, está preparada uma pasta aquosa consistindo em 1% em peso do ingrediente ativo do herbicida de acetamida encapsulado em meio aquoso, consistindo em água deionizada. Por exemplo, uma pasta aquosa de 100 mL deve conter um total de cerca de 1 grama de herbicida de acetamida. Para microcápsulas que incluem 50% em peso por acetamida, a pasta aquosa, portanto, conteria 2% em peso das

microcápsulas. A pasta aquosa é colocada em uma célula do aparelho de teste de dissolução e agitada à temperatura de 25°C. A pasta aquosa é agitada em uma taxa suficiente para manter as partículas de microcápsula em suspensão durante todo o teste sem ruptura mecânica das partículas de microcápsula. Por exemplo, no caso de um equipamento de teste de dissolução agitado SOTAX AT-7, o agitador é girado em cerca de 150 RPM. Alíquotas são removidas periodicamente para determinar a concentração de herbicida, por exemplo, 0, 1, 2, 4, 6 e 24 horas. Cada alíquota é filtrada através de um filtro de seringa (acetato de celulose TARGET 0,2 µm, ThermoFisher Scientific) para remover qualquer cápsulas. A solução resultante é, então, analisada para o ativo por métodos analíticos padrão conhecidos na arte, tais como, por exemplo, HPLC.

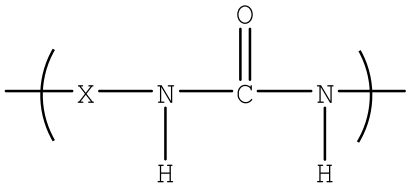
[000126] De acordo com o método descrito neste documento para determinar o perfil de taxa de liberação e com base em evidências experimentais, acredita-se que boa segurança de cultura se correlaciona com uma herbicida de acetamida encapsulada contida com um invólucro de permeabilidade limitada onde uma concentração de herbicida de acetamida (por exemplo, acetocloro) na alíquota de teste às 6 horas é inferior a cerca de 100 ppm (cerca de 1% do total de acetamida) e uma concentração de acetamida em alíquota de teste em 24 horas é menos do que aproximadamente 150 ppm (1,5% do total de acetamida. De preferência, a concentração de acetamida na alíquota de teste às 6 horas é inferior a cerca de 75 ppm (0,75% do total de acetamida), e a concentração de acetamida em alíquota de teste em 24 horas é inferior a cerca de 125 ppm (1,25% do total de acetamida). Mais preferivelmente, a concentração de acetamida em alíquota de teste às 6 horas é inferior a cerca de 60 ppm (0,60% do total acetamida) e menos do que 100 ppm (1,00% do total de acetamida) para alíquota de teste em 24 horas. Ainda mais preferivelmente, a concentração de acetamida

em alíquota de às 6 horas é inferior a cerca de 50 ppm (0,50% do total de acetamida) e menos de cerca de 75 ppm (0,75% do total de acetamida) na alíquota de teste em 24 horas. Foi observado que microcápsulas herbicidas tendo perfis de taxa de liberação com os parâmetros descritos acima geralmente fornecem tanto segurança comercialmente aceitável como eficácia de plantas em ervas daninhas. Em comparação, uma amostra do herbicida DEGREE, uma formulação de Acetocloro microencapsulada comercialmente disponível. disponível da Monsanto Company, normalmente libera de cerca de 125 ppm a cerca de 140 ppm em alíquota às 6 horas e cerca de 200 ppm (perto de saturação) na alíquota às 24 horas.

[000127] Preparação de herbicidas de acetamida encapsulado da presente invenção é descrita com mais detalhes abaixo.

Encapsulamento de acetamida

[000128] Os invólucros de polímero de poliuréia da presente invenção incluem uma unidade de repetição tendo a estrutura geral (I):



Structure (I)

onde X representa geralmente alguma parte ou partes, das unidades de repetição que, conforme definido mais pormenorizadamente aqui abaixo, podem ser selecionados independentemente de um número de diferentes entidades (por exemplo, ligadores de hidrocarbileno diferentes, tais como grupos de ligação aromáticos, alifáticos e cicloalifáticos e frações tendo combinações de grupos de ligação aromáticos, alifáticos e cicloalifáticos). O invólucro encapsula um material de núcleo contendo acetamida tal que, uma vez iniciada, difusão molecular de acetamida através da parede do invólucro é preferivelmente o mecanismo de liberação predominante (como descrito

adicionalmente em outro lugar neste documento). Assim, o invólucro de preferência é estruturalmente intacto; ou seja, o invólucro é preferivelmente não mecanicamente prejudicado ou quimicamente desgastado, a fim de permitir que a acetamida libere por um mecanismo de fluxo. Além disso, o invólucro é, de preferência, substancialmente isento de defeitos, como microporos e fissuras, de um tamanho que permitiria que o material de núcleo fosse liberado por fluxo. microporos e fissuras podem se formar se gás for gerado durante uma reação que forma parede de microcápsula. Por exemplo, a hidrólise de um isocianato gera dióxido de carbono. Por conseguinte, as microcápsulas da presente invenção são preferivelmente formadas em uma reação de polimerização interfacial na qual condições são controladas para minimizar a hidrólise *in situ* de reagentes de isocianato. As variáveis de reação que preferivelmente podem ser controladas para minimizar a hidrólise de isocianato incluem, mas não estão limitadas a: seleção de reagentes de isocianato, temperatura de reação e reação na presença de um excesso de equivalentes molares de amina em relação a equivalentes molares de isocianato.

[000129] Como usado neste documento, "fluxo" do material de núcleo da microcápsula geralmente se refere a um fluxo de material que drena ou escapa através de uma abertura estrutural na parede do invólucro. Em contraste, "difusão molecular" geralmente se refere a uma molécula de, por exemplo, uma acetanilida, que é absorvida da parede do invólucro à superfície interior da parede e dessorvida da parede do invólucro à superfície exterior da parede.

[000130] Conforme descrito acima, o polímero de poliuréia é preferencialmente o produto de uma reação entre um componente de poliamina compreendendo uma poliamina principal (e poliamina auxiliar opcional) tendo dois ou mais grupos amino por molécula e um componente de poli isocianato que inclua pelo menos um poliisocianato

com dois ou mais grupos de isocianato por molécula. Em algumas modalidades, pelo menos um poliisocianato compreende uma mistura de dois ou mais poliisocianatos. Em algumas modalidades preferenciais, a mistura de poliisocianatos compreende pelo menos um diisocianato, isto é, ter dois grupos de isocianato por molécula e pelo menos um triisocianato, com três grupos de isocianato por molécula. De preferência, nem a amina principal nem a amina auxiliar é o produto de uma reação de hidrólise envolvendo qualquer um dos poliisocianatos com os quais eles reagem para formar o polímero de poliuréia. Mais preferivelmente, a parede do invólucro é substancialmente livre de um produto da reação de um poliisocianato com uma amina gerada pela hidrólise do poliisocianato. Esta polimerização *in situ* de um isocianato e sua amina derivada é menos preferida por uma variedade de razões descritas em outros lugares neste documento.

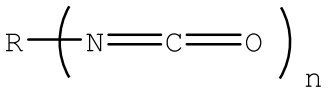
[000131] A parede do invólucro das microcápsulas pode ser considerada "semipermeável," que, neste documento, geralmente se refere a uma microcápsula tendo uma meia-vida que é intermediária entre a liberação de uma microcápsula substancialmente impermeável e uma microcápsula que basicamente permite a liberação imediata do material de núcleo (ou seja, uma microcápsula tendo uma meia-vida de menos de 24 horas, cerca de 18 horas, cerca de 12 horas ou até mesmo cerca de 6 horas). Por exemplo, uma microcápsula "semipermeável" pode uma meia-vida que é de cerca de 5 a cerca de 150 dias, cerca de 10 a cerca de 125 dias, cerca de 25 a cerca de 100 dias, ou cerca de 50 a cerca de 75 dias.

Polisocianatos

[000132] O invólucro de polímero de poliuréia ou parede das microcápsulas pode ser formado usando um ou mais poliisocianatos, ou seja, tendo dois ou mais grupos de isocianato por molécula. Em algumas modalidades, a parede do invólucro de poliuréia é formada

usando uma mistura de pelo menos dois poliisocianatos. Em uma modalidade preferencial, a parede do invólucro de poliuréia é formada em uma reação de polimerização interfacial usando pelo menos um diisocianato e pelo menos um triisocianato.

[000133] Poliisocianatos para uso na formação da parede do invólucro da presente invenção tem a seguinte estrutura geral (II):

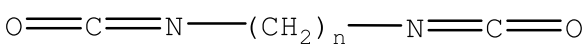


Structure (II)

onde n é um número inteiro que é pelo menos 2, tais como de 2 a 5, de 2 a 4 e de preferência é 2 ou 3; e R é um grupo vinculando a 2 ou mais grupos de isocianato juntos, incluindo quaisquer grupos aromáticos, alifáticos, ou cicloalifáticos ou combinações de quaisquer grupos aromáticos, alifáticos, ou cicloalifáticos, que são capazes de ligar os grupos isocianato juntos.

[000134] Uma grande variedade de diisocianatos alifáticos, diisocianatos cicloalifáticos e diisocianatos aromáticos (onde X é dois na estrutura (II)) pode ser empregada, por exemplo, podem ser empregados diisocianatos contendo um segmento alifático e/ou que contenham um segmento de anel cicloalifático ou em um segmento de anel aromático na presente invenção também.

[000135] Diisocianatos alifáticos gerais incluem aqueles com a seguinte estrutura geral (III):

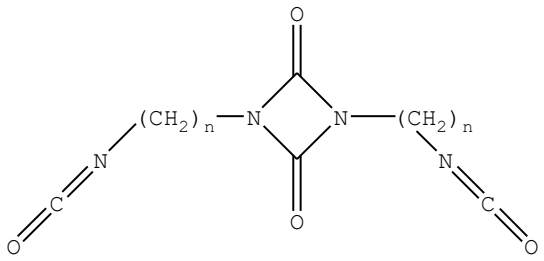


Structure (III)

onde n é um número inteiro com um valor médio de cerca de 2 a cerca de 18, de cerca de 4 a cerca de 16, ou aproximadamente 6 a cerca de 14. De preferência, n é seis, ou seja, 1,6-hexametileno diisocianato. O peso molecular de 1,6-hexametileno diisocianato é cerca de 168,2 g/mol. Uma vez que 1,6-hexametileno diisocianato dispõe de 2 grupos

de isocianato por molécula, seu peso equivalente é aproximadamente 84,1 g/mol. O peso equivalente do poliisocianato geralmente é definido como o peso molecular dividido pelo número de grupos funcionais por molécula. Como mencionado acima, em algumas poliisocianatos, o peso equivalente efetivo pode diferir do peso equivalente teórico, alguns dos quais são identificados neste documento.

[000136] Em certas modalidades, diisocianatos alifáticos incluem dímeros de diisocianatos, por exemplo, um dímero tendo a seguinte estrutura (IV):



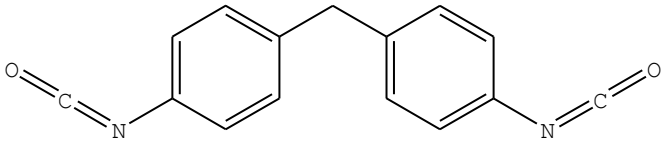
Structure (IV)

onde n é um número inteiro com um valor médio de cerca de 2 a cerca de 18, de cerca de 4 a cerca de 16, ou aproximadamente 6 a cerca de 14. De preferência, n é seis, ou seja, estrutura (IV) é um dímero de 1,6-hexametileno diisocianato (peso molecular 339,39 g/mol; peso equivalente = 183 g/mol).

[000137] Uma grande variedade de diisocianatos cicloalifáticos e aromáticos pode ser utilizada também. Em geral, diisocianatos aromáticos incluem aqueles diisocianatos em que o grupo de ligação R contém um anel aromático, e um diisocianato cicloalifático inclui os diisocianatos onde o grupo de ligação R contém um anel cicloalifático. Normalmente, a estrutura de grupo R em diisocianatos aromáticos e cicloalifáticas contém mais frações do que apenas um anel aromático ou cicloalifático. A nomenclatura aqui é usada para classificar os diisocianatos.

[000138] Certos diisocianatos aromáticos comercialmente disponíveis incluem dois anéis de benzeno, que podem ser diretamente ligados uns

aos outros ou conectados por meio de um grupo de ligação alifático tendo de um a quatro átomos de carbono. tal diisocianato aromático é 4, 4'-diisocianato difenilmetano (metano bis (4-isocianatofenil) (Peso Molecular = 250,25 g/mol; peso equivalente = 125 g/mol) com a seguinte estrutura (V):

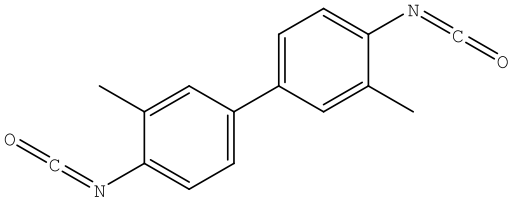


Structure (V)

.

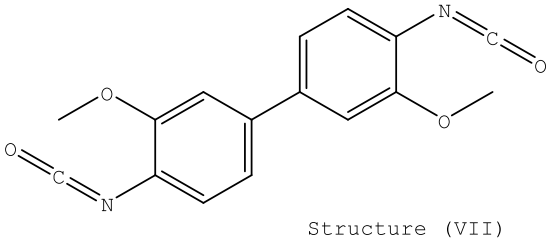
[000139] Diisocianatos aromáticos tendo estruturas similares a estrutura (V) incluem 2,4'-diisocianato difenilmetano (Peso Molecular = 250,25 g/mol; peso equivalente = 125 g/mol) e 2, 2'-diisocianato difenil metano (Peso Molecular = 250,25 g/mol; peso equivalente = 125 g/mol).

[000140] outros diisocianatos aromáticos, em que os anéis de benzeno são diretamente ligados uns aos outros, 4,4'-diisocianato - 1,1'-bifenil e 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetil-1,1'-bifenil (Peso Molecular = 264,09 g/mol; peso equivalente = 132 g/mol), que tem a seguinte estrutura (VI):



Structure (VI)

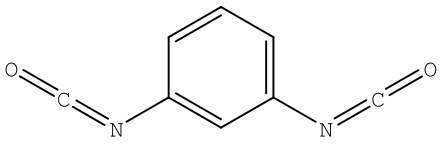
[000141] Ainda outro diisocianato aromático é diisocianato dianisidina (4,4'-diisocianato - 3,3'-dimetoxibifenil) (Peso Molecular = 296 g/mol; peso equivalente = 148 g/mol) tendo a seguinte estrutura (VII):



Structure (VII)

[000142] Certo diisocianato aromático comercialmente disponível

inclui um único anel de benzeno. Os grupos de isocianato podem ser diretamente ligados ao anel de benzeno ou podem ser ligados através de grupos alifáticos tendo de um a quatro átomos de carbono. Um diisocianato aromático tendo um único anel de benzeno é meta-fenileno diisocianato (1,3-diisocianatobenzeno) (Peso Molecular = 160,1 g/mol; peso equivalente = 80 g/mol) tendo a estrutura (VIII):

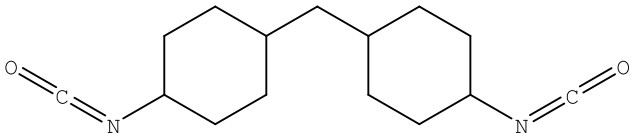


Structure (VIII)

[000143] Diisocianatos aromáticos similares incluem diisocianato para-fenileno (Peso Molecular = 160,1 g/mol; peso equivalente = 80 g/mol), diisocianato 2,4-tolueno (2,4-diisocianato-1-metilbenzeno) (Peso Molecular = 174,2 g/mol; peso equivalente = 85 g/mol), diisocianato 2,6-tolueno (Peso Molecular = 174,2 g/mol; peso equivalente = 85 g/mol) e 2,4,6-triisopropil-m-fenileno isocianato. Diisocianatos semelhantes tendo grupos alifáticos ligando os isocianatos ao anel de benzeno incluem diisocianato 1,3-xilileno, diisocianato 1,4-xilileno, tetrametil-meta-xilileno diisocianato, tetrametil-para-xilileno diisocianato e meta-tetrametilxileno diisocianato (1,3-bis(2-isocianatopropan-2-il)benzeno).

[000144] Diisocianato cicloalifático pode incluir um ou mais grupos de anel cicloalifático tendo de quatro a cerca de sete átomos de carbono. Normalmente, o anel cicloalifático é um anel de ciclo-hexano. Um ou mais anéis de ciclo-hexano podem ser ligados diretamente entre si ou através de um grupo de ligação alifático tendo de um a quatro átomos de carbono. Além disso, os grupos de isocianato podem ser ligados diretamente ao anel cicloalifático ou podem ser ligados através de um grupo alifático tendo de um a quatro átomos de carbono. Um exemplo um isocianato cicloalifático é um 4, 4'--diisocianato diciclohexilo metano (bis(4-isocianatociclohexil)metano) tais como Desmodur W (km) com a

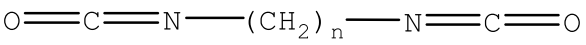
estrutura (IX):



Structure (IX)

.

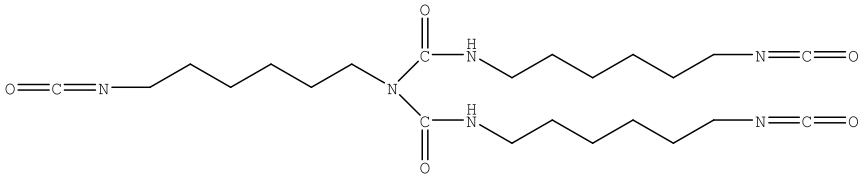
[000145] Desmodur w tem um peso molecular aproximado de 262,35 e um peso equivalente aproximado de 131,2 g/mol. Diisocianatos cicloalifáticos adicionais incluem ciclohexano 1,3-bis (isocianatometil) e diisocianato isoforona (5-isocianato-1-(isocianatometil)-1,3,3-trimetilciclohexano). Certos triisocianatos alifáticos incluem, por exemplo, adutos trifuncionais derivados de diisocianatos alifáticos lineares. O diisocianato alifático linear pode ter a seguinte estrutura (III):



Structure (III)

onde n é um número inteiro com um valor médio de cerca de 2 a cerca de 18, de cerca de 4 a cerca de 16, ou aproximadamente 6 a cerca de 14. Um diisocianato alifático linear particularmente preferido de estrutura (III) útil para preparar triisocianatos alifáticos é um trímero do diisocianato de hexametileno-1,6. O triisocianato alifático pode ser derivado de isocianato alifático sozinho, ou seja, dímeros, trímeros, etc., ou eles podem ser derivados de uma reação entre o isocianato alifático de estrutura (I) e um reagente de acoplamento como água ou um triol de baixo peso molecular como trimetilolpropano, trimetiloletano, glicerol ou hexanotriol.

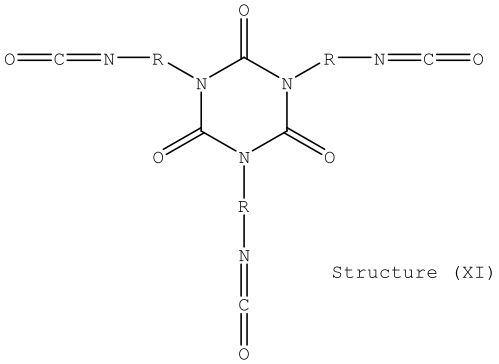
[000146] Um triisocianato alifático exemplar, onde n é 6, é o aduto que contém biureto (ou seja, trímeros) de hexametileno-1,6-diisocianato correspondente à estrutura (X):



Structure (X)

[000147] Este material está disponível comercialmente sob o nome comercial de Desmodur N3200 (km) ou HDB Tolonate (Rhone-Poulenc). Desmodur N3200 tem um peso molecular aproximado de 478,6 g/mol. O Desmodur N3200 comercialmente disponível tem um peso equivalente aproximado de 191 g/mol (peso equivalente teórico é 159 g/mol).

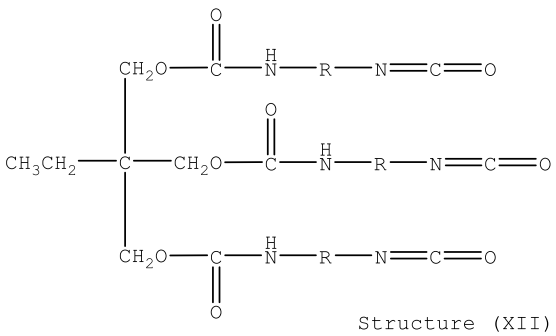
[000148] Outro triisocianato alifático derivado de isocianato alifático de estrutura (III) corresponde à estrutura geral seguinte:



Structure (XI)

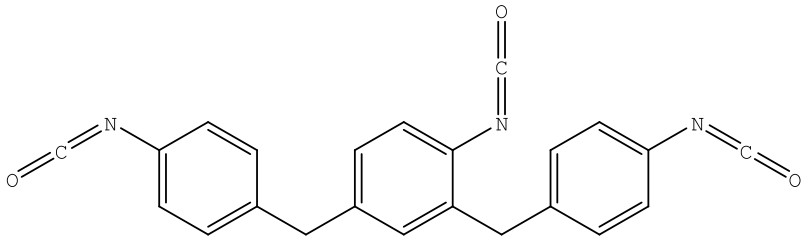
[000149] Um triisocianato alifático específico da estrutura acima em que os grupos de R são lineares de hidrocarbonetos com seis átomos de carbono (trímeros de hexametileno-1,6-diisocianato) tendo o trímero de isocianurato do nome HDI, que está disponível comercialmente sob os nomes comerciais Desmodur N3300 (km) ou Tolonate HDT (Rhone-Poulenc). Desmodur N3300 tem um peso molecular aproximado de 504,6 g/mol e um peso equivalente de 168,2 g/mol.

[000150] Outro triisocianato alifático exemplar é o aduto de triisocianato de trimetilolpropano e hexametileno-1,6-diisocianato correspondente à estrutura (XII):



Structure (XII) .

[000151] Triisocianatos aromáticos com uma fração aromática também são úteis para a presente invenção, incluindo, por exemplo, aqueles que contêm ou incluem polimetilenepolifenil poliisocianato (CAS # 9016-87-9, 4,4'-(4-isocianato-1,3-fenileno) bis(metileno) s(isocianatobenzeno)) com a estrutura (XIII):



Structure
(XIII)

[000152] Isocianatos com uma fração aromática podem ter uma tendência a ser submetidos à hidrólise in situ a uma taxa maior do que isocianatos alifáticos. Uma vez que a taxa de hidrólise é reduzida em temperaturas mais baixas, reagentes de isocianato são preferivelmente armazenados em temperaturas não superiores a cerca de 50°C, e reagentes de isocianato com uma fração aromática são preferivelmente armazenados a temperaturas não superiores a cerca de 20 °C a aproximadamente 25 °C e sob uma atmosfera seca.

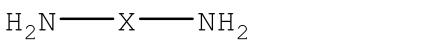
[000153] Ainda outros poliisocianatos incluem adutos de diisocianato tolueno com trimetilolpropano, diisocianato xileno e polióis terminados com poliisocianato polimetilenepolifenil.

[000154] Deve ser observado que a seleção de poliisocianato, ou a mistura de poliisocianatos, a ser usada pode ser determinada experimentalmente usando meios conhecidos na arte (ver, por exemplo, a patente norte-americana no. 5.925.595, cujo teor integral está incorporado aqui para todos os fins). No caso de uma mistura de um triisocianato e um diisocianato ser usada, a relação do triisocianato para o diisocianato, em uma base equivalente de isocianato, é entre aproximadamente 90:10 e 30:70.

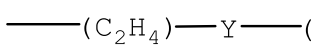
Aminas

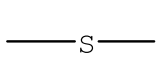
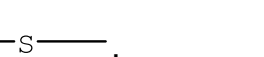
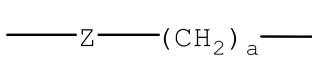
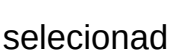
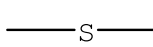
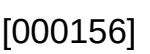
Aminas principais

[000155] Em alguns modalidades preferidas da presente invenção, o componente de poliamina consiste essencialmente de Amina principal. Dito de forma similar, em algumas modalidades, o componente de amina é uma amina principal na ausência de uma ou mais aminas auxiliares. Os polímeros de poliuréia, dos quais a parede do invólucro de microcápsula é preparada ou formada, podem incluir uma amina ou precursor de polifuncional (por exemplo, monômero). Entre as aminas ou aminas polifuncionais que podem ser empregadas para preparar uma microcápsula preferida da presente invenção estão, por exemplo, alquilaminas lineares ou polialquilaminas, tendo a estrutura geral:



Structure (XIV)

em que "X" é selecionado do grupo que consiste em  e ;

"a" é um número inteiro tendo um valor de aproximadamente 1 a aproximadamente 8, 2 a aproximadamente 6, ou aproximadamente 3 a aproximadamente 5; e "Y" é selecionado do grupo que consiste em , , e , em que "b" é um número inteiro tendo um valor de 0 a 4, ou de 1 a 3, "a" é como definido acima, e "Z" é selecionado do grupo que consiste em , , e .

[000156] Os exemplos de tais aminas ou aminas polifuncionais que normalmente podem ser empregadas na presente invenção incluem polietilenoaminas substituídas e não substituídas, tais como (i) aminas da estrutura $NH_2(CH_2CH_2NH)_mCH_2CH_2NH_2$, onde m é 1 a 5, 1 a 3 ou 2, (ii) dietileno triamina (peso molecular = 103,17 g/mol, peso equivalente = 34,4 g/mol) e (iii) o trietileno glicol tetramina (peso molecular = 146,23 g/mol peso equivalente = 36,6 g/mol), bem como polipropileniminas

substituídas e não substituídas. No entanto, deve ser observado que outras aminas polifuncionais substituídas e não substituídas similares também são úteis, incluindo, por exemplo, iminobispropilamine, triamina bis (hexametileno), cistamina, diamina de trietilenoglicol glicol (por exemplo, Jeffamine EDR-148 de Huntsman Corp., Houston, TX) e as diaminas de alquila, triamina e tetramina tendo uma cadeia principal de alquil de cerca de 2 a cerca de 6, ou cerca de 2 a cerca de 4, carbonos de comprimento (por exemplo, a partir de etileno diamina até diamina de hexametileno, triamina ou tetramina, com um número reduzido de carbonos geralmente sendo preferidos e/ou tetraminas normalmente sendo preferido em relação à triaminas). A principal poliamina pode incluir uma ou mais de qualquer das aminas descritas acima, tendo a estrutura geral (XIV). Entre as aminas preferidas estão incluídos, por exemplo, polietilenoamina substituída ou não substituída, polipropilenoamina, dietileno triamina e trietileno tetramina.

B. aminas auxiliares

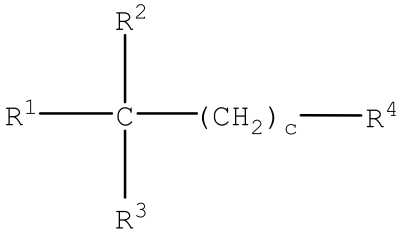
[000157] Em algumas modalidades opcionais da presente invenção, o componente de poliamina compreende uma amina principal e um ou mais aminas auxiliares. Onde o componente de poliamina compreende uma amina principal e uma amina auxiliar, a permeabilidade da parede do invólucro, ou a taxa de liberação do material de núcleo, pode ser afetada, por exemplo, variando as quantidades relativas de 2 ou mais aminas usadas na reação de polimerização que forma a parede do invólucro (ver, por exemplo, Pub. De patente norte-americana N.º 2004/0137031 A1, cujo teor integral é incorporado a título de referência neste documento). Por conseguinte, além das aminas principais expostas acima, aminas auxiliares, tais como um polialquilenoamina ou um aduto de amina epóxi, pode ser opcionalmente incluído em combinação com a amina principal para fornecer microcápsulas tendo uma taxa de permeabilidade ou liberação de parede de invólucro

alterada, em comparação com uma parede do invólucro preparada a partir de uma fonte de Amina que consiste essencialmente em uma amina principal, além de permeabilidade transmitida ao mesmo após a ativação da microcápsula (por exemplo, por clivagem do grupo de bloqueio a partir da espinha dorsal de polímero).

[000158] Esta permeabilidade, ou taxa de liberação, pode mudar (por exemplo, aumentar) à medida que a relação da amina auxiliar para uma amina principal aumenta. Deve ser observado, no entanto, que em alternativa ou adicionalmente, conforme descrito em mais detalhes em outro lugar neste documento, a taxa de permeabilidade pode ser ainda mais otimizada, por alterar a composição de parede de invólucro por, por exemplo, (i) o tipo de isocianato empregado, (ii) uso de uma mistura de isocianatos, (iii) uso de uma amina tendo o comprimento da cadeia de hidrocarbonetos adequado entre os grupos amino, e/ou (iv) variação das razões de componentes de parede de invólucro e componentes de núcleo, tudo conforme determinado, por exemplo, usando experimentalmente, meios padrão na técnica.

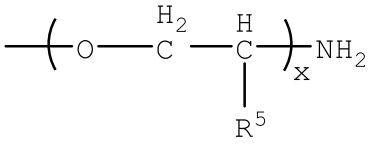
[000159] Em algumas modalidades, a amina auxiliar ou de alteração de permeabilidade pode ser um polialquilenoamina preparada por reagir um óxido de alquileno com um diol ou triol para produzir um intermediário de óxido de polialquileno terminado com hidroxila, seguido por aminação dos grupos hidroxila terminal.

[000160] Como alternativa, a amina auxiliar pode ser um polieteramina (também denominado um polioxialquileneamina, como por exemplo polioxipropilenetri - ou diamina e polioxietilenetri - ou diamina) com a seguinte estrutura (XV):

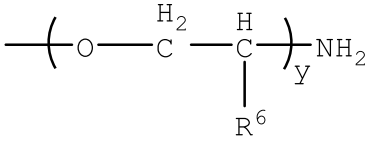


Structure (XV)

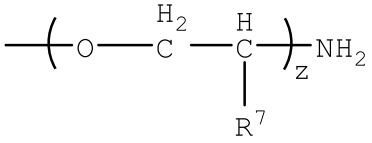
[000161] Em que: c é um número com um valor de 0 ou 1; "R^1" é selecionado a partir do grupo constituído por hidrogênio e $CH_3(CH_2)_d$-; "d" é um número com um valor de 0 a aproximadamente 5; "R^2" e "R^3" são



e



respectivamente; "R^4" é selecionado do grupo consistindo em hidrogênio e;



onde "R^5", "R^6" e "R^7" independentemente são selecionados de um grupo constituído por hidrogênio, metil e etil; e "x", "y" e "z" são números cujo total varia de aproximadamente 2 a cerca de 40, ou cerca de 5 a 30 ou cerca de 10 a cerca de 20.

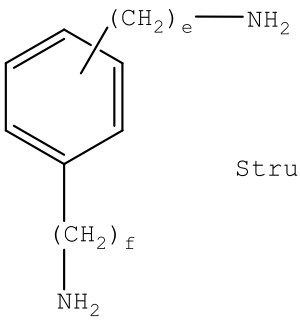
[000162] Em algumas modalidades, o valor de x + y + z é preferivelmente não mais do que cerca de 20, ou mais preferivelmente não mais do que cerca de 15 ou até mesmo cerca de 10. Os exemplos de compostos de amina auxiliar úteis tendo esta fórmula aminas da série Jeffamine ED (Huntsman Corp., Houston, TX). Uma de tais aminas preferidas é Jeffamine T-403 (Huntsman Corp., Houston, TX), que é um composto de acordo com esta fórmula em que c, g e h são cada 0, R1 é CH_3CH_2 (ou seja, $CH_3(CH_2)$d, onde d é 1), R_5, R_6 e R_7 são cada, um grupo de metila e o valor médio do x + y + z é de cerca 5 e cerca de 6.

[000163] Verificou-se que a reação de uma amina polifuncional com um composto funcional epóxi produz adutos de epóxi-amina que

também são úteis como aminas auxiliares. adutos de epóxi-amina geralmente são conhecidos na arte. (Ver, por exemplo, Lee, Henry e Neville, Kris, Aliphatic primary amines and their modifications as epoxy-resin curing agents in Handbook of epoxy resins, pág. 7-1 a 7-30, McGraw-Hill Book Company (1967).) De preferência, o aduto tem uma solubilidade em água conforme descrito para aminas em outro lugar aqui. De preferência, a amina polifuncional que é reagida com um epóxi para formar o aduto é uma amina como anteriormente exposta acima. Mais preferivelmente, Amina polifuncional é dietilenotriamina ou etilenodiamina. Epóxis preferidos incluem óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de estireno e óxido de ciclo-hexano. éter diglicidil de bisfenol A (CAS # 1675-54-3) é um precursor de aduto útil quando reagido com uma amina em uma razão de amina para grupo de epóxi preferivelmente de pelo menos, cerca de 3 a 1.

[000164] Deve ser observado, no entanto, que a permeabilidade também pode ser diminuída em alguns casos pela adição de uma amina auxiliar. Por exemplo, é sabido que a seleção de certas aminas contendo anel como a Amina auxiliar ou de alteração de permeabilidade é útil no fornecimento de microcápsulas com taxas de liberação que diminuem à medida que a quantidade de tal uma amina aumenta, um em relação ao outro, amina(s) principais no mesmo. Preferivelmente, a amina auxiliar é um composto selecionado do grupo constituído por aminas cicloalifáticas e aminas arilalquil. Aminas aromáticas, ou aquelas que têm o nitrogênio de um grupo amina ligado a um carbono do anel aromático, podem não ser universalmente adequadas. Exemplares, e em algumas modalidades preferidas, aminas cicloalifáticas incluem 4,4'-diamina de metano, 1,4-ciclohexanobis(metilamina) e isoforona diaminodiciclohexila (5-Amino-1,3,3-trimetilciclohexanemetilamina; peso molecular = 170,30 g/mol; peso equivalente = 85,2 g/mol). Exemplares, e em algumas

modalidades preferidas, aminas arilalquil têm a estrutura da seguinte estrutura (XVI):



Structure (XVI)

onde "e" e "f" são números inteiros com valores que independentemente variam de cerca de 1 a cerca de 4, ou cerca de 2 a cerca de 3. Meta-xilileno diamina, de Mitsubishi Gas Co., Tóquio, JP, é um exemplo uma amina arilalquil preferida (peso molecular = 136,19 g/mol; peso equivalente = 68,1 g/mol). Outro exemplo é para xililenediamina. Poliaminas de aril alquil substituídas por Alquil incluem 2,3,5,6-tetrametil-1,4-xililenediamina e 2,5-dimetil-1,4-xililenodiamina.

C. Propriedades de Amina

[000165] De preferência, a amina principal (e poliamina auxiliar opcional) tem pelo menos dois grupos amino ou funcionalidades, e ainda mais preferivelmente, a amina dispõe de pelo menos três grupos amino. Sem ser ligada a qualquer teoria particular, geralmente se acredita que em uma polimerização interfacial conforme descrito neste documento, a funcionalidade efetiva de uma amina polifuncional é normalmente limitada a apenas ligeiramente superior a cerca de 2 e menos de cerca de 4. Acredita-se que isso seja devido a fatores estéricos, que normalmente impedem significativamente mais do que cerca de 3 grupos amino no precursor de parede de invólucro de amina polifuncional de participar na reação de polimerização.

[000166] Deve ser observado ainda que o peso molecular de monômero de Amina, que pode ou não pode possuir um grupo de bloqueio de amina no mesmo, é preferencialmente menos de cerca de 1000 g/mol, e em algumas modalidades mais preferivelmente é menos

de cerca de 750 g/mol ou mesmo 500 g/mol. Por exemplo, o peso molecular de monômero de Amina, que pode ou não ter uma ou mais funcionalidades de amina de bloco no mesmo, pode variar de cerca de 75 g/mol a menos de cerca de 750 g/mol, ou de cerca de 100 g/mol a menos de cerca de 600 g/mol, ou a partir de cerca de 150 g/mol a menos de cerca de 500 g/mol. Pesos equivalentes (o peso molecular dividido pelo número de grupos funcionais de aminas) variam geralmente de cerca de 20 g/mol a cerca de 250 g/mol, tais como cerca de 30 g/mol a cerca de 125 g/mol. Sem se limitar a uma teoria particular, geralmente se acredita que impedimento estérico é um fator limitante aqui, dado que moléculas maiores podem não ser capazes de difundir através da parede do proto-invólucro de formação prematura para alcançar e reagir até conclusão com o monômero de isocianato no núcleo durante a polimerização interfacial.

Composição do Material de núcleo

[000167] Dito em termos gerais, materiais de núcleo herbicida, úteis incluem aqueles que são um líquido monofásico em temperaturas de menos de cerca de 80°C. De preferência, o material de núcleo é um líquido a temperaturas de menos de cerca de 65°C. Mais preferivelmente, o material de núcleo é um líquido a temperaturas de menos de cerca de 50°C. O material do núcleo pode também incluir sólidos suspensos em uma fase líquida. Se líquidos ou sólidos em uma fase líquida, o material de núcleo tem preferivelmente uma viscosidade tal que facilmente flui para facilitar o transporte por bombeamento e para facilitar a criação de uma emulsão de óleo em água como parte do método para a preparação de microcápsulas aqui discutidas. Assim, o material de núcleo tem preferivelmente uma viscosidade de menos de cerca de 1000 centipoise (cps) (por exemplo, menos do que cerca de 900, 800, 700, 600 ou mesmo 500 cps) a temperatura na qual a emulsão é formada e a reação de polimerização ocorre, normalmente de cerca

de 25°C a cerca de 65°C, em geral, de cerca de 40°C a cerca de 60°C. De preferência, o material de núcleo é imiscível em água, uma propriedade que promove o encapsulamento pela polimerização interfacial. Imiscibilidade em água se refere a materiais que têm uma solubilidade relativamente baixa em água em aproximadamente 25°C, por exemplo, menos do que aproximadamente 500 mg/L, de preferência menos do que cerca de 250 mg/L, ainda mais preferivelmente menos de cerca de 100 mg/L. certos materiais de núcleo têm ainda solubilidade mais baixa em água, tais como acetocloro, que é inferior a 25 mg/L em 25°C. Em algumas modalidades preferidas, os materiais de núcleo herbicidas de acetamida apropriados para a prática da presente invenção incluem dimetenamida, napropamida, pronamida e acetanilida como acetocloro, Alaclor, butacloro, butenacloro, delacloro, Dietatil, dimetacloro, mefenacet, metazocloro, metolacloro, pretilacloro, Propacloro, propisocloro, prinacloro, terbucloro, tenilclor e xilacloro, misturas dos mesmos e estereoisômeros dos mesmos. herbicidas de acetamida preferidos incluem dimetenamida e dimetenamida-P e herbicidas de acetanilida preferidos incluem acetocloro, metolacloro e S-metolacloro.

[000168] O material do núcleo pode incluir vários compostos de liberação (por exemplo, uma acetamida e um ou mais aditivos compatíveis com este que atuam para reforçar a sua bioeficácia sobre as ervas daninhas e/ou reduzir lesão de cultura). Por exemplo, em algumas modalidades, o material de núcleo, opcionalmente, compreende um agente de proteção. Agentes de proteção adequados incluem, por exemplo, furilazol ((RS)-3-(dicloroacetil)-5-(2-furanil) -2,2-dimetil-1,3-oxazolidina 95%), comercialmente disponível da empresa Monsanto; AD 67 (4-(dicloroacetil)-1-oxa-4-azaspiro[4, 5] decano); benoxacor (CGA 154281, (*RS*)-4-dicloroacetil-3,4-diidro-3-metil-2*H*-1,4-benzoxazina); cloquintocet-mexil (CGA 184927, de ácido acético (5-cloroquinolin-8-

iloxi)); ciometrinil (CGA 43089, (*Z*)-cianometoxiimino(fenil)acetonitrila); ciprosulfamida (*N*-[4-(ciclopropilcarbamoíl)fenilsulfonil]-*o*-anisamida); dichlormid (DDCA, R25788, N, N-dialilo-2, 2-dicloroacetamida); diciclonon ((*RS*) -1-dicloroacetil-3,3,8a-trimetilperidropirrolo [1,2-*a*]pirimidin-6-um); dietolato (*O, O*-dietilo *O*-fosforotiotato fenil) fenchlorazol-etílico (HOE 70542, 1-(2,4-diclorofenil)-5-triclorometil-1*H*-1,2,4-triazol-3-carboxílico); fenclorim (CGA 123407 4, 6-dicloro-2-fenilpirimidina); flurazol (benzil 2-cloro-4-trifluorometil-1,3-tiazol-5-carboxilato); fluxofenim (CGA 133205, 4'-cloro-2,2,2-trifluoroacetofenona (*EZ*)-*O*-1,3-dioxolan-2-ilmetiloxime); isoxadifen (ácido 4,5-diidro-5,5-difenil-1,2-oxazol-3-carboxílico); mefenpyr (ácido (*RS*)-1-(2,4-diclorofenil)-5-metil-2-pirazolina-3,5-dicarboxílico); mefenato (4-clorofenil metilcarbamato); MG 191; anidrido naftálico; oxabetrinil (CGA 92194, (*Z*)-1,3-dioxolan-2-ilmetoxiimino(fenil)acetonitrila); e outros como são conhecidos na arte. Deve ser observado que as microcápsulas herbicidas, através da seleção de parâmetros de processamento e estruturais, obtêm segurança de cultura comercialmente aceitável mesmo na ausência de um agente de proteção. Portanto, o agente de proteção é um material de núcleo opcional.

[000169] Deve ser observado ainda, como descrito anteriormente, que o material de núcleo, opcionalmente, pode incluir um diluente. O diluente pode ser adicionado para alterar as características de parâmetro de solubilidade do material de núcleo para aumentar ou diminuir a taxa de liberação do ativo da microcápsula, uma vez iniciada a liberação. O conteúdo de diluente preferido no material de núcleo é como anteriormente descrito.

[000170] O diluente pode ser selecionado essencialmente de qualquer daqueles conhecidos na arte. a compatibilidade do diluente com o material de núcleo (por exemplo, o ativo de acetamida) e/ou a parede do invólucro pode ser determinada, por exemplo, experimentalmente, usando meios padrão na arte (ver, por exemplo, a Pub. de patente norte-

americana N.º 2004/0137031 A1 e patente norte-americana no. 5.925.595, cujo teor integral está incorporado aqui para todos os efeitos relevantes). Os diluentes exemplares incluem, por exemplo: compostos de bifenil substituídos por alquil (por exemplo, SureSol 370, comercialmente disponível de Koch Co.); óleo parafínico normal (por exemplo, NORPAR 15, comercialmente disponível a partir do Exxon); óleo mineral (por exemplo, ORCHEX 629, comercialmente disponível a partir do Exxon); óleos de isoparafina (por exemplo, ISOPAR V e ISOPAR L, comercialmente disponível a partir do Exxon); fluidos alifáticos ou óleos (por exemplo, EXXSOL D110 e EXXSOL D130, comercialmente disponível a partir do Exxon); acetatos de alquil (por exemplo, EXXATE 1000, anteriormente disponível comercialmente do Exxon); fluidos aromáticos ou óleos (A 200 comercialmente disponível a partir do Exxon); ésteres de citrato (por exemplo, Citroflex A4, comercialmente disponível de Morflex); e, fluidos plastificantes ou óleos usados, por exemplo, em plásticos (tipicamente ésteres com alto ponto de ebulição).

Preparação de microcápsulas e dispersões das mesmas.

[000171] Em geral, uma dispersão aquosa das microcápsulas da presente invenção pode ser produzida por uma reação de polimerização interfacial, continuamente ou em bateladas, em meios geralmente conhecidos na arte. No entanto, de preferência uma amina principal é polimerizada com um ou mais poliisocianatos na interface de uma emulsão de óleo em água. A fase descontínua de óleo (também mencionada neste documento como "fase interna") compreende preferivelmente um ou mais poliisocianatos e uma fase aquosa contínua (também aqui mencionada como "fase externa") compreende a amina principal. A fase de óleo ainda inclui um material de núcleo que preferencialmente compreende uma herbicida de acetamida como o ingrediente ativo. Em outras modalidades, quando mais de uma amina

é usada (por exemplo, uma amina principal e uma amina auxiliar), estas aminas podem ser reagidas em uma proporção tal que as microcápsulas tenham uma permeabilidade predeterminada com relação material de núcleo, antes da ativação ou adicionalmente após a ativação.

[000172] A este respeito deve ser observado que preferencialmente a amina não é o produto da hidrólise do isocianato. Em vez disso, é preferível que os reagentes sejam selecionados a partir, por exemplo, das aminas e poliisocianatos revelados em outro local aqui.

[000173] A emulsão de óleo em água preferencialmente é formada pela adição da fase de óleo à fase aquosa contínua na qual foi adicionado um agente emulsificante (por exemplo, previamente dissolvido no mesmo). O agente emulsificante é selecionado para atingir o tamanho de gotículas de óleo desejado na emulsão. O tamanho das gotas de óleo em emulsão é afetado por uma série de fatores, além do agente emulsificante empregado e determina o tamanho de microcápsulas formadas pelo processo, como descrito em outro lugar aqui. O agente emulsificante é preferivelmente um colóide protetor. Dispersantes poliméricos são preferidos como colóides protetores. Dispersantes poliméricos fornecem estabilização estérica a uma emulsão por adsorver para a superfície de uma gota de óleo e formar uma camada de alta viscosidade que impede que as gotas coalesçam. Dispersantes poliméricos podem ser tensoativos e são preferidos a tensoativos que não são poliméricos, pois compostos poliméricos formam um filme interfacial mais forte em torno das gotas de óleo. Se o colóide protetor for iônico, a camada formada ao redor de cada gota de óleo servirá também para impedir eletrostaticamente que gotas coalesçam. SOKALAN (BASF), um copolímero de acido maleico-olefinas, é um colóide protetor preferido, como Invalon e Lomar D (Cognis).

[000174] Outros colóides protetores úteis para esta invenção são

gelatina, caseína, álcool de polivinil, polímeros de poliviníl pirrolidona alquilada, copolímeros de éter de vinil metil-anidrido maleico, copolímeros de anidrido maleico-estireno, copolímeros ácido maleico-butadieno e diisobutileno, lignosulfonatos de sódio e cálcio, condensados de naftaleno sulfonado-formaldeído, amidos modificados e celulósicos modificados como hidroxietil ou hidroxipropil celulose e carboxi metil celulose.

[000175] Para preparar microcápsulas de diâmetro médio preferido, a seleção de um colóide protetor e as condições da etapa de emulsificação devem ser consideradas. Por exemplo, a qualidade da emulsão, e, portanto, o tamanho de microcápsulas produzidas, depende em certa medida da operação de agitação usada para transmitir energia mecânica para a emulsão. De preferência, a emulsificação é realizada com uma dispersora de alto cisalhamento. Geralmente, microcápsulas produzidas por este processo têm um tamanho aproximado pelo tamanho das gotas de óleo da qual eles se formaram. Portanto, a emulsão é geralmente misturada para criar gotas de óleo tendo um diâmetro médio preferivelmente de pelo menos aproximadamente 5 µm, mas normalmente menos de cerca de 15 µm.

[000176] O tempo que a emulsão permanece em uma zona de mistura de alto cisalhamento é preferencialmente limitado apenas ao tempo necessário para criar uma emulsão tendo o tamanho da gotícula desejado. Quanto mais tempo a emulsão permanecer na zona de mistura de alto, maior será o DEGREE ao qual o poliisocianato hidrolisará e reagirá *in situ*. Uma conseqüência da reação *in situ* é a formação prematura de paredes de invólucro. Paredes de invólucro formadas na zona de alto cisalhamento podem ser destruídos pelo aparelho de agitação, resultando em desperdício de matéria-prima e uma concentração inaceitavelmente elevada do material de núcleo não encapsulado na fase aquosa. Normalmente, a mistura das fases com

um misturador Waring por cerca de 45 segundos a cerca de 90 segundos, ou com uma dispersora em-linha de rotor/estator tendo um tempo de permanência em zona de cisalhamento de muito menos do que um segundo, é suficiente. Após a mistura, a emulsão é preferivelmente agitada suficientemente para manter um vórtice.

[000177] O tempo no qual a fonte de amina é adicionada à fase aquosa é uma variável de processo que pode afetar, por exemplo, a distribuição de tamanho de microcápsulas resultantes e o DEGREE ao qual hidrólise *in situ* ocorre. contatar a fase de óleo com uma fase aquosa que contém a fonte de Amina antes da emulsificação inicia alguma polimerização na interface de óleo/água. Se a mistura não foi emulsificada para criar gotículas tendo a distribuição de tamanho preferido, um número de efeitos desfavorecidos pode resultar, incluindo mas não limitado a: a reação de polimerização cria, de modo desperdiçado, polímero que não é incorporado às paredes do invólucro; microcápsulas de tamanho excessivo são formadas; ou, o processo de emulsificação subseqüente cisalha as microcápsulas que se formaram.

[000178] Em alguns casos, os efeitos negativos da adição de Amina prematura podem ser evitados por adição de uma forma não-reativa de Amina à fase aquosa e convertendo a Amina em sua forma reativa depois de emulsão. Por exemplo, a forma de sal de reagentes de Amina pode ser adicionada antes de emulsificação e posteriormente convertida em uma forma reativa, elevando o pH da emulsão após preparação. Este tipo de processo é revelado na patente norte-americana no. 4.356.108, que é aqui incorporada a título de referência na íntegra. No entanto, deve ser observado que o aumento do pH necessário para ativar sais de amina não pode exceder à tolerância de colóide protetor para oscilações de pH, caso contrário pode ser comprometida a estabilidade da emulsão.

[000179] Nesse sentido, pode ser preferível que a fonte de Amina seja

adicionada após a preparação da emulsão. Mais preferivelmente, a fonte de Amina pode ser adicionada, assim que for prático após uma emulsão adequada ter sido preparada. Caso contrário, a reação de hidrólise desfavorecida *in situ* pode ser facilitada enquanto a emulsão for desprovida de reagente de Amina, porque a reação do isocianato com água ocorre não verificada por qualquer reação de polimerização com aminas. Portanto, adição de Amina é preferivelmente iniciada e concluída assim que for prático após a preparação da emulsão.

[000180] Pode haver, no entanto, situações em que é desejável intencionalmente aumentar o período durante o qual a fonte de amina é adicionada. Por exemplo, a estabilidade da emulsão pode ser sensível à taxa na qual a amina é adicionada. Colóides alcalinos, como SOKALAN, geralmente podem manipular a adição rápida de aminas. No entanto, adição rápida de aminas a uma emulsão formada com colóides não iônicos ou PVA faz com que a mistura de reação gelifique, em vez de criar uma dispersão. Além disso, se poliisocianatos de "reação relativamente rápida" forem usados (por exemplo, poliisocianatos com uma fração aromática), gelação também pode ocorrer se as aminas forem adicionadas muito rapidamente. Nas circunstâncias acima, é normalmente suficiente estender a adição de Amina durante um período de aproximadamente 3 a cerca de 15 minutos, ou de cerca de 5 a aproximadamente 10 minutos. A adição ainda é preferivelmente iniciada assim que for prático após a preparação da emulsão.

[000181] A viscosidade da fase externa é principalmente uma função do colóide protetor presente. A viscosidade da fase externa é preferencialmente menor do que cerca de 50 cps, mais preferivelmente menor do que cerca de 25 cps e ainda mais preferivelmente menor do que cerca de 10 cps à temperatura de preparação de emulsão, que é normalmente de cerca de 25°C a cerca de 65°C, preferencialmente de cerca de 40°C a cerca de 60°C. A viscosidade de fase externa é medida

com um viscosímetro Brookfield com um tamanho de eixo 1 ou 2 e em cerca de 20 a cerca de 60 rpm de velocidade. Após a reação e sem formulação adicional, a dispersão de microcápsula que é preparada por este processo de preferência tem uma viscosidade menor do que cerca de 400 cps (por exemplo, menor do que cerca de 350 cps, cerca de 300 cps, cerca de 250 cps, ou até mesmo cerca de 200 cps) à temperatura de preparação de emulsão. Mais preferivelmente a viscosidade de dispersão é de cerca de 100 a cerca de 200 cps, ou de 125 aproximadamente 175 cps, à temperatura de preparação de emulsão.

[000182] É preferível que a fase de óleo esteja em estado líquido como ele é misturado em fase aquosa. De preferência, o herbicida de acetamida ou outro ingrediente ativo é derretido ou dissolvido ou de outro modo reparado como solução líquida antes da adição de reagente isocianato. Para esses fins, a fase de óleo pode exigir aquecimento durante sua preparação.

[000183] A fase descontínua de óleo também pode ser uma fase líquida que contém sólidos. Se líquidos, sólido de baixa fusão, ou sólidos em um líquido, a fase descontínua de óleo tem preferivelmente uma viscosidade tal que flui facilmente para facilitar o transporte por bombeamento e para facilitar a criação de emulsão de óleo em água. Assim, a fase descontínua de óleo tem preferivelmente uma viscosidade menor do que cerca de 1000 cps (por exemplo, menor do que cerca de 900 cps, cerca de 800 cps, cerca de 700 cps, cerca de 600 cps, ou até mesmo cerca de 500 cps) à temperatura de preparação de emulsão, que é normalmente de cerca de 25°C a cerca de 65°C, de preferência de cerca de 40°C a cerca de 60°C.

[000184] Para minimizar hidrólise de isocianato e formação de parede do invólucro in situ, uma etapa de resfriamento após aquecimento da fase de óleo é preferido quando a fase de óleo inclui um poliisocianato que inclui uma fração aromática, porque isocianatos constituídos por

uma fração aromática são submetidos à reação de hidrólise dependente da temperatura a uma taxa mais rápida do que de isocianatos não aromáticos. Descobriu-se que a reação de hidrólise tem um efeito negativo sobre a preparação de microcápsulas da presente invenção. Entre outros problemas, isocianatos hidrolisam para formar aminas que competem *in situ* com a amina selecionada na reação de polimerização e o dióxido de carbono gerado pela reação de hidrólise pode introduzir porosidade nas microcápsulas preparadas. Portanto, é preferível minimizar a hidrólise de reagentes de isocianato em cada etapa do processo de presente invenção. Uma vez que a taxa de reação de hidrólise é diretamente dependente da temperatura, é particularmente preferido que a fase interna (ou seja, fase descontínua) seja arrefecida até menos de cerca de 50°C após a mistura de poliisocianato e o material de núcleo. É também preferido que a fase interna seja arrefecida até menos de aproximadamente 25°C se isocianatos constituídos por uma fração aromática forem usados.

[000185] Hidrólise também pode ser minimizada, evitando a utilização de composições de fase de óleo em que a água é altamente solúvel. De preferência água é inferior a cerca de 5% em peso solúvel na fase de óleo à temperatura da emulsão durante a etapa de reação. Mais preferivelmente água é inferior a aproximadamente 1% solúvel na fase de óleo. Ainda mais preferivelmente água é menos de cerca de 0,1% solúvel na fase de óleo. É preferível que a fase de óleo tenha uma baixa miscibilidade na água. Miscibilidade baixa na água também promove a formação de uma emulsão útil.

[000186] É preferível que a poliamina principal (e poliamina auxiliar opcional) seja suficientemente móvel através de uma interface de emulsão de óleo-água. Assim, é preferível que aminas selecionadas para a reação de formação de parede tenham um coeficiente de divisão de n-octanol/água onde o log de base-10 do coeficiente de divisão seja

entre cerca de -4 e cerca de 1. Também é preferível que a reação ocorra no lado de óleo da interface do óleo-água, mas se acredita que em valores de coeficiente de divisão inferiores a cerca -4 as aminas podem não ser suficientemente solúveis na fase de óleo para participar suficientemente na reação de formação de parede. Portanto, a reação pode prosseguir muito lentamente para ser econômica, ou a reação desfavorecida *in situ* pode predominar. Além disso, em valores de coeficiente de divisão acima de cerca de 1, as aminas podem não ser suficientemente solúveis em fase de água para serem uniformemente distribuídas o bastante durante toda a fase aquosa para facilitar uma taxa de reação consistente com todas as partículas de óleo. Portanto, mais preferencialmente o log de base-10 do coeficiente de divisão é entre aproximadamente -3 e aproximadamente 0,25, ou aproximadamente -2 e aproximadamente 0,1.

[000187] Para reduzir ainda mais a quantidade de reação *in situ* e hidrólise de poliisocianato, a reação de preferência é executada em uma temperatura tão baixa como permitido pela economia com base na taxa de reação. Por exemplo, a etapa de reação pode ser executada preferivelmente em uma temperatura de cerca de 40°C a cerca de 65°C. Mais preferivelmente, a etapa de reação pode ser executada em uma temperatura de cerca de 40°C a cerca de 50°C.

[000188] A etapa de reação pode ser realizada preferivelmente para converter, pelo menos, cerca de 90% do poliisocianato. A etapa de reação mais preferivelmente pode ser realizada para converter, pelo menos, cerca de 95% do poliisocianato. A este respeito deve ser observado que a conversão de poliisocianato pode ser rastreada pelo monitoramento da mistura de reação ao redor de um pico de absorção de infravermelho de isocianato a 2270 cm^{-1}, até que este pico não mais seja essencialmente detectável. A reação pode atingir 90% de conversão do isocianato em um tempo de reação que esteja

compreendido na faixa de, por exemplo, aproximadamente meia hora a cerca de 3 horas, ou cerca de 1 a cerca de 2 horas, especialmente onde o material de núcleo dispõe de uma acetanilida.

Dispersões de microcápsula de líquido: Parâmetros e composições

[000189] As microcápsulas da presente invenção compreendem um material contendo produto químico agrícola, imiscível em água, encapsulado por uma parede de invólucro de poliuréia, que é preferência substancialmente não microporoso, de tal modo que a liberação do material de núcleo ocorra por um mecanismo de difusão molecular, em oposição a um mecanismo de fluxo através de um poro ou fratura na parede do invólucro de poliuréia. Conforme observado neste documento, a parede do invólucro pode incluir preferivelmente um produto de poliuréia de uma polimerização de um ou mais poliisocianatos e uma poliamina principal (e poliamina auxiliar opcional). Além disso, uma modalidade adicional da presente invenção compreende uma dispersão líquida das microcápsulas da presente invenção. O meio líquido no qual as microcápsulas são dispersas é preferencialmente aquoso (por exemplo, água). A dispersão pode opcionalmente, e/ou de preferência, ser formulada adicionalmente com aditivos como descrito em outro lugar neste documento (por exemplo, um estabilizador, um ou mais tensoativos, um anticongelante, um agente anti-acondicionamento, agentes de controle de derivação, etc.).

[000190] A dispersão aquosa de microcápsulas da presente invenção pode ser preferivelmente formulada para otimizar ainda mais sua estabilidade de armazenagem e utilização segura. Dispersantes e espessantes são úteis para inibir a aglomeração e sedimentação das microcápsulas. Esta função é facilitada pela estrutura química destes aditivos, bem como por equalizar as densidades das fases aquosas e microcápsula. Agentes anti-acondicionamento são úteis quando as

microcápsulas devem ser redispersas. Um tampão de pH pode ser usado para manter o pH da dispersão em uma faixa que é segura para contato com a pele e, dependendo dos aditivos selecionados, em uma faixa de pH mais estreita do que pode ser necessário para a estabilidade da dispersão.

[000191] Dispersantes de baixo peso molecular podem solubilizar paredes de invólucro de microcápsula, especialmente nos estágios iniciais de sua formação, causando problemas de gelação. Assim, em algumas modalidades dispersantes tendo peso molecular relativamente elevado de pelo menos aproximadamente 1,5 kg/mol, mais preferivelmente, pelo menos, cerca de 3 kg/mol e ainda mais preferivelmente pelo menos cerca de 5, 10 ou mesmo 15 kg/mol. Em algumas modalidades, o peso molecular pode variar de cerca de 5 kg/mol a cerca de 50 kg/mol. Dispersantes também podem ser não iônicos ou aniônicos. Um exemplo de dispersante polimérico aniônico de alto peso molecular é sal de sódio de naftaleno sulfonato polimérico, como Invalon (anteriormente Irgasol, Huntsman Chemicals). Outros dispersantes úteis são gelatina, caseína, caseinato de amônio, álcool de polivinil, polímeros de polivinil pirrolidona alquilados, copolímeros de éter vinil metil-anidrido maleico, copolímeros de anidrido maleico-estireno, copolímeros de ácido maleico-butadieno e diisobutileno, lignosulfonatos de sódio e cálcio, condensados de naftaleno sulfonado-formaldeído, amidos modificados e celulósicos como hidroxietil ou hidroxipropil celulose e carboxi metil celulose de sódio.

[000192] Espessantes são úteis em retardar o processo de sedimentação aumentando a viscosidade da fase aquosa. Espessantes de afinamento cisalhamento podem ser preferidos, porque agem para reduzir a viscosidade de dispersão durante o bombeamento, o que facilita a aplicação econômica e até mesmo cobertura da dispersão em um campo agrícola usando o equipamento comumente empregado para

tal efeito. A viscosidade da dispersão de microcápsula após a formulação pode variar preferivelmente de cerca de 100 cps a cerca de 400 cps, como testado com um viscosímetro Rotovisco Haake e medido em cerca de 10°C por um eixo girando a cerca de 45 rpm. Mais preferivelmente, a viscosidade pode variar de cerca de 100 cps a cerca de 300 cps. Alguns exemplos de espessantes de afinamento de cisalhamento úteis incluem gomas solúveis em água, baseadas em guar ou xantana (*por exemplo,* Kelzan de CPKelco), éteres de celulose (*por exemplo,* ETHOCEL de Dow), celulósicos e polímeros modificados (*por exemplo,* espessantes Aqualon de Hercules) e agentes anti-acondicionamento de celulose microcristalina.

[000193] O ajuste da densidade da fase aquosa para aproximar-se do peso médio por volume das microcápsulas também retarda o processo de sedimentação. Além de seu objetivo principal, muitos aditivos podem aumentar a densidade da fase aquosa. Um aumento adicional pode ser obtido através da adição de cloreto de sódio, glicol, uréia ou outros sais. A razão de peso para volume de microcápsulas de dimensões preferidas é aproximada pela densidade do material de núcleo, onde a densidade do material de núcleo é de cerca de 1,05 a cerca de 1,5 g/cm^3. De preferência, a densidade da fase aquosa é formulada para estar compreendida em cerca de 0,2 g/cm^3 da razão de peso médio para volume das microcápsulas. Mais preferivelmente, a densidade fase aquosa varia de cerca de 0,2 g/cm^3 menor do que a razão de peso médio ponderal para volume de microcápsulas até aproximadamente igual à razão de peso médio ponderal para volume das microcápsulas.

[000194] Tensoativos, opcionalmente, podem ser incluídos em dispersões de microcápsula formulada da presente invenção. Tensoativos adequados são selecionados de não iônicos, catiônicos, aniônicos e suas misturas. Os exemplos de tensoativos adequados para a prática da presente invenção incluem, mas não estão limitados a:

eteraminas terciárias alcoxiladas (tais como tensoativos TOMAH E-série); eteramina quaternária alcoxilada (tais como tensoativo TOMAH Q-série); óxidos de eteramina alcoxilada (como o tensoativo TOMAH AO-série); óxidos de amina terciária alcoxilada (como tensoativos da série AROMOX); tensoativos de aminas terciárias alcoxiladas (tais como os tensoativos série ETHOMEEN T e c); aminas quaternárias alcoxiladas (tais como os tensoativos série ETHOQUAD T e c); alquil sulfatos, alquil éter sulfatos e alquil aril éter sulfatos (como os tensoativos de série WITCOLATE); alquil sulfonatos, alquil éter sulfonatos e alquil aril éter sulfonatos (tais como os tensoativos de série WITCONATE); ésteres e diésteres de fosfato alcoxilado (tais como o tensoativo de série PHOSPHOLAN); polissacarídeos alquil (tais como os tensoativos de série PG AGRIMUL); alcoóis alcoxilados (tais como os tensoativos série BRIJ ou HETOXOL); e suas misturas.

[000195] Agentes anti-acondicionamento facilitam a redispersão de microcápsulas após a agitação de uma formulação na qual as microcápsulas assentaram. Um material de Celulose microcristalina, como LATTICE da FMC é eficaz como um agente anti-acondicionamento. Outros agentes anti-acondicionamento adequados são, por exemplo, argila, dióxido de silício, partículas de amido insolúveis e óxidos de metais insolúveis (*por exemplo,* óxido de alumínio ou óxido de ferro). Agentes anti-acondicionamento que alteram o pH da dispersão são preferivelmente evitados, pelo menos em algumas modalidades.

[000196] Agentes de controle de derivação adequados para a prática da presente invenção são conhecidos por aqueles versados na arte e incluem os produtos comerciais GARDIAN, GARDIAN PLUS, DRI-GARD, PRO-ONE XL ARRAY, COMPADRE, IN-PLACE, BRONC MAX EDT, EDT CONCENTRATE, COBERAGE e BRONC Plus dry EDT.

[000197] As dispersões de microcápsula formuladas da presente

invenção são preferencialmente facilmente redispersas, de modo a evitar problemas associados à aplicação (por exemplo, entupimento de um tanque de pulverização). A Capacidade de dispersão pode ser medida pelo teste de tubo Nessler, onde tubos Nessler são cheios com 95 ml de água e, em seguida, 5 ml de formulação de teste é adicionado por seringa. O tubo é tampado e invertido dez vezes para misturar. Em seguida, é colocado em uma estante, verticalmente, de pé por 18 horas a 20°C. Os tubos são removidos e suavemente invertidos a cada cinco segundos até que o fundo do tubo esteja livre de material. O número de inversões necessárias para remisturar o material assentado da formulação é registrado. De preferência, as dispersões da presente invenção são redispersas com menos de cerca de 100 inversões, como medido por um tubo de teste de Nessler. Mais preferivelmente, menos de cerca de 20 inversões são necessárias para redispersão.

[000198] O pH da dispersão de microcápsula formulada pode variar preferivelmente de cerca de 4 a cerca de 9, para minimizar a irritação dos olhos às pessoas que podem entrar em contato com a formulação durante manuseio ou aplicação em culturas. No entanto, se componentes de uma dispersão formulada forem sensíveis ao pH, como por exemplo o agente de bloqueio, tampões, como fosfato dissódico podem ser usados para manter o pH em uma faixa em que os componentes sejam mais eficazes. Além disso, um tampão de pH, como o monoidrato de ácido cítrico pode ser particularmente útil em alguns sistemas durante a preparação de microcápsulas, para maximizar a eficácia de um colóide protetor, como SOKALAN CP9.

[000199] Outros aditivos úteis incluem, por exemplo, biocidas ou conservantes (por exemplo, Proxel, comercialmente disponível a partir do Avecia), agentes anti-congelantes (tais como glicerol, sorbitol ou uréia) e agentes antiespumantes (tais como antifoam SE23 de Wacker Silicones Corp.).

Controle do crescimento de plantas com dispersões de microcápsula

[000200] As dispersões de cápsula reveladas aqui são úteis como herbicidas de liberação controlada ou concentrados dos mesmos. Portanto, a presente invenção também é dirigida a um método de aplicação de uma dispersão de herbicidas microencapsuladas para controle de crescimento de plantas. Em algumas modalidades, aqui, a dispersão de microcápsulas herbicidas é aplicada na terra, sobre os topos das plantas de cultura (ou seja, sobre a folhagem), ou uma combinação destes.

[000201] Uma dispersão de microcápsula pode ser aplicada a plantas, *por exemplo,* as culturas em um campo, de acordo com práticas conhecidas por aqueles versados na arte. As microcápsulas são preferencialmente aplicadas como um sistema de distribuição de liberação controlada para um produto químico agrícola (por exemplo, o herbicida acetanilida) ou mistura de produtos químicos agrícolas nele contida. Como as características de liberação média de uma população de microcápsulas da presente invenção são ajustáveis, o timing do início de liberação (ou liberação de aumento) pode ser controlado, desse modo fornecendo controle de ervas daninhas comercialmente aceitável e uma taxa de lesão das culturas comercialmente aceitável.

[000202] Quando misturada para utilização final em um das herbicidas contendo herbicida antes de diluição pelo usuário final pode ser, por exemplo, menor do que aproximadamente 62,5 por cento em peso de microcápsulas, ou alternativamente, menor do que aproximadamente 55 por cento em peso de herbicida ou outro ativo. Se a dispersão for demasiadamente concentrada com relação a microcápsulas, a viscosidade da dispersão pode ser demasiado elevada para bombear e também pode ser muito alta para facilmente redispersar se assentamento tiver ocorrido durante armazenamento. É por estas

razões que a dispersão de preferência tem uma viscosidade menor do que cerca de 400 cps, como descrito acima.

[000203] As dispersões de microcápsula podem ser tão diluídas com relação a percentagem em peso de microcápsula como é preferido pelo usuário, restringido principalmente pela economia de armazenagem e transporte de água adicional para diluição e pelo possível ajustamento do pacote aditivo para manter uma dispersão estável. Normalmente, a dispersão é, pelo menos, cerca de 25 por cento em peso de ativo herbicida (cerca de 30 por cento em peso de microcápsulas) por estes motivos. Essas concentrações são composições úteis para o armazenamento e o transporte das dispersões.

[000204] Para uma aplicação independente (ou seja, na ausência de um co-herbicida) de microcápsulas da presente invenção, a dispersão de preferência é diluída com água para formar uma mistura de aplicação antes de aplicação em um campo de plantas de cultura. Normalmente, nenhum aditivo adicional é necessário para colocar a dispersão em uma condição útil para aplicação como resultado de diluição. A concentração ideal de uma dispersão diluída depende em parte do método e do equipamento que é usado para aplicar o herbicida.

[000205] A quantidade efetiva de microcápsulas a ser aplicada a um campo agrícola depende da identidade do herbicida encapsulado, da taxa de liberação das microcápsulas, da cultura a ser tratada e condições ambientais, especialmente o tipo de solo e umidade. Geralmente, as taxas de aplicação de herbicidas, tais como, por exemplo, acetocloro, são da ordem de cerca de 1 quilograma de herbicida por hectare. Mas, a quantidade pode variar por uma ordem de magnitude ou mais em alguns casos, isto é, de 0,1 a 10 quilogramas por hectare.

[000206] Misturas de aplicação de dispersões de herbicidas de acetamida microencapsulados são aplicadas de preferência a um

campo agrícola em um quadro de tempo selecionado do desenvolvimento de plantas de cultura. Em uma modalidade da presente invenção, a dispersão dos herbicidas microencapsulados é aplicada preferivelmente à planta de cultura depois de emergência (incluindo rachadura) e até e incluindo a fase de seis folhas e antes da emergência das ervas daninhas**.**

[000207] Misturas de aplicação das dispersões aquosas de microcápsulas herbicidas da presente invenção são úteis para controlar uma grande variedade de ervas daninhas, isto é, plantas que são consideradas como um incômodo ou um concorrente de plantas de cultura comercialmente importantes, tais como milho, soja, algodão, etc. Em algumas modalidades, microcápsulas da presente invenção são aplicadas antes de emergirem as ervas daninhas (ou seja, aplicação pré-emergência). Os exemplos de ervas daninhas que podem ser controlados de acordo com o método da presente invenção incluem, mas não estão limitados a, Vulpino (*Alopecurus pratensis*) e outras espécies de ervas daninhas com o gênero *Alopecurus* , Barnyard Grass comum (*Echinochloa crus-galli*) e outras espécies de ervas daninhas do gênero *Echinochloa* , crabgrasses do gênero *Digitaria*, Trevo branco (*Trifolium repens*), Lambsquarters (*Chenopodium berlandieri*), Redroot ervas daninhas (*Amaranthus originalmente*) e outras espécies do gênero *Amaranthus* ervas daninhas, beldroega comum (*Portulaca oleracea*) e outras espécies de ervas daninhas do gênero *Portulaca*, *album Chenopodium* spp e outros *Chenopodium* spp., *Setaria lutescens* e outros *Setaria* spp., *erva-Moura* e outros *Solanum* spp., *Lolium multiflorum* e outros *Lolium* spp., *Brachiaria platyphylla* e outros *Brachiaria* ., *Sorghum halepense* e outros *Sorghum* spp., *conyza canadensis* e outros *Conyza* spp. e *Eleusine indica***.** Em algumas modalidades, as ervas daninhas que compõem uma ou mais espécies resistente ao glifosato, espécies resistentes de 2,4-D, espécies

resistentes dicamba ou espécies resistentes aos herbicidas inibidores de ALS. Em algumas modalidades, as espécies de ervas daninhas resistentes ao glifosato são selecionadas a partir do grupo composto por *Amaranthus palmeri*, *Amaranthus rudis*, *Ambrosia artemisiifolia*, *Ambrosia trifida , Conyza bonariensis, Conyza canadensis, Digitaria insularis, Echinochloa colona, Eleusine indica*, *Euphorbia heterophylla*, *Lolium multiflorum*, Lolium rigidum, Plantago lanceolata, Sorghum halepense e Urochloa panicoides.

[000208] Como usado aqui plantas de milho, soja, algodão, etc., tolerantes a glifosato, transgênicas, incluem plantas cultivadas a partir de sementes de qualquer milho, soja, algodão, etc., evento que fornece tolerância ao glifosato e progênie tolerante ao glifosato.

[000209] Tais eventos tolerantes ao glifosato incluem, sem limitação, aqueles que conferem tolerância ao glifosato pela inserção ou introdução, no genoma da planta, da capacidade de expressar várias plantas nativas e variantes ou enzimas EPSPS bacterianas, por qualquer meio de engenharia genética conhecido na arte para a introdução de segmentos de DNA de transformação em plantas para conferir resistência a glifosato bem como eventos de algodão tolerante ao glifosato que conferem tolerância ao glifosato por outros meios, como descrito nas patentes US 5.463.175 e 6.448.476 e de publicações internacionais. WO 2002/36782, WO 2003/092360 e WO 2005/012515.

[000210] Exemplos não limitadores de eventos de algodão transgênico tolerante ao glifosato incluem o evento de algodão tolerante a glifosato (ROUNDUP READY) designado 1445 e descrito na patente US no. 6.740.488. De particular interesse na prática da presente invenção são métodos para controle de ervas daninhas em uma cultura de plantas de algodão transgênicas tolerantes ao glifosato no qual resistência a glifosato é atribuída de uma forma que permite aplicação de estágio posterior de herbicidas de glifosato sem incorrer em

significativa lesão reprodutiva mediada por glifosato. Exemplos não limitadores das plantas de algodão transgênicas tolerantes ao glifosato incluem aquelas crescidas da semente do evento de algodão (ROUNDUP READY) FLEX tolerante ao glifosato (designado MON 88913 e tendo sementes representativas depositados com American Type Culture Collection (ATCC) com no. de acessão PTA-4854) e eventos similares de algodão tolerante ao glifosato e progênie do mesmo conforme descrito na Publicação Internacional no. WO 2004/072235. Evento de algodão tolerante a glifosato (ROUNDUP READY FLEX) MON 88913 e eventos de algodão tolerantes a glifosato similares podem ser caracterizados em que o genoma compreende um ou mais moléculas de DNA selecionadas a partir do grupo constituído de SEQ ID NO: 1, SEQ ID NO: 2, SEQ ID NO: 3 e SEQ ID NO: 4; ou o genoma de um método de amplificação de DNA produz um amplicon compreendendo SEQ ID NO: 1 ou SEQ ID NO: 2; ou as plantas de algodão transgênicas tolerantes ao glifosato compõem um traço tolerante ao glifosato geneticamente ligado a um complemento de um ácido de polinucleico marcador, e a molécula de ácido polinucleico marcador é homóloga ou complementar a uma molécula de DNA selecionada a partir do grupo constituído por SEQ ID NO: 1 e SEQ ID NO: 2 conforme descrito na publicação Internacional no. WO 2004/072235, cujo teor integral está incorporado aqui a título de referência.

[000211] Como mencionado acima, o evento de algodão (ROUNDUP READY FLEX) tolerante ao glifosato MON 88913 permite a aplicação sobre o topo de herbicidas de glifosato em fases avançadas de desenvolvimento de plantas sem incorrer em significativa lesão reprodutiva mediada por glifosato (por exemplo, como quantificado, por exemplo, pelo rendimento de fios e/ou espalhamento de pólen de flor). Em comparação com o evento de algodão tolerante a glifosato

(ROUNDUP READY) comercial anterior designado 1445, o evento de algodão tolerante a glifosato(ROUNDUP READY FLEX) MON 88913 é particularmente vantajoso em permitir a aplicação foliar do herbicida de glifosato para controle de ervas daninhas em uma idade de desenvolvimento caracterizada pelo menos por cinco nós de folha presentes em uma planta de algodão da cultura. Como usado neste documento, um nó tem um galho de folha é mencionado como um nó de folha de acordo com o método de nó convencional usado na avaliação de idade de desenvolvimento de plantas de algodão. Além disso, cotilédones são folhas originalmente contidas na semente e não são consideradas como folhas de plantas ou nós para fins de determinação da fase do desenvolvimento do algodão. Isto é, como geralmente aceito por aqueles versados na arte e como utilizado neste documento, o ponto de origem de ligação de cotilédone é referenciado como nó 0. Os nós da quinta e subseqüentes folhas são normalmente os primeiros galhos reprodutivos (ou seja, frutificação) e podem desenvolver um broto frutífero e folha associada. Um nó de folha com um galho reprodutivo pode ser referido como um nó reprodutivo. Plantas de algodão podem desenvolver tantos como cerca de 25 nós de folha, com nós 5-25 potencialmente desenvolvendo em nós reprodutivos. Na prática do controle de ervas daninhas em uma cultura de algodão tolerante ao glifosato transgênica cultivada a partir de sementes de evento de algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY FLEX) MON 88913 ou eventos similares de algodão e progênie dos mesmos, formulações herbicidas de glifosato podem ser aplicadas sobre o topo da cultura em idades de desenvolvimento mais avançadas caracterizadas, por exemplo, por seis, dez, doze, catorze ou mais nós de folha presentes em uma planta de algodão da cultura e até e incluindo layby sem incorrer em significativa lesão reprodutivo mediada por glifosato para a cultura. Formulação de glifosato herbicida pode ser aplicada sobre o topo da cultura de algodão

em vários intervalos de desenvolvimento avançado, caracterizados, por exemplo, por seis ou mais nós de folha e não mais de dez, doze, quatorze, dezesseis, dezoito, vinte ou vinte e cinco nós de folha em uma planta de algodão da cultura.

[000212] Em algumas modalidades conforme descrito anteriormente, as microcápsulas herbicidas da presente invenção podem ser dispersas em combinação com um ou mais co-herbicidas em um concentrado aquoso ou mistura de tanque de aplicação por pulverização, como um co-herbicida selecionado de inibidores de acetil-CoA carboxilase (ariloxifenoxipropionico), herbicidas organofosforados, auxinas (por exemplo, auxinas sintéticas), os inibidores do fotossistema II (tais como uréias e triazinas), inibidores de ALS (tais como uréias sulfonil, triazolopirimidinas e imidazolinonas), inibidores de protoporfirinogênio oxidase (difenilo éteres, fenil pirazois, aril triazonas e oxadiazois) e inibidores de biossíntese carotenóides (tais como isoxazolidinonas, benzoilciclohexanedionas, benzoílpirazois), sais e ésteres dos mesmos e suas misturas. Misturas de aplicação de formulações de co-herbicidas podem ser preparadas da mesma form. Uma relação de peso de acetamida para co-herbicida de 10:1 a 1:10 ou de 5:1 a 1:5 é preferida.

[000213] No caso de uma herbicida é mencionada genericamente pelo nome, a menos que outra forma restrito, esse herbicida inclui todas as forma disponíveis comercialmente conhecidas na arte como sais, ésteres, ácidos livres e bases livres, bem como seu estereoisômeros. Por exemplo, se o nome de herbicida "glifosato" for usado, ácido de glifosato, sais e ésteres estão compreendidos no âmbito de aplicação.

[000214] Herbicidas organofosforados incluem, por exemplo, glifosato, glufosinato, glufosinato-P, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas.

[000215] Inibidores do acetil CoA carboxilase incluem, por exemplo, alloxydim, butroxydim, clethodim, cicloxydim, pinoxadene, sethoxydim,

tepraloxidima e tralkoxydim, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas. Outro grupo de inibidores do acetil CoA carboxilase incluem clorazifope, clodinafope, clofop, cialofope, diclofop, diclofop-metilo, fenoxaprop, fentiaprop, Fluazifope, haloxifop, isoxapirifop, metamifop, propaquizafop, Quizalofope e trifop, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas. Inibidores do acetil CoA carboxilase também incluem as misturas de um ou mais "dims" e um ou mais "fops", sais e ésteres dos mesmos.

[000216] Herbicidas de auxina incluem, por exemplo, 2,4-D, 2,4-DB, dicloroprop, MCPA, MCPB, aminopiralida, clopiralida, fluroxipir, triclopir, diclopir, mecoprope, dicamba, picloram e quinclorac, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas.

[000217] Inibidores de fotossistema II incluem, por exemplo, ametrina, amicarbazona, atrazina, bentazon, bromacil, bromoxinil, clortoluron, Cianazina, desmedifame, desmetrina, dimefuron, diruon, fluometuron, hexazinona, ioxinil, isoproturon, linuron, metamitron, methibenzuron, metoxuron, Metribuzina, monolinuron, fenemedifame, prometon, Prometrina, propanil, pirazon, piridato, siduron, simazina, simetrina, tebutiuron, terbacil, terbumeton, terbutilazina e trietazina, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas.

[000218] Inibidores de ALS incluem, por exemplo, amidosulfuron, azimsulfuron, bensulfuron-metil, bispiribac-sódio, clorimuron-etílico, clorsulfuron, cinosulfuron, cloransulam-metil, ciclosulfamuron, diclosulam, etametsulfuron-metil, etoxissulfuron, flazassulfuron, florazulam, flucarbazona, flucetosulfuron, flumetsulam, flupirsulfuron-metilo, foramsulfuron, halossulfuron-metil, imazametabenzo, imazamox, imazapic, imazapir, imazaquin, imazetapir, imazossulfuron, iodossulfuron, metsulfuron-metilo, nicosulfuron, penoxsulame, primisulfuron-metil, propoxicarbazona de sódio, prosulfuron, pirazosulfuron-etílico, piribenzoxim, piritiobac, rimsulfuron, sulfometuron-metil, sulfosulfuron, tifensulfuron-metilo, triassulfuron,

tribenuron-metilo, trifloxisulfuron e triflusulfuron-metil, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas.

[000219] Inibidores de protoporfirinogênio oxidase incluem, por exemplo, acifluorfen, azafenidina, bifenox, butafenacil, carfentrazona-etilo, flufenpir-etílico, flumiclorac, flumiclorac-pentilo, flumioxazin, fluoroglicofen, flutiacet-metil, fomesafen, lactofen, oxadiargil, oxadiazon, Oxifluorfen, piraflufena-etilo e sulfentrazona, sais e ésteres dos mesmos e suas misturas.

[000220] Inibidores de biossíntese carotenóides incluem, por exemplo, aclonifen, amitrol, beflubutamida, benzofenap, clomazone, diflufenican, fluridone, flurochloridone, flurtamona, isoxaflutol, mesotriona, norflurazon, picolinafena, pirazolinato, pirazoxifen, sulcotrione e topramezone, sais e ésteres e suas misturas.

[000221] Em algumas modalidades microcápsulas herbicidas da presente invenção podem ser dispersas com dois co-herbicidas para formar uma composição de herbicida de três vias. As composições podem ser composições concentradas ou misturas de aplicação. Uma relação de peso de acetamida para co-herbicida total de 10:1 a 1:10 ou de 5:1 a 1:5 é preferida. Em algumas modalidades, acetamidas encapsulados são combinados em uma mistura de aplicação aquosa com um herbicida de auxina e um herbicida organofosforado, ou sais ou ésteres dos mesmos. Em algumas modalidades, o herbicida de acetamida encapsulado é selecionado de acetocloro, metolacloro, S-metolacloro, dimetenamida e dimetenamida-P sais e ésteres, o primeiro co-herbicida é selecionado de dicamba e 2,4-D, sais e ésteres dos mesmos, e o segundo co-herbicida é selecionado de glifosato, glufosinato e glufosinato-P, sais e ésteres dos mesmos. Os exemplos incluem: acetocloro encapsulado, dicamba e glifosato; metolacloro encapsulado e/ou S-metolacloro, dicamba e glifosato; dimetenamida encapsulada e/ou dimetenamida-P, dicamba e glifosato; Acetocloro

encapsulado, 2,4-D e glifosato; metolacloro encapsulado e/ou S-metolacloro, 2,4-D e glifosato; dimetenamida encapsulada e/ou dimetenamida-P, 2,4-D e glifosato; Acetocloro encapsulado, dicamba e glufosinato e/ou glufosinato-P; metolacloro encapsulado e/ou S-metolacloro, dicamba e glufosinato e/ou glufosinato-P; dimetenamida encapsulada e/ou dimetenamida-P, dicamba e glufosinato e/ou glufosinato-P; Acetocloro encapsulado, 2,4-D e glufosinato e/ou glufosinato-P; metolacloro encapsulado e/ou S-metolacloro, 2,4-D e glufosinato e/ou glufosinato-P; e dimetenamida encapsulada e/ou dimetenamida-P, 2,4-D e glufosinato ou glufosinato-p.

[000222] Em uma modalidade preferida, as presentes microcápsulas são usadas na preparação de uma mistura de composição ou tanque de concentrado aquoso compreendendo glifosato ou um sal do mesmo (por exemplo, o sal de monoetanolamônio ou potássio). Em tal mistura de tanque, uma percentagem em peso de acetamida de cerca de 3% a aproximadamente 0,25% a.e. e de cerca de 3%**%** em peso a aproximadamente 0,25%**%** a.e. em peso é preferido. Tal composição aquosa é particularmente útil para uso em plantas de cultura tolerantes ao glifosato para controlar plantas suscetíveis ao glifosato e várias ervas daninhas comercialmente importantes que foram relatadas como sendo resistentes ao glifosato, incluindo, por exemplo, amaranto palmer (*Amaranthus palmeri*), waterhemp (*Amaranthus rudis*), ervas comuns (Ambrosia artemisiifolia), ervas gigantes (*Ambrosia trifida*), fleaane pilosa (*Conyza bonariensis*), horseweeds (*Conyza canadensis*), sourgrass (*Digitaria insularis*), junglerice (*Echinochloa colona*), goosegrass (*Eleusine indica*), wild poinsettia (*Euphorbia heterophylla*), azevém (*Lolium multiflorum*), azevém rígido (*Lolium rigidum*), banana buckhorm (*plantago ianceolata*), Johnsongrass (*Sorghum halepense*) e liverseedgrass (*Urochloa panicoides*).

[000223] É usado em todo relatório descritivo, a expressão

"predominantemente composta" significa mais de 50%, de preferência, pelo menos, cerca de 75%, e mais preferivelmente, pelo menos, cerca de 90% do peso do componente é composto de composto(s) especificado.

[000224] Tendo descrito a invenção em detalhe, será aparente que as modificações e variações são possíveis sem se afastar do âmbito de aplicação da invenção definido nas reivindicações anexadas.

EXEMPLOS

[000225] Os exemplos não limitadores a seguir são fornecidos para ilustrar ainda mais a presente invenção. Em cada um dos exemplos, foram utilizados os materiais mostrados na tabela a seguir. Em todo os exemplos, esses componentes são chamados pelo termo que consta da coluna de referência.

Material	Função	Referência	Fornecedor
Acetocloro	Herbicida	Acetocloro	Monsanto
Furilazol	Fitotoxicidade		Monsanto
n-Pentadecano	Solvente de fase interna (dilutent)	NORPAR 15	Exxon Mobil
Hidrocarbonetos Isoparafínicos (234 MW aproximado)	solvente de fase interna (dilutent)	V ISOPAR	Exxon Mobil
Hidrocarbonetos Isoparafínicos (MW 163 aproximado)	solvente de fase interna (dilutent)	L ISOPAR	Exxon Mobil
Hidrocarbonetos desaromatizados (229 MW aproximado)	Solvente de fase interna (dilutent)	EXXSOL D-130	Exxon Mobil
Hidrocarbonetos desaromatizados (200 MW aproximado)	Solvente de fase interna (dilutent)	EXXSOL D-110.	Exxon Mobil
Solução de Trietilenotetramina a 50%	Componente de parede de invólucro de amina	TETA	Huntsman Chemical

Material	Função	Referência	Fornecedor
Solução de 50% da meta-Xililenodiamina	Componente de parede de invólucro de amina	XDA	
Desmodur N3200 Trímero do diisocianato de 1,6 hexametileno	Componente de parede de invólucro de Triisocianato	DES N3200	Bayer
Desmodur W 4,4'-diisocianato metano diciclohexilo	Componente de parede de invólucro de diisocianato	DES W	Bayer
85% em peso trímero de hexametileno-1,6-diisocianato:15% em peso 4,4'-diisocianato metano diciclohexilo	Mistura de DES N3200 e DES W	MISTAFLEX	Monsanto
Água	Solvente de fase externa	Água	
Caseinato de amônio	Dispersante	Caseinato de amônio	American Casein Company
Glicerina		Glicerina	Cargill
Copolímero de acido maleico-olefinas, 25% solução	tensoativo	CP9 SOKALAN	BASF
Solução de 50% de ácido cítrico	ajuste do pH	Ácido	ADM
Sulfonato de condensado de formaldeído naftaleno Invalon DAM	Dispersante	Invalon	Huntsman Chemical
Kelzan CC	Espessante	Kelzan CC	Kelco
Proxel GXL	Conservante	Proxel GXL	Avecia
NAOH, 20% solução	ajuste do pH	Cáustica	Dow Chemical

Material	Função	Referência	Fornecedor
Antiespumante SE23	Antiespumante	Antiespumante	Wacker Silicone
Na_2HPO_4	tampão	tampão	ICL Performance Products

[000226] Os dados de eficácia herbicida expostos aqui relatam dano à cultura e inibição de ervas daninhas como uma porcentagem de fitotoxicidade seguindo um procedimento padrão na arte que reflete uma avaliação visual de redução de mortalidade e crescimento de planta por comparação com plantas não tratadas, feito por técnicos especialmente treinados para fazer e registrar tais observações. Em todos os casos, um único técnico faz todas as avaliações de percentagem de inibição em de qualquer experimento ou teste.

[000227] A seleção de taxas de aplicação que são biologicamente eficazes para um herbicida específico de acetamida está compreendida nos conhecimentos do cientista agrícola comum. Aqueles versados na arte da mesma forma irão reconhecer que condições de planta individuais, tempo e condições de crescimento, bem como o produto químico exógeno específico e de formulação do mesmo selecionado, vão afetar a eficácia em ervas daninhas e lesão de cultura associada obtida ao praticar esta invenção. As taxas de aplicação úteis para os herbicidas de acetamida empregados podem depender de todos os fatores acima. Com relação ao uso do método desta invenção, muita informação é conhecida sobre as taxas de aplicação acetamida apropriadas. Em mais de quatro décadas de uso de acetamida e estudos publicados sobre tal utilização forneceram informações abundantes das quais um técnico de controle de ervas daninhas pode selecionar as taxas de aplicação de acetamida que são eficazes de modo herbicida em determinadas espécies em estágios de crescimento específicos, em condições ambientais específicas.

[000228] A eficácia nos testes de estufa, geralmente em taxas

químicas exógenas inferiores àquelas normalmente eficazes no campo, é um indicador comprovado de consistência do desempenho de campo em taxas de uso normal. No entanto, até mesmo a composição mais promissora, por vezes, não apresenta desempenho aperfeiçoado nos testes individuais de estufa. Conforme ilustrado nos exemplos neste documento, um padrão de intensificação emerge em uma série de ensaios de estufa; quando tal padrão é identificado isso é forte evidência da intensificação biológica que será útil no campo.

[000229] As composições da presente invenção podem ser aplicadas em plantas por pulverização, usando quaisquer meios convencionais para pulverizar líquidos, tais como bocais de pulverização, atomizadores ou similares. As composições da presente invenção podem ser usadas em técnicas de agricultura de precisão, em que aparelho é empregado para variar a quantidade de produto químico exógeno aplicado em diferentes partes de um campo, dependendo de variáveis, como as espécies de plantas específicas presentes, composição do solo e similares. Em uma modalidade de tais técnicas, um sistema de posicionamento global operado com o aparelho de pulverização pode ser usado para aplicar a quantidade desejada de composição em diferentes partes de um campo.

[000230] A composição, no momento da aplicação em plantas, é preferencialmente diluída o bastante para ser pulverizada facilmente usando equipamento de pulverização agrícola padrão. As taxas de aplicação preferidas para a presente invenção variam dependendo de uma série de fatores, incluindo o tipo e a concentração do ingrediente ativo e as espécies de plantas envolvidas. A seleção de taxas de aplicação apropriadas está compreendida na capacidade de uma pessoa versada na arte. As taxas úteis para a aplicação de uma mistura de aplicação aquosa em um campo de folhagem podem variar de cerca de 50 a cerca de 1.000 litros por hectare (L/ha) pela aplicação de

pulverização. As taxas de aplicação preferidas para misturas de aplicação aquosa estão compreendidas na faixa de cerca de 100 a cerca de 300 L/ha.

[000231] Danos à folhagem de uma planta de cultura podem fazer com que a planta seja atrofiada ou de outra forma reduzir o rendimento do produto agrícola desejado. Assim, é importante que uma composição herbicida não seja aplicada de forma a excessivamente danificar e interromper o funcionamento normal do tecido da planta. No entanto, algum DEGREE limitado de lesão local pode ser insignificante e comercialmente aceitável.

[000232] Um grande número de composições da invenção é ilustrado nos exemplos que se seguem. Muitas composições de acetamida concentradas forneceram eficácia herbicida suficiente em testes de estufa para assegurar testes de campo em uma grande variedade de espécies de ervas daninhas sob uma variedade de condições de aplicação.

[000233] Os experimentos foram realizados em uma estufa. As composições herbicidas foram aplicadas pós-emergência às culturas em ou antes do estágio de 2-6-folhas usando um pulverizador de trilha de pesquisa. Composições de teste foram aplicadas em um volume de pulverização 94 L/ha aplicado por meio de ar comprimido a uma pressão de 165 kpa. A diluição da dispersão de microcápsulas herbicidas variou para obter diferentes concentrações de ativo aplicado. Teste de controle de ervas daninhas foi realizado, aplicando as composições herbicidas no solo antes do aparecimento de ervas daninhas. Três dias após a aplicação, as amostras foram irrigadas com 0,125 polegadas de irrigação aérea e sub-irrigadas conforme necessário ao longo do estudo.

Exemplo 1. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000234] Dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

foram preparadas de acordo com o protocolo descrito neste exemplo. As dispersões aquosas foram preparadas usando um método que resultou em microcápsulas tendo um diâmetro médio maior do que os encontrados em DEGREE, um produto herbicida microencapsulado comercialmente disponível, contendo cerca de 42% em peso de acetocloro, disponível a partir do Monsanto Company. As microcápsulas em DEGREE têm um diâmetro médio de cerca de 2,5 µm. As formulações de teste resultaram em dispersões aquosas de microcápsulas tendo diâmetros médios significativamente maiores, tais como cerca de 5 µm a cerca de 13 µm. Estudos de campo indicaram que as dispersões aquosas de microcápsulas herbicidas tendo diâmetro médio maior exibiram segurança aprimorada de cultura quando testado em soja e algodão em comparação com DEGREE e também em comparação com HARNESS, um produto herbicida comercialmente disponível que contém concentrado emulsificado de acetocloro não encapsulado, também disponível da Monsanto Company.

[000235] As fases internas foram preparadas para conter os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir. As percentagens indicam a porcentagem de peso aproximado de cada componente em dispersão aquosa.

Tabela. Componentes de fase interna

	Acetocloro		NORPAR 15		MISTAFLEX	
Form.	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
5291	447,25	43,19	23,56	2,35	30,84	3,07
5297	894,21	43,19	46,99	2,35	61,53	3,07
5295	841,2	40,63	107,01	5,00	61,73	3,07

[000236] Para preparar a fase interna de formulações 5291, 5297 e 5295, acetocloro foi carregado nos recipientes de mistura nas quantidades mostradas na tabela acima de componentes de fase interna. Em seguida, NORPAR 15 foi carregado nos recipientes de

mistura, seguido da mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES W. A solução foi agitada para obter uma solução clara homogênea. A solução pode ser selada dentro do recipiente de mistura e armazenada até que seja necessária. Antes de usar, a mistura foi aquecida a 50°C em um forno.

[000237] As fases aquosas externas foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Tabela. Componentes de fase externa

	Peso de componentes em gramas				
Form.	Água	Caseinato de amônio	Glicerina	SOKALAN CP9	Ácido
5291	278,2	0,45	81,1	23,0	1,64
5297	556,61	0,98	162,28	46,04	3,09
5295	556,32	0,93	162,27	46,63	3,23

[000238] Para preparar a fase externa de formulações 5291, 5297 e 5295, recipientes de mistura foram carregados com água nas quantidades mostradas na tabela acima de componentes de fase externa e os componentes restantes foram adicionados na ordem mostrada na tabela acima. A solução foi agitada para obter uma solução clara homogênea. A solução pode ser selada dentro do recipiente de mistura e armazenada até que seja necessária. Antes de usar, a mistura foi aquecida a 50°C em um forno.

[000239] O meio de polimerização interfacial foi preparado primeiramente carregando a fase externa em um copo de misturador Waring que foi previamente aquecido a 50°C. O misturador Waring comercial (Waring products Division, Dynamics Corporation of America, New Hartford, Conn., Blender 700) foi acionado através de um autotransformador variável de 0 a 120 volts. A velocidade de mistura do misturador variou, controlando a energia para o misturador conforme mostrado abaixo na tabela de parâmetros de emulsificação. A fase interna foi adicionada à fase externa durante um intervalo de 16

segundos e a mistura continuou para obter uma emulsão.

Tabela. Parâmetros emulsificação

Form.	voltagem (V)	energia (%)	Duração (s)
5297	120	40	120
5295	120	40	----

[000240] Para iniciar a polimerização e encapsulamento da fase interna, uma solução de 50% em peso de TETA foi adicionada à emulsão nas quantidades mostradas na tabela de amina a seguir durante um período de cerca de 5 segundos. A velocidade de misturador, em seguida, é reduzida a uma velocidade que só produz um vórtice durante cerca de cinco a quinze minutos. A emulsão, em seguida, foi transferida para uma placa de aquecimento e agitada. O recipiente de reação é coberto e mantido a aproximadamente 50°C durante cerca de duas horas que se verificou ser tempo suficiente para o isocianato reagir essencialmente completamente.

Tabela. Amina

	TETA, solução de 50% em peso	
Form.	(g)	(%)
5291	14,14	1,39%
5297	27,72	1,39%
5295	27,92	1,39%

[000241] A pasta de cápsula é então deixada resfriar até próximo da temperatura ambiente. Os componentes mostrados na tabela de componentes estabilizadores com a exceção do tampão são anteriormente pré-misturados com um misturador de velocidade elevada (Misturador Waring ou Meio de dissolução Cowles). A pré-mistura de estabilizador resultante é então adicionada à pasta de cápsula para estabilizar a dispersão de microcápsulas. Finalmente o buffer é adicionado e a mistura é agitada durante pelo menos 15 minutos até que visualmente homogênea.

[000242] Devido a variações no desenho do misturador e outras

variáveis incontroláveis, verificou-se ser difícil correlacionar com precisão o tamanho de partícula e velocidade do misturador. Em conseqüência, algumas amostras foram descartadas porque não tinham o tamanho desejado. Amostras foram escolhidas para avaliação com base no seu tamanho de partícula medido.

Tabela. componentes de Estabilizador

	Peso de componentes em gramas			
Form.	Invalon	Glicerina	Kelzan CC	
5291	58,41	39,2	0,53	
5297	116,83	78,37	1,04	
5295	116,83	78,37	1,04	
Form.	Proxel GXL	Cáustica	Antiespumante	tampão
5291	0,53	0,23	0,01	1,18
5297	1,04	0,354	0,01	2,38
5295	1,04	0,354	0,01	2,38

[000243] Formulações 5291, 5297 e 5295 eram dispersões aquosas estabilizadas de microcápsulas contendo Acetocloro em uma concentração ativa aproximada de 42,5% AI em peso (que aproximadamente é a mesma concentração ativa que DEGREE).

[000244] Cada formulação foi preparada para ter uma razão de equivalentes molares em excesso de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato e razões de herbicida para componente de parede de invólucro. TETA tem um peso equivalente aproximado de 36,6 g/mol. DES N3200 tem um peso equivalente aproximado de 183 g/mol (peso equivalente teórico é 159,53 g/mol). DES w tem um peso equivalente aproximado de 132 g/mol. A formulação 5295 foi preparada com um excesso de solvente de fase interna (diluente), NORPAR (15). As formulações tinham as seguintes razões de peso:

Tabela. Características de formulação

form.	Razão de equivalentes molares	Razão de herbicida para componentes de parede de invólucro	Razão de herbicida para solvente de fase interna
5291	1,08:1	9,94:1	18,98:1
5297	1,06:1	10,02:1	19,03:1
5295	1,06:1	9,38:1	7,86:1

[000245] A velocidade do misturador foi controlada para produzir um tamanho aumento de microcápsula em comparação com as microcápsulas em DEGREE, que é de cerca de 2,5 µm. Os tamanhos médios de partículas e desvios-padrão das microcápsulas na pasta para cada formulação são mostrados na tabela a seguir:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Form.	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio padrão (µm)
5291	5,57	3,99
5297	13,97	8,5
5295	12,70	7,85

[000246] Os parâmetros de tamanho de partícula foram medidos usando um analisador de tamanho de partícula do Beckman Coulter LS.

Exemplo 2. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsuladas da invenção

[000247] Formulações 5291, 5297 e 5295 (preparadas de acordo com o método descrito acima no exemplo 1) foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) e soja tolerante a dicamba e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações de Acetocloro comerciais HARNESS e DEGREE. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade, 7, 8 e 9 dias após tratamento ("DAT"). Os resultados são

mostrados na Fig. 1 (dano a algodão 7 DAT), Fig. 2 (dano a soja em 8 DAT), Fig. 3 (dano a soja em 9 DAT) e Fig. 4 (dano a soja em DAT 9).

[000248] Todas as três formulações experimentais forneceram segurança de cultura significativamente melhor em algodão (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato do que DEGREE nas duas taxas mais elevadas de aplicação de Acetocloro (ver Fig. 1). Além disso, todas as formulações encapsuladas mostraram segurança substancialmente melhor de cultura do que HARNESS em todas as três taxas de aplicação. Uma relação semelhante foi observada em soja (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato; no entanto, neste caso as três formulações experimentais exibiram segurança de cultura significativamente melhor do que DEGREE em todas as taxas de aplicação (ver Fig. 2). Mais uma vez, todas as formulações encapsuladas forneceram segurança de cultura significativamente melhor do que HARNESS. Lesão das culturas em soja (DMO) tolerante a dicamba foi semelhante ao observado na soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) com nenhuma diferença significativa entre os dois eventos (ver figuras 3 e 4). "DMO" refere-se a uma planta expressando um gene monooxigenase (DMO) dicamba que funciona para degradar dicamba, assim, conferindo tolerância a dicamba. Lesão de cultura foi menos global e as diferenças entre as várias formulações encapsuladas foram menos acentuadas no estudo de soja tolerante a dicamba do que visto em soja (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato; no entanto, estes foram dois estudos separados assim a comparação entre estudos não é inteiramente válida. poderia se concluir porém que a soja tolerante a dicamba tolera aplicações pós-emergentes ("POE") de formulações de Acetocloro similares a soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY).

[000249] Estes dados sugerem que essas formulações experimentais fornecem segurança aprimorada das culturas pós-emergência em relação à DEGREE e HARNESS relativo ao algodão (ROUNDUP

READY) tolerante ao glifosato, soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) e soja tolerante a dicamba.

[000250] As formulações 5291, 5297 e 5295, preparadas de acordo com o método descrito no exemplo 1, foram também testadas em relação à eficácia de controle de ervas daninhas aplicação pré-emergência e em comparação com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Lambsquarters (*Chenopodium album*), Yellow foxtail (*Setaria lutescens*) e Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*).

[000251] Controle de ervas daninhas substancialmente maior foi evidente com todas as formulações encapsuladas no presente estudo. as formulações 5291 e 5297 forneceram eficácia que foi equivalente ou superior à encontrada com DEGREE. Ver as figuras 5 a 8. A Formulação 5295 (tendo uma proporção maior de solvente de fase interna em comparação com as formulações 5291 e 5297) mostrou significativamente menos controle do que todas as outras formulações versus todas as quatro espécies, na maioria das taxas de aplicação. Isto sugere que solvente de fase interna em excesso pode inibir a liberação do Acetocloro de tal forma que a eficácia de controle de ervas daninhas pode ser comprometida.

Exemplo 3. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000252] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 3993, 3995 e 3997) foram preparadas. Todas as formulações foram preparadas usando a mesma amina (TETA) e isocianato (DES N3200), e todas as formulações continham solvente de fase interna, NORPAR 15. As razões relativas dos componentes foram mantidas aproximadamente constantes. Estas formulações foram preparadas usando um excesso de equivalentes de amina. As razões

de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foram 1,29:1, 1,26:1 e 1,25:1 em formulações 3993, 3995 e 3997 respectivamente. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controladas, variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000253] As Formulações 3993, 3995 e 3997 continham os componentes mostrados na tabela a seguir:

Componente	Form. 3993	Form. 3995	Form. 3997
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	175,0	175,0	175
NORPAR 15	9,3	9,3	9,11
DES N3200	13,01	12,87	12,79
Fase externa			
Glicerina	32,5	32,0	32,0
CP9 SOKALAN	9,45	9,48	9,41
Caseinato de amônio	0,19	0,19	0,19
Ácido	0,72	0,75	0,72
Água	115,0	115,0	115,0
TETA, solução de 50 %	6,71	6,5	6,4
Estabilizador			
Invalon	23,65	23,65	23,65
Kelzan CC	0,21	0,21	0,21
Antiespumante	0	0	0
Glicerina	15,85	15,85	15,85
Proxel GXL	0,21	0,21	0,21
Cáustica	0,07	0,07	0,07
tampão	0,47	0,47	0,47

[000254] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas

substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para obter tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio padrão (µm)
3993	2,01	1,14
3995	9,49	6,31
3997	10,80	7,9

Exemplo 4. Preparação de dispersões aquosas de acetocloro Microencapsulado

[000255] Três dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado (designadas formulações 2805A, 2805B e 2805C) foram preparadas. Essas formulações foram preparadas com mistura de poliisocianato MISTAFLEX. Estas formulações foram adicionalmente preparadas sem o solvente de fase interna, NORPAR 15. A razão de equivalentes molares amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,03:1 a 1,04 para cada formulação. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000256] Para preparar essas formulações, grandes bateladas de cada de fase interna, fase externa e solução de estabilizador foram preparadas que contém os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir.

Componente	Form. 2805A	Form. 2805B	Form. 2805C
Fase interna	Peso de componente (g)		
Acetochlor	530		
DES N3200	31,99		
DES W	5,65		
Fase externa			

Glicerina	104,0		
SOKALAN CP9	30,6		
Caseinato de amônio	0,60		
Ácido	2,22		
Água	373,0		
TETA, solução a 50%	5,48	5,50	5,39
estabilizador			
Invalon	71,83		
Glicerina	48,15		
Kelzan CC	0,64		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Antiespumante	0,01		
Tampão	1,43		

[000257] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididos em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para obter tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
2805A	2,26	1,27
2805B	9,73	6,33
2805C	15,89	12,51

Exemplo 5. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão usando formulações de Acetocloro microencapsulado da

invenção

[000258] As formulações 3993, 3995, 3997, 2805A, 2805B e 2805C foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (variedade AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra HARNESS e DEGREE. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 14 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 9 (lesão de algodão) e Fig. 10 (lesão de soja).

[000259] As formulações 3993, 3995, 3997, e 2805C forneceram todas melhor segurança de cultura em algodão (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato do que DEGREE na maior taxa de teste e pelo menos uma das duas taxas inferiores (Fig. 9). Não foram significativamente diferentes do DEGREE em duas taxas de aplicação em 2805B e formulações 2805A. Os resultados em soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) mostraram todas as formulações experimentais como sendo menos prejudiciais do que DEGREE na mais alta taxa de aplicação (Fig. 10). No entanto, apenas formulações 3993, 3995 e 3997 forneceram melhor segurança de cultura na taxa média aplicação. As taxas de liberação para as formulações testadas foram medidas de acordo com o protocolo descrito acima, em que uma dispersão de 1% em peso de acetocloro encapsulado em água deionizada foi agitada a 150 RPM e 25°C em um aparelho de teste de dissolução agitado SOTAX AT-7 e amostradas em 6 horas e 24 horas. As taxas de liberação das formulações testadas são relatadas na tabela a seguir.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação em 24 horas (ppm)
3993	211	280
3995	80	104
3997	96	128

2805A	179	312
2805B	91	152
2805C	88	140
DEGREE	129	200
DEGREE	123	200

Exemplo 6. Eficácia de controle de ervas daninhas usando formulações de Acetocloro Microencapsulado da invenção

[000260] As formulações 3993, 3995, 3997, 2805A, 2805B e 2805C, preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 3 e 4, foram testados para a eficácia do controle de ervas daninhas e comparados com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Lambsquarters (*Chenopodium album*), Yellow foxtail (*Setaria lutescens*) e Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 11 a 18.

[000261] Níveis relativamente elevados de controle de ervas daninhas também eram evidentes neste estudo. Ver figuras 11 a 14. Os dados sugerem algum enfraquecimento com formulações 3995 e 3997 (grandes microcápsulas preparadas com um grande excesso de Amina), enquanto as formulações restantes parecem ser equivalentes a DEGREE.

[000262] Um estudo de acompanhamento, em seguida, foi conduzido com outra modificação do protocolo. As taxas de aplicação foram reduzidas e a rega foi retrasada por apenas três dias. O atraso abreviado em rega foi instituído com a esperança de redução do período de ensaio, enquanto mantém a boa eficácia para a separação de formulações. Dados do presente estudo confirmaram a eficácia mais fraca de formulações 3995 e 3997, particularmente no que se refere ao controle de pigweeds redroot e barnyardgrass. Ver figuras 15 a 18. Estes dados também mostram menor eficácia com formulação 2805C

(partículas com diâmetro médio de 15,89 µm). as três formulações restantes experimentais, 3993, 2805A e 2805B mostraram eficácia que foi equivalente ou melhor do que a de DEGREE.

Exemplo 7. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000263] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 831A, 831B e D 831) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de aminas, TETA e XDA, em uma razão de % de peso aproximado de 70:30 e a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos compreendendo DES N3200 e DES w. A razão de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,04:1 para 1,05:1 para cada uma dessas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000264] Para preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparados que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 831A	Form. 831B	Form. 831D
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	504,01		
NORPAR 15	26,27		
MISTAFLEX H9915	36,60		
Fase externa			
Glicerina	103,05		
CP9 SOKALAN	30,38		
Caseinato de amônio	0,61		
Ácido	2,35		
Água	372,01		

Componente	Form. 831A	Form. 831B	Form. 831D
TETA, solução de 50 %	4,35	4,38	4,37
Xililenodiamina, solução de 50 %	1,90	1,91	1,87
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Glicerina	0,64		
Kelzan CC	0,01		
Proxel GXL	48,15		
Cáustica	0,64		
Antiespumante	0,22		
Tampão	1,43		

[000265] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para obter tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
831A	2,11	1,22
831B	8,48	5,82
831D	11,7	

[000266] Exemplo 8. Preparação de dispersões aquosas de acetocloro Microencapsulado

[000267] Quatro dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado (designadas formulações 838A, 838B, 838C e 838D) foram preparados. Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de aminas,

TETA e XDA, da mesma forma que no exemplo 7, mas a relação de % de peso foi alterada para 80:20. As formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos compreendendo DES N3200 e DES W. A razão de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,04:1 a 1,05:1 para cada uma dessas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação. Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, fase externa, solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 838A	Form. 838B	Form. 838C	Form. 838D
Fase interna	Peso do componente (g)			
Acetocloro	669,0			
NORPAR 15	34,92			
MISTAFLEX H9915	49,10			
Fase externa				
Glicerina	137,0			
CP9 SOKALAN	40,45			
Caseinato de amônio	0,81			
Ácido	3,10			
Água	494,00			
TETA, solução de 50 %	4,80	4,79	4,78	4,80
Xililenodiamina, solução de 50 %	1,2	1,21	1,22	1,21
Estabilizador				
Invalon	95,48			
Glicerina	0,86			

Kelzan CC	0,02
Proxel GXL	64,0
Cáustica	0,86
Antiespumante	0,29
Tampão	1,91

[000268] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Quatro soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
838A	2,06	1,12
838B	6,74	4,44
838C	12,84	8,16
838D	8,35	5,49

Exemplo 9. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000269] Foram preparadas quatro dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado (designadas formulações 843A, 843B, 843C e 843D). Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de aminas, TETA e XDA, da mesma forma que os exemplos 7 e 8, mas a relação de % de peso foi mudada para 90:10. As formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES w. A relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,04:1 para

1,05:1 para cada uma dessas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000270] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 838A	Form. 838B	Form. 838C	Form. 838D
Fase interna	Peso do componente (g)			
Acetocloro	669,0			
NORPAR 15	35,0			
MISTAFLEX H9915	49,58			
Fase externa				
Glicerina	137,10			
CP9 SOKALAN	40,40			
Caseinato de amônio	0,81			
Ácido	3,0			
Água	494,02			
TETA, solução de 50 %	5,17	5,18	5,16	5,17
Xililenodiamina, solução de 50 %	0,59	0,60	0,58	0,59
Estabilizador				
Invalon	95,48			
Glicerina	0,86			
Kelzan CC	0,02			
Proxel GXL	64,0			
Cáustica	0,86			
Antiespumante	0,29			
Tampão	1,91			

[000271] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas

substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Quatro soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
843A	2,18	1,16
843B	7,62	5,05
843C	11,68	7,92
843D	5,58	3,74

Exemplo 10. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de Acetocloro microencapsulado da invenção

[000272] As formulações 831A, 831B, 831D, 838A, 838D, 838C, 843A, 843B e 843C (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 7, 8 e 9) foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS e DEGREE comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 22 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 19 (lesão de algodão) e Fig. 20 (lesão de soja).

[000273] Todas as formulações com tamanho pequeno de cápsula (831A, 838A, 843A) mostraram lesão de algodão e soja que foi essencialmente equivalente ao observado com DEGREE. Ver figuras

19 e 20. As formulações 831A, 838A e 843A foram caracterizadas por taxas de liberação relativamente elevadas, como medido em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento, enquanto as outras formulações liberaram em taxas um pouco mais lentas. Para comparação, a liberação de DEGREE foi medida por duas vezes. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
831A	245	305
831B	168	191
831D	156	182
838A	186	275
838D	170	214
838C	73	90
843A	188	286
843B	94	123
843C	96	134
DEGREE	131	202
DEGREE	136	200

[000274] As formulações 831A, 831B, 831D, 838A, 838D, 838C, 843A, 843B e 843C também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 21, 22 e 23.

[000275] Como esperado, essas formulações forneceram eficácia de controle de ervas daninhas versus pigweeds redroot, barnyardgrass e foxtail amarelo com DEGREE. Ver figuras 21, 22 e 23). Formulações com os tamanhos maiores de cápsulas, 831D, 838C e 843C), no

entanto, forneceram o controle de ervas daninhas que foi na maioria dos casos inferior ao DEGREE. Formulações com cápsula de médio porte mostraram o melhor equilíbrio entre segurança aperfeiçoada de cultura e controle aceitável de ervas daninhas. A alteração das proporções de amina (TETA:XDA) não parece influenciar a segurança de cultura. Pareceu haver uma tendência para a melhor eficácia de controle de ervas daninhas com níveis mais altos de TETA (ver controle de redroot ervas daninhas e barnyardgrass).

Exemplo 11. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000276] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designado formulações 874A e 874B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1 para essas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000277] Para preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostrados na tabela a seguir:

Componente	Form. 874A	Form. 874B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,70	
NORPAR 15	18,43	
MISTAFLEX H9915	25,73	
Fase externa		
Glicerina	64,60	

CP9 SOKALAN	19,06	
Caseinato de amônio	0,38	
Ácido	1,39	
Água	232,80	
TETA, solução de 50 %	6,46	6,45
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Glicerina	0,43	
Kelzan CC	0,01	
Proxel GXL	32,10	
Cáustica	0,43	
Antiespumante	0,15	
Tampão	0,96	

[000278] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
874A	2,02	1,06
874B	7,33	7,93

Exemplo 12. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000279] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 877A e 877B). Estas

formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi ligeiramente menor do que no exemplo anterior 11. Aqui, a proporção é de aproximadamente 1,1:1 para essas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000280] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 877A	Form. 877B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	353,0	
NORPAR 15	18,43	
MISTAFLEX H9915	26,30	

Fase externa		
Glicerina	64,69	
CP9 SOKALAN	19,1	
Caseinato de amônio	0,38	
Ácido	1,40	
Água	233,08	
TETA, solução de 50%	6,02	6,02
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Glicerina	0,43	
Kelzan CC	0,01	
Proxel GXL	32,10	

Cáustica	0,43
Antiespumante	0,15
Tampão	0,96

[000281] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
877A	2,08	1,13
877B	7,68	5,14

Exemplo 13. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000282] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 880A e 880B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi maior do que no exemplo 11. Aqui, a proporção é de aproximadamente 1,3:1 para essas formulações. Os tamanhos médios de partículas de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000283] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparados que contêm os componentes e as

quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 880A	Form. 880B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	353	
NORPAR 15	18,42	
MISTAFLEX H9915	25,33	

Fase externa		
Glicerina	64,50	
CP9 SOKALAN	19,05	
Caseinato de amônio	0,37	
Ácido	1,40	
Água	232,5	
TETA, solução de 50%	6,88	6,87
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Glicerina	0,43	
Kelzan CC	0,01	
Proxel GXL	32,10	
Cáustica	0,43	
Antiespumante	0,15	
tampão	0,96	

[000284] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interno, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
880A	2,17	1,15
880B	8,21	5,20

Exemplo 14. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000285] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designado formulações 883A e 885A). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX de poliisocianatos DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi 1,15:1 e 1,25 para formulações 883A e 885A, respectivamente. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000286] Ao preparar essas formulações, a fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparados que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

	883A	885A
Componente	Peso do componente (g)	Peso do componente (g)
Fase interna		
Acetocloro	352,75	174,18
NORPAR	18,44	9,10
MISTAFLEX	25,97	12,65
Fase externa		
Glicerina	64,65	32,0
CP9 SOKALAN	19,07	9,4
Caseinato de amônio	0,38	0,19
Ácido	1,37	0,70

	883A	885A
Componente	Peso do componente (g)	Peso do componente (g)
Água	232,92	115,0
TETA, solução de 50 %	12,63	6,67
Estabilizador		
Invalon	47,89	23,65
Kelzan CC	0,43	0,21
Antiespumante	0,01	0
Glicerina	32,10	15,85
Proxel GXL	0,43	0,21
Cáustica	0,15	0,07
Tampão	0,96	0,47

[000287] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
883A	2,27	2,28
885A	1,94	1,06

Exemplo 15. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000288] As formulações 874A, 874B, 877A, 877B, 880A, 880B, 883A e 885A (preparadas de acordo com os métodos descritos em exemplos de 11 a 14) foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUONDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média)

sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações comerciais HARNESS e DEGREE e Dual II MAGNUM, disponível da Syngenta, que compreende s-metaloclor como o ingrediente ativo e ingredientes de propriedade. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade. Os resultados são mostrados na Fig. 24 (lesão de soja 15 DAT) e Fig. 25 (lesão de algodão 20 DAT). A segurança de cultura mais consistente foi obtida com formulação 800B, 877B e 874B. Ver as figuras 24 e 25. Todas as três formulações forneceram segurança de cultura que foi significativamente melhor do que visto com DEGREE ou HARNESS. Observe que cada uma dessas formulações tinha tamanhos de partículas na faixa de 7-8 mícra e que a alteração dos níveis de Amina não alterou sensivelmente os resultados entre as formulações. Dual II MAGNUM forneceu uma lesão que era semelhante a estes três em algodão, mas mostrou lesão significativamente maior em soja. Todos as formulações experimentais restantes exibiram lesão de cultura que foi semelhante ou ligeiramente menor do que o mostrado por DEGREE.

[000289] As formulações 885A, 874B, 877A, 877B, 880A, 880B, 883A e 885A também foram testados em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Lambsquarters (*Chenopodium album*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 26 a 29.

[000290] Em geral essas formulações experimentais forneceram eficácia que era geralmente igual ou melhor do que a de DEGREE. Ver figuras 26 a 29. O Controle de ervas daninhas de redroot mostrou que 877B de formulação foi menos eficaz durante a aplicação mais baixa, formulação 877A foi menos eficaz na mais alta taxa e formulações 885A,

883A, 880A, 874A e 874B mostraram mais eficácia do que DEGREE e Dual II MAGNUM. O controle de Lambsquarter indicou as formulações 874A e 880B como sendo um pouco mais fraca do que DEGREE. Todas as outras formulações foram iguais ou melhores do que DEGREE e Dual II MAGNUM. O controle de foxtail amarelo foi excelente com todas as formulações, embora a formulação 874B demonstrasse algum enfraquecimento em menores taxas de aplicação. Todas as formulações foram iguais ou melhores do que DEGREE no controle de barnyardgrass. Observe o enfraquecimento significativo da Dual II MAGNUM no controle de barnyardgrass relativo a todas as formulações de Acetocloro.

Exemplo 16. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000291] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 911A e 911B). Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de poliisocianato DES N3200 e DES W em uma relação de peso de aproximadamente 50:50. O poliisocianato e Amina TETA usados para preparar a parede do invólucro foram adicionados para produzir uma relação de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato de aproximadamente 1.2:1. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controladas variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000292] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Forma 911A	Form. 911B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,7	
NORPAR	18,41	
DES N3200	12,59	

Componente	Forma 911A	Form. 911B
DES W	12,59	
Fase externa		
Glicerina	64,50	
CP9 SOKALAN	19,0	
Caseinato de amônio	0,4	
Ácido	1,39	
Água	232,3	
TETA, solução de 50 %	7,1	7,1
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Kelzan CC	0,43	
Antiespumante	0,01	
Glicerina	32,10	
Proxel GXL	0,43	
Cáustica	0,15	
Tampão	0,96	

[000293] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparados substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para obter tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
911A	7,73	5,64
911B	2,62	2,94

Exemplo 17. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000294] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 914A e 914C). Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de poliisocianato DES N3200 e DES W em uma relação de peso de aproximadamente 85:15. O poliisocianato e Amina TETA usados para preparar a parede do invólucro foram adicionados em quantidades em razões equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato de aproximadamente 1,2:1. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000295] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, fase externa, solução de Amina e solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 914A	Form. 914C
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,70	
NORPAR	18,40	
DES N3200	21,99	
DES W	4,0	
Fase externa		
Glicerina	64,6	
CP9 SOKALAN	19,1	
Caseinato de amônio	0,4	
Ácido	1,38	
Água	232,77	
TETA, solução de 50%	6,46	6,46
Estabilizador		

Invalon	47,89
Kelzan CC	0,43
Antiespumante	0,01
Glicerina	32,10
Proxel GXL	0,43
Cáustica	0,15
Tampão	0,96

[000296] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções de Amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partículas como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio padrão (µm)
914A	2,21	1,25
914C	7,43	5,05

Exemplo 18. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000297] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 917A e 917B). Estas formulações foram preparadas usando uma mistura de poliisocianato DES N3200 e DES W em uma razão de peso de aproximadamente 70:30. O poliisocianato e Amina TETA usados para preparar a parede do invólucro foram adicionados em quantidades em proporções equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato de aproximadamente 1,2:1. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações

foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000298] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 917A	Form. 917B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,65	
NORPAR	18,40	
DES N3200	17,85	
DES W	7,66	
Fase externa		
Glicerina	64,57	
CP9 SOKALAN	19,01	
Caseinato de amônio	0,38	
Ácido	1,41	
Água	232,60	
TETA, solução de 50 %	6,74	6,74
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Kelzan CC	0,43	
Antiespumante	0,01	
Glicerina	32,10	
Proxel GXL	0,43	
Cáustica	0,15	
Tampão	0,96	

[000299] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso

aproximadamente igual menores e combinadas conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
917A	1,99	1,1
917B	7,55	5,01

Exemplo 19. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000300] As Formulações 911A, 911B, 914A, 914C, 917A e 917B (preparadas de acordo com os métodos descritos em exemplos de 16, 17 e 18) foram aplicadas a culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS e DEGREE comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 20 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 30 (lesão de soja) e Fig. 31 (lesão de algodão).

[000301] As Formulações 911A, 911B, 914C e 917B forneceram maior segurança de soja do que DEGREE nas duas taxas mais altas de aplicação. Veja Fig. 30. Formulações 917A e 914A foram mais equivalentes ao DEGREE em termos de segurança de cultura. HARNESS foi mais prejudicial à soja; no entanto, este estudo mostrou maior lesão de algodão com o DEGREE do que com o HARNESS. Ver Fig. 31. Esta resposta relativa também foi vista em condições de campo, onde a má formação sistêmica das folhas que emergiram recentemente é mais acentuada com DEGREE. Lesão global de algodão neste estudo

foi relativamente baixa. A Formulação 911A mostrou a maior segurança de algodão em todas as taxas. As formulações 917B e 914C também foram menos prejudiciais do que DEGREE em duas das três taxas de aplicação. As taxas de liberação foram medidas no aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
911A	137	146
911B	307	320
914A	221	321
C 914	96	136
917A	278	329
917B	93	125
DEGREE	130	202

[000302] As formulações 911A, 911B, 914A,914 C, 917A e 917B também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Nas figuras 32, 33 e 34, apresentam-se os dados de eficácia de controle de ervas daninhas.

[000303] O estudo de eficácia de controle de ervas daninhas mostrou formulação 911A como sendo substancialmente menos eficaz do que DEGREE em todas as taxas de aplicação. Ver as figuras 32, 33 e 34. A Formulação 917B foi um pouco menos eficaz do que o DEGREE, enquanto a formulação 914C foi quase equivalente. Todas as outras formulações foram melhores ou iguais ao DEGREE.

[000304] Estes dados mostram que tamanho de partícula aumentado continua a ter a maior influência sobre a segurança aprimorada de

cultura com formulações de acetocloro encapsulado. O aumento do nível de Amina nessas formulações não impactou drasticamente a segurança das culturas, mas revelou uma influência mais significativa na eficácia de controle de ervas daninhas.

Exemplo 20. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000305] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 934 e 939). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR L. A formulação 939 foi preparada com uma proporção relativamente maior de solvente de ISOPAR L em relação à formulação 934.

[000306] Para preparar essas formulações, a fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

	Formulação 934	Formulação 939
Componente	Peso do componente (g)	
Fase interna		
Acetocloro	175,50	174,20
L ISOPAR	9,10	18,20
MISTAFLEX H9915	13,06	13,70
Fase externa		
Glicerina	32,0	30,00
CP9 SOKALAN	9,57	8,90
Caseinato de amônio	0,20	0,18
Ácido	0,75	0,75

Água	116,0	108
TETA, solução de 50 %	5,79	6,08
Estabilizador		
Invalon	23,65	23,65
Kelzan CC	0,21	0,21
Antiespumante	0	0
Glicerina	15,85	15,85
Proxel GXL	0,21	0,21
Cáustica	0,07	0,07
Tampão	0,47	0,47

[000307] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
934	10,69	8,33
939	9,75	5,96

Exemplo 21. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000308] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 936A e 936B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR L. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000309] Para preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 936A	Form. 936B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,70	
ISOPAR L	18,40	
MISTAFLEX H9915	26,40	
Fase externa		
Glicerina	64,70	
CP9 SOKALAN	19,10	
Caseinato de amônio	0,38	
Ácido	1,42	
Água	233,3	
TETA, solução de 50 %	5,79	5,79
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Kelzan CC	0,43	
Antiespumante	0,01	
Glicerina	32,10	
Proxel GXL	0,43	
Cáustica	0,15	
Tampão	0,96	

[000310] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi

variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
936A	10,16	6,34
936B	8,36	5,46

Exemplo 22. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000311] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 941A, 941B e 941C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR V. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000312] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 941A	Form. 941B	Form. 941C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	529,0		
ISOPAR V	55,30		
MISTAFLEX H9915	41,6		
Fase externa			
Glicerina	90,90		
CP9 SOKALAN	26,80		
Caseinato de amônio	0,54		

Ácido	2,09		
Água	327,60		
TETA, solução de 50 %	6,09	6,10	6,10
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000313] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
941A	8,90	5,56
941B	11,67	6,76
941C	10,98	6,52

Exemplo 23. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000314] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 945A, 945B e 945C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes

molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR V, e neste exemplo, a proporção relativa de ISOPAR V foi reduzida à metade em relação ao exemplo 22. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000315] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Formas. 945A, 945B, C 945
Fase interna	Peso do componente (g)
Acetocloro	529,0
ISOPAR V	27,65
MISTAFLEX H9915	39,60
Fase externa	
Glicerina	97,1
CP9 SOKALAN	28,7
Caseinato de amônio	0,57
Ácido	2,25
Água	350
TETA, solução de 50 %	17,6
Estabilizador	
Invalon	71,83
Kelzan CC	0,64
Antiespumante	0,01
Glicerina	48,15
Proxel GXL	0,64
Cáustica	0,22
Tampão	1,43

[000316] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
945A	9,72	6,02
945B	13,22	8,23
945C	12,48	7,84

Exemplo 24. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000317] Foi preparada uma dispersão aquosa de acetocloro microencapsulado (designada formulação 949). A formulação 949 foi preparada usando MISTAFLEX e TETA Amina em razões equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato de aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para Exxsol D-130, e uma proporção relativamente pequena de Exxsol D-130 foi usada.

[000318] Para preparar a formulação, a fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Peso do componente (g)
Fase interna	
Acetocloro	174,25
Exxsol D-130	9,1
MISTAFLEX H9915	13,1

Fase externa	
Glicerina	32,0
CP9 SOKALAN	9,5
Caseinato de amônio	0,2
Ácido	0,75
Água	115,3
TETA, solução de 50 %	5,8
Estabilizador	
Invalon	23,65
Kelzan CC	0,21
Antiespumante	0
Glicerina	15,85
Proxel GXL	0,21
Cáustica	0,07
Tampão	0,47

[000319] A dispersão aquosa de microcápsulas foi preparada substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1 e tinha uma tamanho médio de partícula 10,59 µm e um desvio padrão de 6,45 µm.

Exemplo 25. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000320] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 951A e 951B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR V, e neste exemplo, a proporção relativa de ISOPAR V foi reduzida à metade em relação ao exemplo 22. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000321] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 951A e 951B
Fase interna	Peso do componente (g)
Acetocloro	352,70
ISOPAR V	18,42
MISTAFLEX H9915	26,40
Fase externa	
Glicerina	64,70
CP9 SOKALAN	19,10
Caseinato de amônio	0,39
Ácido	1,45
Água	233,3
TETA, solução de 50 %	11,73
Estabilizador	
Invalon	47,89
Kelzan CC	0,43
Antiespumante	0,01
Glicerina	32,10
Proxel GXL	0,43
Cáustica	0,15
Tampão	0,96

[000322] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de

partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
951A	11,28	7,53
951B	8,30	5,48

Exemplo 26. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000323] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 954A e 954B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para Exxsol D-130. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000324] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 954A e 954B
Fase interna	Peso do componente (g)
Acetocloro	352,7
Exxsol D-130	36,85
MISTAFLEX	27,71
Fase externa	
Glicerina	60,80
CP9 SOKALAN	17,9
Caseinato de amônio	0,37
Ácido	1,28

Componente	Form. 954A e 954B
Água	218,39
TETA, solução de 50 %	12,31
Estabilizador	
Invalon	47,89
Kelzan CC	0,43
Antiespumante	0,01
Glicerina	32,10
Proxel GXL	0,43
Cáustica	0,15
Tampão	0,96

[000325] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio padrão (μm)
954A	9,83	6,04
954B	7,7	

Exemplo 27. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000326] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 957A e 957B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares

de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para ISOPAR L. Os tamanhos médios de partícula de cada uma das várias formulações foram controlados variando a velocidade de mistura durante a emulsificação.

[000327] Ao preparar essas formulações, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Formas. 957A e 957B
Fase interna	Peso do componente (g)
Acetocloro	353,0
L ISOPAR	36,90
MISTAFLEX H9915	27,7
Fase externa	
Glicerina	60,6
CP9 SOKALAN	17,9
Caseinato de amônio	0,37
Ácido	1,35
Água	218,40
TETA, solução de 50 %	12,31
Estabilizador	
Invalon	47,89
Kelzan CC	0,43
Antiespumante	0,01
Glicerina	32,10
Proxel GXL	0,43
Cáustica	0,15
Tampão	0,96

[000328] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas

de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
957A	10,46	6,38
957B	8,01	5,13

Exemplo 28. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000329] Foram preparadas duas dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 960A e 960B). Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,05:1. Além disso, o solvente interno foi alterado de NORPAR 15 para Exxsol D-130, e uma proporção maior de Exxsol D-130 foi usada em relação ao exemplo 22.

[000330] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 960A	Form. 960B
Fase interna	Peso do componente (g)	
Acetocloro	352,70	
Exxsol D-130	36,83	
MISTAFLEX H9915	27,70	
Fase externa		

Componente	Form. 960A	Form. 960B
Glicerina	60,6	
CP9 SOKALAN	17,9	
Caseinato de amônio	0,37	
Ácido	1,35	
Água	218,40	
TETA, solução de 50 %	6,10	6,09
Estabilizador		
Invalon	47,89	
Kelzan CC	0,43	
Antiespumante	0,01	
Glicerina	32,10	
Proxel GXL	0,43	
Cáustica	0,15	
Tampão	0,96	

[000331] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Duas soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
960A	10,60	6,51
960B	6,65	4,55

Exemplo 29. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000332] As formulações 934, 936B, 941C, 951B e 954B (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 20, 21, 22, 25 e 26) foram aplicadas a soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) culturas sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 14 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 35 (lesão de soja) e Fig. 36 (lesão de algodão).

[000333] As formulações neste estudo tinham tamanho aumentado de cápsula em relação ao DEGREE (tamanho de cápsula de aproximadamente 3 μm) e solventes diferentes dentro da cápsula (Norpar é usado para formular DEGREE). Todas as formulações forneceram melhor segurança de soja do que DEGREE com formulações 934, 941C, e 954B mostrando a quantidade mínima de lesão. Ver Fig. 35. Todas as formulações também mostraram menos lesão de algodão do que DEGREE, mas apenas nas taxas mais alta testadas. Veja Fig. 36. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
934	58	73
936B	70	90
941C	52	63
951B	78	95
954B	54	63
DEGREE	129	179

[000334] As formulações 934, 936B, 941C, 951B, 949 (formuladas

como descrito acima no exemplo 24), 954B também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). nas figuras 37, 38 e 39, apresentam-se os dados de eficácia de controle de ervas daninhas.

[000335] O Controle de ervas daninhas pré-emergência com essas formulações destacou algumas diferenças entre essas formulações. O Controle de pigweeds redroot mostrou as formulações 934, 949 e 954B como sendo menos eficazes do que DEGREE em duas taxas de aplicação. Ver Fig. 37. As formulações restantes forneceram controle que foi equivalente ou superior ao indicado por DEGREE. Note a falta de controle com Dual II MAGNUM. Barnyardgrass, provavelmente o indicador mais confiável neste ensaio, mostrou controle mais fraco com formulações 934 e 941C nas duas taxas de aplicação mais baixas. Veja Fig. 38. Todas as outras formulações estavam equivalentes próximas a DEGREE. O Controle de foxtail amarelo indicou novamente algum enfraquecimento com a formulação 941C. Veja Fig. 39. Controle mais fraco também foi visto com as formulações 936B e 949 na taxa mais baixa testada. Todas as formulações eram claramente superiores ao Dual Magnum no controle de pigweeds redroot, as diferenças eram menos aparentes versus as espécies de ervas daninhas de grama neste estudo.

Exemplo 30. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000336] As Formulações 941B, 945A, 945C, 951A, 957A e 960A (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 22, 23, 25, 27 e 28) foram aplicadas às culturas de soja tolerante a glifosato

(ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 14 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 40 (lesão de algodão) e Fig. 41 (lesão de soja).

[000337] Estas formulações continham novamente tamanhos maiores de cápsulas e solventes diferentes dentro da cápsula. Todas as formulações forneceram melhor segurança de algodão do que DEGREE em todas as taxas de aplicação. Ver a Fig. 40. A melhor segurança de cultura foi evidente com as formulações 941B, 957A e 960A. As diferenças foram menos aparentes em soja devido à menor lesão global. Ver a Fig. 41. No entanto, as formulações 941B e 960A novamente mostraram significativamente menos danos do que DEGREE em todas as taxas de aplicação. Taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução de SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para a taxa de liberação de 960A de formulação e de DEGREE.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
960A	52	64
DEGREE	129	179

As Formulações 941B, 945A, 945C, 951A, 957A e 980A também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparados com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e HARNESS. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras

42, 43 e 44. Todas as formulações experimentais neste estudo forneceram controle mais completo de foxtail amarelo através de todas as taxas de aplicação. Veja a Fig. 42. Em relação à barnyardgrass, apenas as formulações 951A e 960A forneceram controle equivalente ao DEGREE em todas as taxas. Veja a Fig. 43. Controle de ervas daninhas de redroot foi maior do que DEGREE com as formulações 960A, 957A e 954A. Veja a Fig. 44. Todos os outros foram essencialmente equivalentes.

Exemplo 31. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000338] As formulações 939, 941A, 954A, 957B e 960B (preparado de acordo com os métodos descritos em exemplos 20, 22, 26, 27 e 28) foram aplicadas a culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade 13 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 45 (lesão de soja) e Fig. 46 (lesão de algodão). formulações 960B e 957B foram ambos ligeiramente menos prejudiciais do que DEGREE versus soja e significativamente menos prejudiciais versus algodão em todas as taxas. Ver as figuras 45 e 46. Todas as outras formulações também foram menos prejudiciais do que DEGREE, mas não tinham eficácia suficiente para ser de interesse adicional. Veja abaixo. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de algumas das formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
941A	56	64
954A	53	64
957B	68	87
960B	70	86
DEGREE	129	179

[000339] As formulações 939, 941A, 954A, 957B e 960B também foram testados em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, HARNESS e DUAL II MAGNUM. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*), Yellow foxtail (*Setaria lutescens*) e beldroega. Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 47 até 50. O Controle de ervas daninhas pré-emergência com essas formulações experimentais mostrou que 957B e 960B têm eficácia igual ou melhor do que a do DEGREE em todas as espécies. Ver figuras 47 até 50.

Exemplo 32. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000340] As Formulações 936B, 941B, 951B, 957B, 960A e 960B (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 21, 22, 25, 27 e 28) foram aplicadas a culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex – variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE, DUAL II MAGNUM e TOPNOTCH comerciais, disponível a partir do Dow AgroSciences. TOPNOTCH contém 33,7% Acetocloro e 66,3% ingredientes de propriedade, incluindo dichlormid. As formulações foram aplicadas em plantas de soja

e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade. Os resultados são mostrados na Fig. 51 (lesão de soja 19 DAT), Fig. 52 (lesão de algodão 19 DAT), Fig. 53 (lesão de algodão 15 DAT) e Fig. 54 (lesão de soja 15 DAT).

[000341] As formulações 960A, 941B, 951B e 936B foram avaliadas contra HARNESS, DEGREE, DUAL II MAGNUM e formulação 3997 (preparada de acordo com o método descrito no exemplo 3). A melhor segurança de cultura entre formulações 936B, 941B, 951B e 960A no presente estudo foi vista com formulação 941B. Ver as figuras 51 e 52. Esta formulação mostrou significativamente melhor segurança de algodão e soja do que DEGREE em todas as taxas de aplicação. As formulações 960A, 951B e 936B eram geralmente equivalentes à formulação 3997. mostraram lesão de soja semelhante à observada com DEGREE, mas foram significativamente mais seguros em todas as taxas de algodão. A única exceção foi a formulação 936B, que era semelhante à DEGREE em algodão na taxa elevada de aplicação. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de algumas das formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
936B	70	90
951B	78	95
960A	52	64
960B	70	86
DEGREE	129	179

[000342] As formulações 960B e 957B foram avaliadas neste estudo versus DEGREE, DUAL II MAGNUM, TOPNOTCH e formulação 3997. Ambas as formulações mostraram segurança de soja e algodão que era equivalente ao observado com a formulação 3997. Ver as figuras 53 e

54. Todos as três formulações foram substancialmente mais seguros do que os padrões comerciais. TOPNOTCH provou ser a formulação mais prejudicial.

[000343] As formulações 960B, 941B, 951B, 957B, 960A e 936B também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, HARNESS, DUAL II MAGNUM e formulação 3997. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam pigweeds redroot (*Amaranthus retroflexus*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*), Yellow foxtail (*Setaria lutescens*) e beldroega (*Portulaca oleracea*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados em figuras 53 a 56.

[000344] As formulações 960A e 941B foram ambas substancialmente menos eficazes no controle de barnyardgrass e foxtail amarelo do que os padrões comerciais. Ver as figuras 53 e 54. As formulações 936B e 951B foram melhores do que ou igual à formulação 3997 na eficácia de controle de ervas daninhas. Entre estes três o melhor controle de ervas daninhas foi obtido com formulação 936B.

Exemplo 33. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000345] As Formulações 957B, 960B, 951B e 936B (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 21, 25, 27 e 28) foram aplicadas a culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais e formulação 3997 (preparadas conforme descrito no exemplo 3). As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em

relação à fitotoxicidade 15 dat. Os resultados são mostrados na Fig. 57 (lesão de soja) e Fig. 58 (lesão de algodão).

[000346] Lesão de soja pós-emergência mostrou que todas as quatro formulações experimentais eram equivalente à formulação 3997. Veja a Fig. 57. Estas mostraram segurança de cultura significativamente melhor do que o DEGREE e DUAL II MAGNUM na taxa elevada e HARNESS em todas as taxas de aplicação. Lesão de algodão para as formulações experimentais foi semelhante àquela da formulação 3997 e significativamente melhor do que HARNESS e DUAL II MAGNUM nas duas taxas mais elevadas e DEGREE na taxa mais alta. Ver a Fig. 58. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
957B	68	87
960B	70	86
951B	78	95
936B	70	90
DEGREE	129	179

[000347] Formulações 936B, 960B, 951B e 957B também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, HARNESS e DUAL II MAGNUM. As espécies de ervas daninhas testadas incluíam Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*), Yellow foxtail (*Setaria lutescens*) e Azevém anual (*Lolium multiflorum*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 59 a 61.

[000348] Formulações 951B e 936B forneceram consistentemente a melhor eficácia de controle de ervas daninhas em toda as espécies

entre as formulações experimentais. Em relação ao foxtail amarelo estas duas formulações forneceram controle que foi igual ao HARNESS, melhor do que DEGREE e um pouco melhor do que a formulação 3997 e DUAL II MAGNUM. Veja a Fig. 59. formulações 960B e 957B foram ambas iguais à formulação 3997 em taxas mais elevadas, mas foram mais fracos em taxa mais baixa. formulações 957B, 951B e 936B foram iguais ou melhores do que os padrões na maioria das taxas de aplicação no controle de barnyardgrass. Veja a Fig. 60. A formulação 960B foi menos eficaz. O Controle de Azevém perene mostrou que as formulações 936B, 951B e 960B eram iguais ao DEGREE e formulação 3997. Veja a Fig. 59. A formulação 957B neste caso foi menos eficaz.

Exemplo 34. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000349] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 993A, 993B e 993C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. Nestas formulações a carga de acetocloro de cerca de 38% em peso, que é relativamente menor do que a carga de Acetocloro em DEGREE.

[000350] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 993A	Form. 993B	Form. 993C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	483,0		
NORPAR 15	25,0		
MISTAFLEX H9915	35,20		

Componente	Form. 993A	Form. 993B	Form. 993C
Fase externa			
Glicerina	108,0		
CP9 SOKALAN	31,82		
Caseinato de amônio	0,64		
Ácido	2,40		
Água	389,0		
TETA, solução de 50%	5,90	5,87	5,86
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000351] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
993A	7,86	5,36
993B	10,95	6,64
993C	13,9	10,4

Exemplo 35. Preparação de dispersões aquosas de

Acetocloro microencapsulado

[000352] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 997A, 997B e 997C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. nestas formulações, a carga de acetocloro de cerca de 40% em peso, que é relativamente menor do que a carga de Acetocloro em DEGREE.

[000353] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 997A	Form. 997B	Form. 997C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	508,40		
NORPAR 15	26,30		
MISTAFLEX H9915	37,10		
Fase externa			
Glicerina	101,90		
CP9 SOKALAN	30,05		
Caseinato de amônio	0,61		
Ácido	2,25		
Água	367,0		
TETA, solução de 50 %	6,21	6,23	6,22
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		

Proxel GXL	0,64
Cáustica	0,22
Tampão	1,43

[000354] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
997A	7,73	5,17
997B	10,56	6,66
997C	13,38	9,21

Exemplo 36. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000355] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 601A, 601B e 601 C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. Nessas formulações, o carregamento de Acetocloro foi aproximadamente igual ao DEGREE.

[000356] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 601A	Form. 601B	Form. 601C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	534,60		
NORPAR 15	27,65		
MISTAFLEX H9915	39,0		
Fase externa			
Glicerina	95,66		
CP9 SOKALAN	28,22		
Caseinato de amônio	0,58		
Ácido	2,25		
Água	345,0		
TETA, solução de 50 %	6,54	6,53	6,54
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000357] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interno, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
601A	8,13	5,23
601B	11,08	7,44
601C	14,64	10,46

Exemplo 37. Estudo de segurança de controle de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000358] As formulações 993A, 993B, 993C, 997A, 997C e 601C (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos de 34 a 36) foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 14 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 62 (lesão de algodão) e Fig. 63 (lesão de soja).

[000359] Todas as formulações experimentais demonstraram significativamente menor lesão de soja do que DEGREE em duas taxas mais altas de aplicação. Lesão de algodão mostrou três formulações, 993A, 993C e 997A como sendo tão prejudiciais quanto DEGREE na taxa mais alta de aplicação. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
993A	81	108
993B	64	86

C 993	50	69
997A	79	106
C 997	53	73
C 601	74	94
DEGREE	134	217

[000360] As formulações 993A, 993B, 993C, 997A, 997C e 601C também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, HARNESS e DUAL II MAGNUM. As espécies de ervas daninhas testadas foram Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 64 e 65.

[000361] A Formulação 993A foi a única formulação a fornecer controle de barnyardgrass que foi equivalente ao DEGREE em todas as taxas de aplicação. Veja a Fig. 64. O Controle de foxtail amarelo mostrou formulações 993A e 993B como sendo iguais ou melhores do que DEGREE. Veja a Fig. 65. A Atividade mais fraca entre estas duas espécies foi vista com as formulações 997C e 601C. Houve uma clara tendência de baixa eficácia à medida que o tamanho da cápsula aumentou.

Exemplo 38. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000362] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 609A, 609B e 609C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. Estas formulações, carga de acetocloro de cerca de 33% em peso, que é relativamente menor do que a carga de Acetocloro em DEGREE.

[000363] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase

interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 609A	Form. 609B	Form. 609C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	418,10		
NORPAR 15	21,70		
MISTAFLEX H9915	30,56		
Fase externa			
Glicerina	123,10		
CP9 SOKALAN	36,32		
Caseinato de amônio	0,74		
Ácido	2,84		
Água	443,6		
TETA, solução de 50 %	5,12	5,11	5,13
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000364] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
609A	3,28	2,63
609B	11,61	7,22
609C	12,65	7,66

[000365] Exemplo 39. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000366] As Formulações 609A, 609B e 609C (preparadas de acordo com os métodos descritos no exemplo 38) foram aplicadas em cultura de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (AG 4403) e algodão tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações HARNESS, DEGREE, DUAL II MAGNUM e TOPNOTCH comerciais. As formulações foram aplicadas em plantas de soja e algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 13 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 66 (lesão de soja) e Fig. 67 (lesão de algodão). Formulações 609B e 609C forneceram a melhor segurança de cultura entre formulações experimentais.

[000367] As formulações 609A, 609B e 609C também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, HARNESS, DUAL II MAGNUM e TOPNOTCH. As espécies de ervas daninhas testadas foram Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 68 e 69.

[000368] A Formulação 609A forneceu os mais altos níveis de controle de ervas daninhas entre as formulações experimentais. Ver as figuras 68 e 69. Uma vez que esta formulação teve o menor tamanho de

cápsula esse resultado não é surpreendente. embora as outras duas formulações tenham sido menos eficazes, forneceram ainda controle de ervas daninhas que era comparável ao DEGREE.

Exemplo 40. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000369] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 613A, 613B e 613C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. Formulações 613A, 613B e 613C foram preparadas usando uma proporção maior de componentes de parede de invólucro em relação ao DEGREE comercialmente disponível. A formulação de DEGREE emprega cerca de 8% por componentes de parede de invólucro de peso em comparação com o Acetocloro de carga. Por comparação, formulações 613A, 613B e 613C foram preparadas com 16% em peso de componentes de parede de invólucro em comparação com a carga de Acetocloro.

[000370] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 613	Form. 613B	Form. 613C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	507,0		
NORPAR 15	26,30		
MISTAFLEX H9915	81,01		
Fase externa			
Glicerina	88,81		
CP9 SOKALAN	26,2		

Caseinato de amônio	0,52		
Ácido	1,96		
Água	320,0		
TETA, solução de 50 %	13,56	13,56	13,57
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000371] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
613ª	3,24	3,37
613B	7,73	5,18
613C	10,90	7,88

Exemplo 41. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000372] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 617A, 617B e 617C) foram preparadas. Estas

formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,25:1. As Formulações 617A, 617B e 617C foram preparadas usando uma proporção semelhante relativa dos componentes de parede de invólucro em relação ao DEGREE.

[000373] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 617A	Form. 617B	Form. 617C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	506,78		
NORPAR 15	26,33		
MISTAFLEX H9915	35,48		
Fase externa			
Glicerina	102,2		
CP9 SOKALAN	31,1		
Caseinato de amônio	0,62		
Ácido	2,85		
Água	368,3		
TETA, solução de 50 %	6,20	6,20	6,21
Estabilizador			
Invalon	71,83		
Kelzan CC	0,64		
Antiespumante	0,01		
Glicerina	48,15		
Proxel GXL	0,64		
Cáustica	0,22		
Tampão	1,43		

[000374] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas

substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
617A	7,10	4,67
617B	8,93	5,75
617C	11,23	6,86

Exemplo 42. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000375] Quatro dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulação 621A, 621B, 621C e 621D) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 621A, 621B, 621C e 621D foram preparadas usando uma proporção maior de componentes de parede de invólucro em relação ao DEGREE mas uma proporção menor em comparação com as formulações acima descritas no exemplo 40. As Formulações 621A, 621B, 621C e 621D foram preparadas com 12% em peso de componentes de parede de invólucro em comparação com o Acetocloro de carga.

[000376] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador

foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 621A	Form. 621B	Form. 621C	Form. 621D
Fase interna	Peso do componente (g)			
Acetocloro	675,72			
NORPAR 15	35,10			
MISTAFLEX H9915	77,3			
Fase externa				
Glicerina	127,6			
CP9 SOKALAN	37,90			
Caseinato de amônio	0,25			
Ácido	3,0			
Água	461,0			
TETA, solução de 50 %	9,72	9,72	9,72	9,73
Estabilizador				
Invalon	95,77			
Kelzan CC	0,86			
Antiespumante	0,02			
Glicerina	64,20			
Proxel GXL	0,86			
Cáustica	0,29			
Tampão	1,91			

[000377] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Quatro soluções separadas de amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de

partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
621A	6,70	4,42
621B	8,88	5,89
621C	2,48	2,43
621D	11,53	7,02

Exemplo 43. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000378] As Formulações 613B, 613C, 617A, 617B, 621A e 621B (preparadas de acordo com os métodos descritos em exemplos 40 até 42) foram aplicadas e culturas de algodão (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais e formulação 3997. As formulações foram aplicadas em plantas de algodão pós-emergentes e medidas em relação à fitotoxicidade 20 dat. Os resultados são mostrados na Fig. 70.

[000379] As Formulações 617B, 621B, 613B e 613C, forneceram segurança de algodão pós-emergente ("POE") que era equivalente à formulação 3997. Veja a Fig. 70. A lesão mínima entre as formulações experimentais foi mostrada por formulações 613B e 613C, que tinham a maior percentagem de componente da parede de invólucro. As Formulações 617A e 621A mostraram lesão significativamente maior do que a formulação 3997, mas menor do que o visto com DEGREE e DUAL II MAGNUM. Ambas as formulações têm menor tamanho de cápsula, demonstrando mais uma vez a importância do tamanho da cápsula para segurança de cultura. Taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as

taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
613B	52	65
613C	45	55
617A	77	97
617B	79	95
621A	100	123
621B	65	82
DEGREE	127	182
DEGREE	118	174

[000380] As formulações 613B, 613C, 617A, 617B, 621A e 621B também foram testadas em relação à eficácia de controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE e DUAL II MAGNUM. As espécies de ervas daninhas testadas foram Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 71 e 72.

[000381] Dados de controle de ervas daninhas mostraram as formulações 613B e 613C como sendo menos eficazes entre as formulações experimentais no controle de foxtail amarelo, embora o controle fosse semelhante aos padrões. Veja a Fig. 71. Isto sugere que a parede do invólucro mais espessa com estas duas formulações está diminuindo a liberação do Acetocloro. Isso ficou evidente em menor grau, no controle de barnyardgrass. Veja a Fig. 72.

Exemplo 44. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000382] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 660A, 660B e 660 C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares

de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 660A, 660B e 660C foram preparadas tendo um carregamento de acetocloro de cerca de 33% em peso, que é uma proporção relativamente menor de acetocloro em relação ao DEGREE.

[000383] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 660A	Form. 660B	Form. 660C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	524,1		
NORPAR 15	27,0		
MISTAFLEX H9915	38,32		
Fase externa			
Glicerina	146,40		
CP9 SOKALAN	43,22		
Caseinato de amônio	0,88		
Ácido	3,15		
Água	527,40		
TETA, solução de 50 %	6,43	6,42	6,45
Estabilizador			
Invalon	108,38		
Kelzan CC	0,97		
Antiespumante	0,02		
Glicerina	72,65		
Proxel GXL	0,97		
Cáustica	0,33		
Tampão	2,16		

[000384] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de

estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulações	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
660A	12,50	8,59
660B	10,13	7,69
660C	6,83	4,77

Exemplo 45. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000385] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 664A, 664B e 664C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 664A, 664B e 664C foram preparadas para ter um carregamento de Acetocloro de cerca de 33% em peso, que é proporção relativamente menor de acetocloro em relação ao DEGREE. Além disso, as formulações 664A, 664B e 664 C foram preparadas usando um solvente de fase interna diferente, ISOPAR L, em comparação com NORPAR como usado na acima exemplo 44.

[000386] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 664A	Form. 664B	Form. 664C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	524,10		
ISOPAR L	54,10		
MISTAFLEX H9915	40,15		
Fase externa			
Glicerina	140,40		
CP9 SOKALAN	41,40		
Caseinato de amônio			
Ácido	3,10		
Água	506,0		
TETA, solução de 50 %	6,75	6,75	6,74
Estabilizador			
Invalon	108,38		
Kelzan CC	0,97		
Antiespumante	0,02		
Glicerina	72,65		
Proxel GXL	0,97		
Cáustica	0,33		
Tampão	2,16		

[000387] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
664A	6,84	5,24
664B	8,27	5,47
664C	9,35	5,95

Exemplo 46. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000388] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 668A, 668B e 668C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 668A, 668B e 668C foram preparadas para ter um carregamento de Acetocloro de cerca de 33% em peso, que é proporção relativamente menor de acetocloro em relação ao DEGREE. Além disso, as formulações 668A, 668B e 668C foram preparadas usando um solvente de fase interna diferente, Exxsol D-110, em comparação com NORPAR como usado no exemplo 44 acima.

[000389] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Formas. 668A, 668B, 668C
Fase interna	Peso do componente (g)
Acetocloro	524,10
Exxsol D-110.	54,10
MISTAFLEX H9915	40,15
Fase externa	
Glicerina	140,30
CP9 SOKALAN	41,40

Caseinato de amônio	0,85
Ácido	3,05
Água	506,0
TETA, solução de 50 %	20,36
Estabilizador	
Invalon	108,38
Kelzan CC	0,97
Antiespumante	0,02
Glicerina	72,65
Proxel GXL	0,97
Cáustica	0,33
Tampão	2,16

[000390] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa, Amina e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
668A	6,75	4,55
668B	7,02	4,75
668C	9,75	6,16

Exemplo 47. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000391] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 672A, 672B e 672C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES

N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 672A, 672B e 672C foram preparadas tendo um carregamento de Acetocloro de cerca de 33% em peso, que é proporção relativamente menor de acetocloro em relação ao DEGREE. Além disso, as formulações 672A, 672B e 672C foram preparadas usando um solvente de fase interna diferente, ISOPAR V, em comparação com NORPAR como usado no exemplo 44 acima.

[000392] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 672A	Form. 672B	Form. 672C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	524,1		
ISOPAR V	27,1		
MISTAFLEX H9915	38,3		
Fase externa			
Glicerina	146,4		
CP9 SOKALAN	43,2		
Caseinato de amônio	0,88		
Ácido	3,25		
Água	521,4		
TETA, solução de 50 %	6,40	6,42	6,43
Estabilizador			
Invalon	108,38		
Kelzan CC	0,97		
Antiespumante	0,02		
Glicerina	72,65		

Componente	Form. 672A	Form. 672B	Form. 672C
Proxel GXL	0,97		
Cáustica	0,33		
Tampão	2,16		

[000393] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
672A	8,13	5,35
672B	8,82	5,71
672C	10,82	7,59

Exemplo 48. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000394] As Formulações 664A, 664B, 664C, 668B, 668C e 660C (preparadas de acordo com os métodos descritos em exemplos 44 através de 47) foram aplicadas em culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) e algodão (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais e formulação 3997. As formulações foram aplicadas em plantas de algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade 20 dat. Os resultados são

mostrados na Fig. 73 (lesão de soja) e Fig. 74 (lesão de algodão).

[000395] A Formulação 664B mostrou que a melhor segurança das culturas em soja e juntamente com formulações 668B e 668C mostrou melhor segurança de cultura que DEGREE em todas as taxas de aplicação. Veja a Fig. 73. a formulação 660C forneceu segurança de soja que não foi melhor do que a encontrada com DEGREE. As formulações 664B, 664C e 668C mostraram a melhor segurança de culturas de algodão, embora todas as formulações experimentais fornecessem segurança de cultura significativamente melhor do que DEGREE. Veja a Fig. 74. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
664A	98	118
664B	75	89
664C	68	83
668B	81	94
668C	59	69
660C	118	144

[000396] As Formulações 664A, 664B, 664C, 668B, 668C e 660C também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, DUAL II MAGNUM e formulação 3997. As espécies de ervas daninhas testadas foram Crabgrass (*Digitaria sanguinalis*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). nas figuras 75, 76 e 77, apresentam-se os dados de eficácia de controle de ervas daninhas.

[000397] As Formulações 664A e 660C forneceram consistentemente a melhor eficácia de controle de ervas daninhas em toda a espécie entre

as formulações experimentais. Ambas as formulações eram comparáveis com os padrões, DEGREE e DUAL II MAGNUM no controle de crabgrass. Veja a Fig. 75. Todas as outras formulações foram menos eficazes com a formulação 664C e 668B mostrando o desempenho pior. Uma resposta semelhante foi vista no controle de barnyardgrass com 664A de formulações e 660C fornecendo controle igual aos padrões. Veja a Fig. 76. Formulação 664B foi um pouco menos eficaz e formulação 664C forneceu o controle mais fraco. As Formulações 664A e 660C novamente mostraram o melhor controle de foxtail amarelo e eram muito similares a DUAL II MAGNUM. Veja a Fig. 77. A formulação 664B foi ligeiramente menos eficaz, mas comparável ao DEGREE. Como visto com crabgrass as formulações 664C e 668B forneceram o controle mais fraco. Com base na cultura de segurança e eficácia de controle de ervas daninhas a melhor formulação testada neste grupo foi formulação 664B.

Exemplo 49. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000398] As Formulações 660A, 660B, 668A, 672A, 672B e 672C (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 44 até 47) foram aplicadas a culturas de soja tolerante ao glifosato (ROUNDUP READY) e algodão (ROUNDUP READY) tolerante ao glifosato (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais e formulação 3997. As formulações foram aplicadas em plantas de algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade 14 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 78 (lesão de soja) e Fig. 79 (lesão de algodão).

[000399] As aplicações pós-emergência em soja mostram todas as formulações como sendo mais seguras do que DUAL II MAGNUM, em

todas as taxas e mais seguras do que DEGREE na maioria das taxas. Veja a Fig. 78. A lesão geral de cultura pareceu um pouco mais elevada com as formulações 972B e 972A. Uma resposta idêntica foi vista com aplicações pós-emergência em algodão, embora a lesão geral de cultura fosse menor do que visto em soja. Veja a Fig. 79.

[000400] As Formulações 660A, 660B, 668A, 672A, 672B e 672C também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, DUAL II MAGNUM e formulação 3997. As espécies de ervas daninhas testadas foram Crabgrass (*Digitaria sanguinalis*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). nas figuras 80, 81 e 82, apresentam-se os dados de eficácia de controle de ervas daninhas.

[000401] As formulações 672A, 672B e 672C forneceram consistentemente a melhor eficácia de controle de ervas daninhas em toda a espécie entre as formulações experimentais. Estes três formulações juntamente com formulações 660B e 668A foram todas comparáveis ao DEGREE de controle de foxtail amarelo. Veja a Fig. 80. As Formulações 672A, 672B e 672C eram mais próximas a DUAL II MAGNUM em todas as taxas de aplicação, enquanto formulações 668A e 660B eram mais fracas na taxa mais baixa. A formulação 660A forneceu o controle de foxtail amarelo mais pobre. As formulações 672A, 672B e 672C novamente foram mais próximas aos padrões de controle de crabgrass. Veja a Fig. 81. As formulações 660B e 668A foram menos eficazes, com a formulação 660A mostrando mais uma vez o controle mais pobre. O Controle de Barnyardgrass mostrou que as formulações 672A, 672B e 672C são comparáveis ao DUAL II MAGNUM através de taxas de aplicação e melhores do que DEGREE na taxa mais baixa. Veja a Fig. 82. As formulações 668A e 660B eram similares ao DEGREE e a formulação 660A voltou a ser a com desempenho mais fraco.

Exemplo 50. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000402] Três dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 680A, 680B e 680 C) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 680A, 680B e 680 C foram preparadas tendo um carregamento de acetocloro de cerca de 33% em peso, que é proporção relativamente menor de acetocloro em relação ao DEGREE.

[000403] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 680A	Form. 680B	Form. 680C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	524,10		
NORPAR 15	27,10		
MISTAFLEX H9915	38,3		
Fase externa			
Glicerina	146,4		
CP9 SOKALAN	43,20		
Caseinato de amônio	0,88		
Ácido	3,50		
Água	527,40		
TETA, solução de 50 %	6,42	6,43	6,42
Estabilizador			
Invalon	108,38		
Kelzan CC	0,97		

Antiespumante	0,02
Glicerina	72,65
Proxel GXL	0,97
Cáustica	0,33
Tampão	2,16

[000404] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (μm)	Desvio-padrão (μm)
680A	9,29	6,08
680B	7,60	5,04
680C	6,70	4,51

Exemplo 51. Preparação de dispersões aquosas de Acetocloro microencapsulado

[000405] Quatro dispersões aquosas de acetocloro microencapsulado (designadas formulações 684A, 684B, 684C e 684D) foram preparadas. Estas formulações foram preparadas usando a mistura MISTAFLEX DES N3200 e DES W e uma única Amina, TETA. A razão de equivalentes molares de equivalentes molares de amina para equivalentes molares de isocianato foi aproximadamente 1,2:1. As Formulações 684A, 684B, 684C e 684D foram preparadas tendo um carregamento de acetocloro de cerca de 33% em peso, que é proporção relativamente menor de Acetocloro em relação ao DEGREE. Além

disso, as formulações 684A, 684B e 684C foram preparadas usando uma maior concentração relativa de solvente NORPAR, em comparação com as formulações descritas no exemplo 49. A proporção do solvente NORPAR em formulações 684A, 684B, 684C e 684D foi cerca de 2,14% em peso, em comparação com 1,8% em peso em formulações preparadas no exemplo 50. Nesse sentido, a razão do peso de Acetocloro para o peso de diluente NORPAR 15 foi aproximadamente 16:1, em comparação com aproximadamente 19:1 nas formulações 680A, 680B e 680C de exemplo 50.

[000406] Para preparar a formulação, grandes bateladas de cada fase interna, a fase externa, a solução de Amina e a solução de estabilizador foram preparadas que contêm os componentes e as quantidades mostradas na tabela a seguir:

Componente	Form. 684A	Form. 684B	Form. 684C
Fase interna	Peso do componente (g)		
Acetocloro	524,10		
NORPAR 15	32,50		
MISTAFLEX H9915	38,60		
Fase externa			
Glicerina	145,2		
CP9 SOKALAN	42,90		
Caseinato de amônio	0,88		
Ácido	3,30		
Água	523		
TETA, solução de 50 %	6,49	6,48	6,49
Estabilizador			
Invalon	108,38		
Kelzan CC	0,97		
Antiespumante	0,02		
Glicerina	72,65		

Proxel GXL	0,97
Cáustica	0,33
Tampão	2,16

[000407] As dispersões aquosas de microcápsulas foram preparadas substancialmente conforme descrito acima no exemplo 1. Para preparar cada formulação, a grande fase interna, fase externa e bateladas de estabilizador foram divididas em bateladas de peso aproximadamente igual menores e combinados conforme descrito no exemplo 1. Três soluções de Amina separadas foram usadas para iniciar a polimerização. Durante emulsificação, a velocidade do misturador foi variada, controlando o misturador para atingir tamanhos médios de partícula como mostrado na tabela:

Tabela. Parâmetros de tamanho de partícula

Formulação	Tamanho médio de partícula (µm)	Desvio-padrão (µm)
684ª	8,36	5,59
684B	7,04	4,78
684C	6,33	4,35
684D	10,3	----

Exemplo 52. Estudo de segurança de cultura de soja e algodão e eficácia de controle de ervas daninhas Pós-emergência usando formulações de acetocloro microencapsulado da invenção

[000408] Formulações 680A, 680B, 680C, 684A, 684C e 684D (preparadas de acordo com os métodos descritos nos exemplos 50 e 51) foram aplicadas a culturas de soja tolerante a glifosato (ROUNDUP READY) e algodão tolerante a glifosato (ROUNDUP READY) (RR Flex - variedade de estação curta a média) sob condições de estufa. Estas formulações foram testadas contra formulações DEGREE e DUAL II MAGNUM comerciais e formulação 3997. As formulações foram aplicadas em plantas de algodão pós-emergente e medidas em relação à fitotoxicidade 16 DAT. Os resultados são mostrados na Fig. 83 (lesão

de soja) e Fig. 84 (lesão de algodão).

[000409] Todas as formulações experimentais forneceram melhor segurança de soja do que DUAL II MAGNUM em todas as taxas de aplicação. Veja a Fig. 83. Comparações com DEGREE mostraram a mesma relação exceto para formulação 680C, que mostrou lesão semelhante na taxa média de aplicação. Um nível surpreendentemente elevado de lesão foi observado com a formulação 3997. Todas as formulações experimentais e formulação 3997 também mostraram significativamente menos lesão de algodão do que DUAL II MAGNUM em todas as taxas. Veja a Fig. 84. Comparações com DEGREE mostraram todas as formulações como sendo menos prejudiciais à taxa de aplicação mais alta. As taxas de liberação foram medidas em um aparelho de teste de dissolução SOTAX AT-7 de acordo com o método descrito neste documento. Consulte a tabela a seguir para as taxas de liberação de formulações testadas.

Formulação	Liberação às 6 horas (ppm)	Liberação às 24 horas (ppm)
680A	67	79
680B	82	106
680C	78	103
684A	69	92
684C	62	78
684D	80	104

[000410] As Formulações 680A, 680B, 680C, 684A, 684C e 684D também foram testadas em relação à eficácia do controle de ervas daninhas e comparadas com a eficácia de controle de ervas daninhas de DEGREE, DUAL II MAGNUM e formulação 3997. As espécies de ervas daninhas testadas foram Trevo branco (*Trifolium repens*), Crabgrass (*Digitaria sanguinalis*), Barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) e Yellow foxtail (*Setaria lutescens*). Os dados de eficácia de controle de ervas daninhas são apresentados nas figuras 85 até 88.

[000411] As formulações 684A, 684C e 680C mostraram todas eficácia contra trevo branco que foi equivalente a DUAL II MAGNUM nas duas maiores taxas de aplicação. Veja a Fig. 85. A Formulação 680B foi quase equivalente ao padrão em todas as taxas de aplicação. A eficácia mais fraca foi vista com a formulação 680A e baixos níveis de controle também foram vistos com DEGREE e formulação 3997. O controle de Crabgrass mostrou as formulações 680C e 684C equivalente a Dual II MAGNUM, na mais alta taxa de aplicação. Veja a Fig. 86. Níveis muito baixos de controle foram vistos com DEGREE, 3997, 680A e 680B. Controle de Barnyardgrass mostrou todas as formulações encapsuladas como sendo menos eficazes do que a Dual II MAGNUM, em todas as taxas de aplicação. Veja a Fig. 87. O melhor nível de controle entre formulações experimentais foi visto com 680B, 680C e 684C. As Formulações 680B e 684C forneceram controle de foxtail amarelo que foi equivalente a DUAL II MAGNUM nas duas maiores taxas de aplicação. Veja a Fig. 88. As Formulações 680B, 680C, 684C e 684D mostraram todas eficácia que foi igual ou melhor do que DEGREE. controle pobre foi visto com 3997 e 680A. A eficácia desigual com formulações encapsuladas e substancialmente melhor controle observado com DUAL II MAGNUM sugere que essa eficácia pode ter recebido irrigação aérea imediatamente após a aplicação, em vez de três dias mais tarde, como especificado no protocolo. Irrigação aérea atrasada é necessária para obter resultados na estufa com formulações encapsuladas que refletem com maior precisão os resultados no campo. Irrigação imediata amplia consideravelmente as diferenças entre formulações emulsificadas como DUAL II MAGNUM e formulações encapsuladas que não reflitam resultados em campo real. Também se poderia esperar que a série "680" de formulações seja mais eficaz do que a série "684", porque os níveis mais altos de Norpar da série "684" devem inibir a liberação de Acetocloro em um grau maior.

[000412] Ao introduzir elementos de presente invenção ou as modalidades preferidas da mesma, os artigos "um","uma", "o, a" e "referido" pretendem significar que há um ou mais dos elementos. Os termos "composto por", "incluindo" e "tendo" são destinados a ser inclusivos e significam que pode haver elementos adicionais diferentes dos elementos listados.

[000413] Em vista do acima, será visto que os vários objetivos da invenção são obtidos e outros resultados vantajosos atingidos.

[000414] Como poderiam ser introduzidas algumas alterações nas composições e métodos acima sem se afastar do âmbito de aplicação da invenção, pretende-se que toda a matéria contida na descrição acima e mostrada nas figuras em anexo deva ser interpretada como ilustrativo e não em um sentido limitador.

REIVINDICAÇÕES

1. Herbicida de acetamida microencapsulada particulada, caracterizado pelo fato de que compreende:

- um material de núcleo imiscível em água compreendendo o herbicida de acetamida, em que o herbicida de acetamida é um herbicida de acetanilida selecionado do grupo que consiste em acetocloro, metolacloro e S-metolacloro, e

- uma microcápsula tendo uma parede de revestimento compreendendo uma poliuréia, a microcápsula contendo o material de núcleo,

em que a parede de revestimento é formada em um meio de polimerização por uma reação de polimerização entre um componente de poliisocianato compreendendo um poliisocianato ou mistura de poliisocianatos e um componente de poliamina compreendendo uma poliamina ou mistura de poliaminas para formar a poliuréia,

em que a razão de equivalentes molares de amina contidos no componente de poliamina para equivalentes molares de isocianato contidos no componente de poliisocianato é de 1.15:1 a 1.4:1, e

em que uma população das microcápsulas tem um tamanho de partícula médio de 7 μm a 15 μm.

2. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que uma população das microcápsulas tem uma faixa de tamanho da partícula médio de 8 μm a 12 μm.

3. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a razão de equivalentes molares é de 1,15:1 a 1,3:1.

4. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o componente de poliamina consiste essencialmente em uma poliamina

principal.

5. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a razão de peso para peso de herbicida de acetamida para a parede de revestimento é de 10:1 a 6:1.

6. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o componente de poliisocianato tem uma média mínima de 2,5 grupos reativos por molécula de poliisocianato e o componente de poliamina tem uma média pelo menos três grupos reativos por molécula de poliamina.

7. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o componente de poliisocianato é uma mistura de um triisocianato e um diisocianato em que a razão do triisocianato para o diisocianato, em uma base equivalente de isocianato, está entre 90:10 e 30:70.

8. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o material de núcleo compreende ainda de 1% a 10% em peso de um solvente orgânico insolúvel em água.

9. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o núcleo compreende adicionalmente um solvente insolúvel em água em uma razão em peso do herbicida de acetamida para o solvente de 20 para 1.

10. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que o solvente insolúvel em água é um hidrocarboneto parafínico.

11. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de

que a poliamina é da estrutura $NH_2(CH_2CH_2NH)_mCH_2CH_2NH_2$, onde m é de 1 a 5.

12. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que a poliamina é da estrutura $NH_2(CH_2CH_2NH)_mCH_2CH_2NH_2$, onde m é de 1 a 3.

13. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que mais de 50% em peso do componente poliisocianato é um trímero de 1,6-hexametileno diisocianato.

14. Herbicida de acetamida microencapsulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o herbicida é acetocloro.

15. Mistura aquosa compreendendo o herbicida de acetamida microencapsulada de qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizada pelo fato de que a mistura aquosa é na forma de uma mistura de aplicação de spray concentrada ou diluída.

16. Mistura aquosa, de acordo com a reivindicação 15, caracterizada pelo fato de que compreende ainda um ou mais co-herbicidas selecionados do grupo consistindo em selecionado de inibidores de acetil-CoA carboxilase, herbicidas organofosforados, auxinas, inibidores de fotossistema II, inibidores ALS, inibidores de protoporfirinogênio oxidase e inibidores de biossíntese carotenóide, sais e ésteres dos mesmos e misturas dos mesmos.

17. Mistura aquosa, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que o co-herbicida é uma herbicida organofosforado selecionado do grupo consistindo em glifosato, glufosinato, glufosinato-P, sais e ésteres dos mesmos e misturas dos mesmos.

18. Mistura aquosa, de acordo com a reivindicação 16,

caracterizada pelo fato de que o co-herbicida é um herbicida de auxina selecionado do grupo consistindo em 2,4-D, 2,4-DB, dicloroprop, MCPA, MCPB, aminopiralide, clopiralide, fluroxipir, triclopir, diclopir, mecoprop, dicamba, picloram e quinclorac, sais e ésteres dos mesmos e misturas dos mesmos.

19. Mistura aquosa, de acordo com qualquer uma das reivindicações 16 a 18, caracterizada pelo fato de que a concentração de herbicida de acetamida é de 0,25 a 3 por cento em peso equivalente de ácido.

20. Mistura aquosa, de acordo com qualquer uma das reivindicações 16 ª 19, caracterizada pelo fato de que a concentração de co-herbicida é de 0,25 a 3 por cento em peso equivalente de ácido.

21. Mistura aquosa, de acordo com qualquer uma das reivindicações 15 a 20, caracterizada pelo fato de que a mistura compreende ainda um agente emulsificante.

22. Mistura aquosa, de acordo com a reivindicação 21, caracterizada pelo fato de que o agente emulsificante é selecionado do grupo consistindo em copolímeros de ácido maleico-olefina, gelatina, caseína, álcool polivinílico, polímeros de polivinilpirrolidona alquilada, copolímeros de anidrido maleico-éter metil vinílico, copolímeros de anidrido estireno-maleico , copolímeros de ácido maleico-butadieno e diisobutileno, lignossulfonatos de sódio e cálcio, sulfonatos de condensado de naftaleno formaldeído, amidos modificados e celulósicos modificados.

23. Mistura aquosa, de acordo com qualquer uma das reivindicações 15 a 22, caracterizada pelo fato de que a mistura compreende ainda um tampão de pH.

24. Mistura aquosa, de acordo com a reivindicação 23, caracterizada pelo fato de que o tampão de pH está presente em uma quantidade suficiente para manter o pH em uma faixa que é segura para

o contato com a pele.

25. Método para controlar ervas daninhas em um campo de plantas de colheita, caracterizado pelo fato de que compreende:

formar uma mistura de aplicação compreendendo o herbicida de acetamida microencapsulada particulada como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 24, e

aplicar a mistura de aplicação em uma quantidade eficaz herbicidamente pós emergente às plantas de colheita.

26. Método, de acordo com a reivindicação 25, caracterizado pelo fato de que a planta de colheita é selecionada do grupo consistindo em milho, amendoim, batata, soja, canola, beterraba e algodão.

27. Método, de acordo com a reivindicação 25 ou 26, caracterizado pelo fato de que as plantas de colheita têm um ou mais traços tolerantes a herbicidas.

28. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 25 a 27, caracterizado pelo fato de que a mistura de aplicação compreende adicionalmente co-herbicida de glifosato e as plantas de colheita são plantas de colheita transgênicas tolerantes a glifosato.

29. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 25 a 28, caracterizado pelo fato de que a mistura de aplicação compreende adicionalmente co-herbicida dicamba e as plantas de colheita são plantas de colheita transgênicas tolerantes a dicamba.

FIG. 1

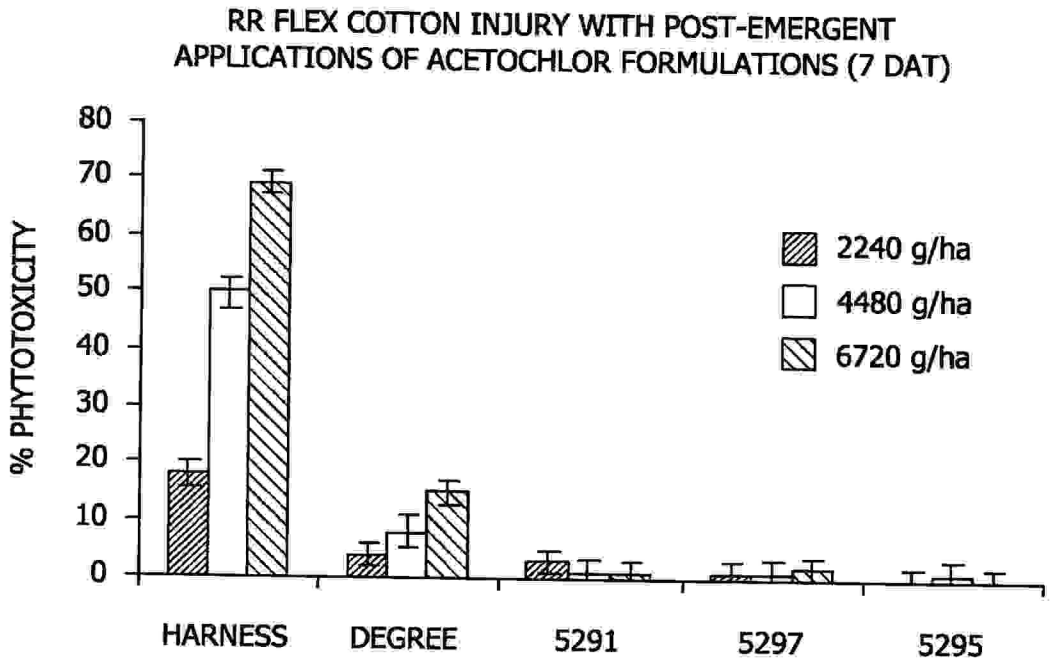

RR FLEX COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (7 DAT)
% PHYTOTOXICITY
80
70
60
50
40
30
20
10
0
2240 g/ha
4480 g/ha
6720 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 2

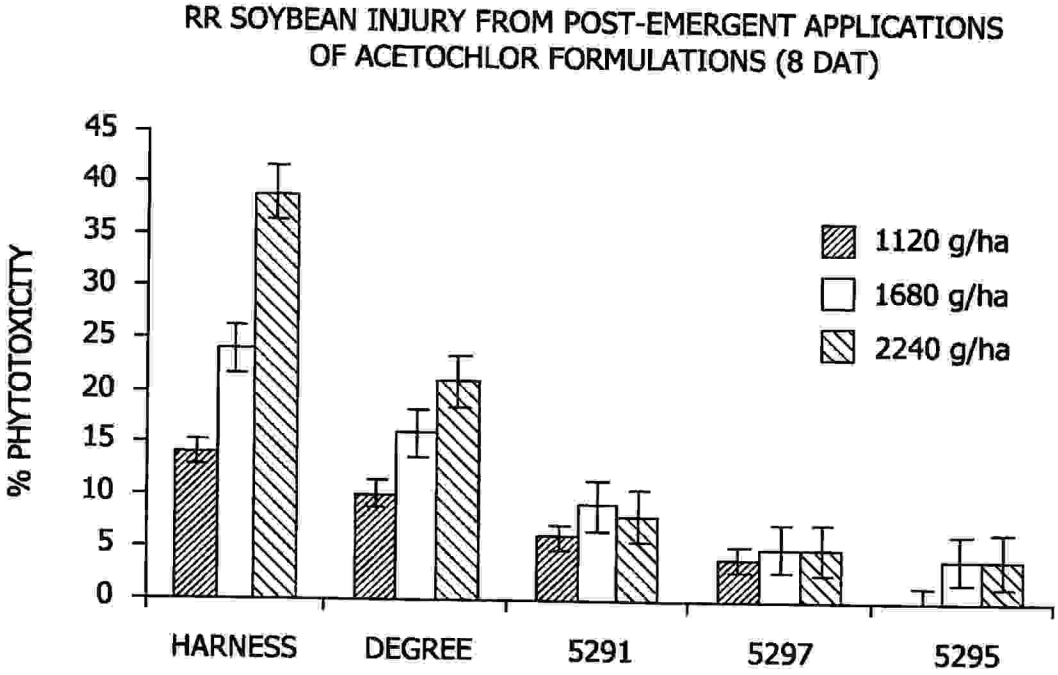

RR SOYBEAN INJURY FROM POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (8 DAT)
% PHYTOTOXICITY
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
1680 g/ha
2240 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 3

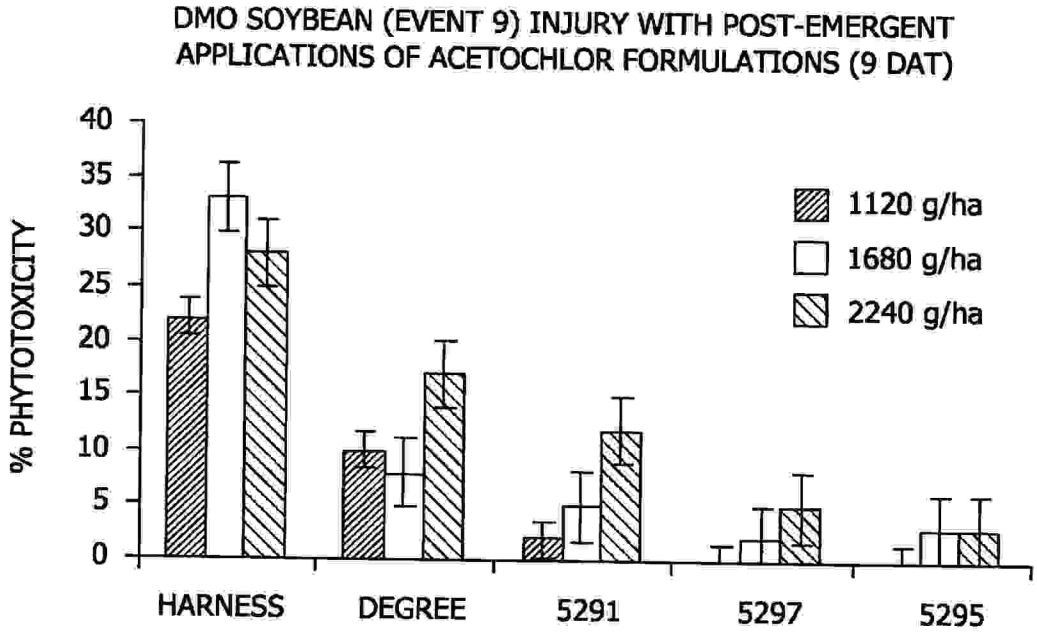

DMO SOYBEAN (EVENT 9) INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (9 DAT)
% PHYTOTOXICITY
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
1680 g/ha
2240 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 4

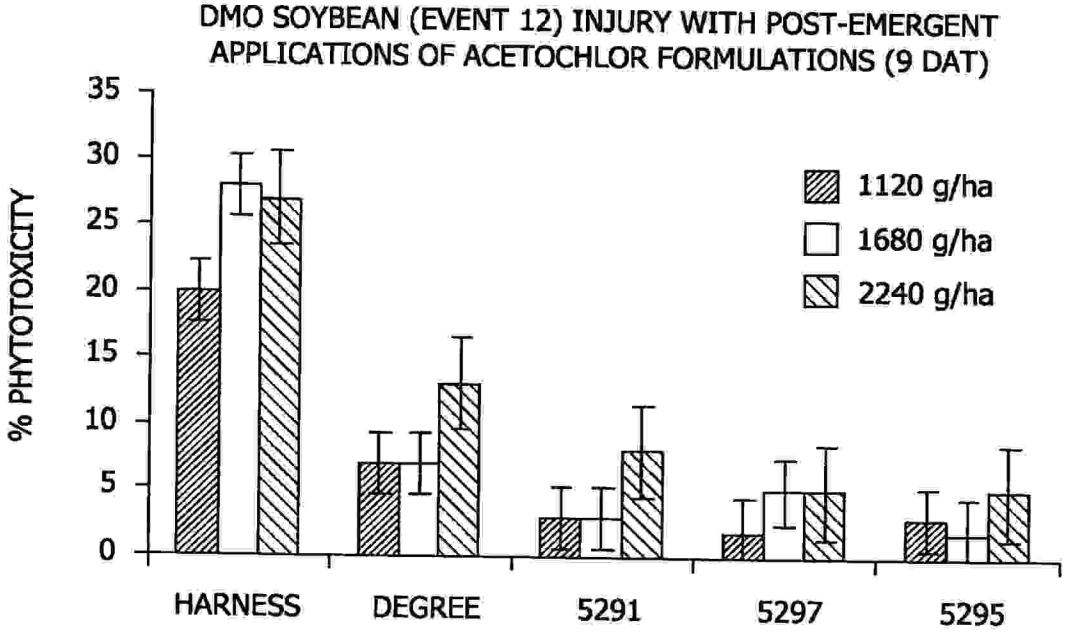

DMO SOYBEAN (EVENT 12) INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (9 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
1680 g/ha
2240 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 5

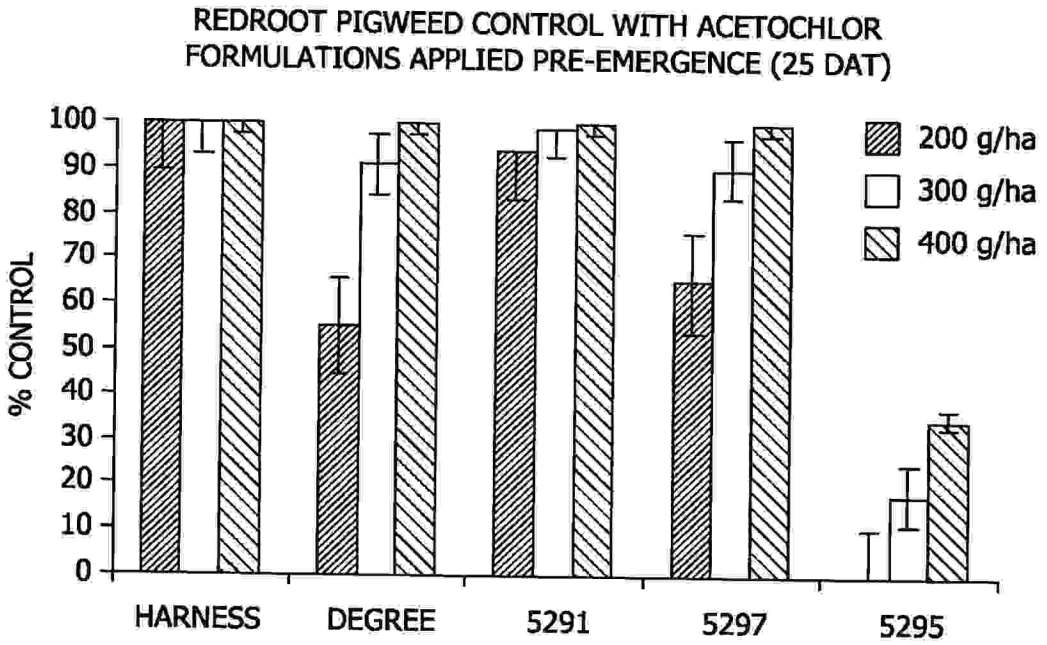

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (25 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 6

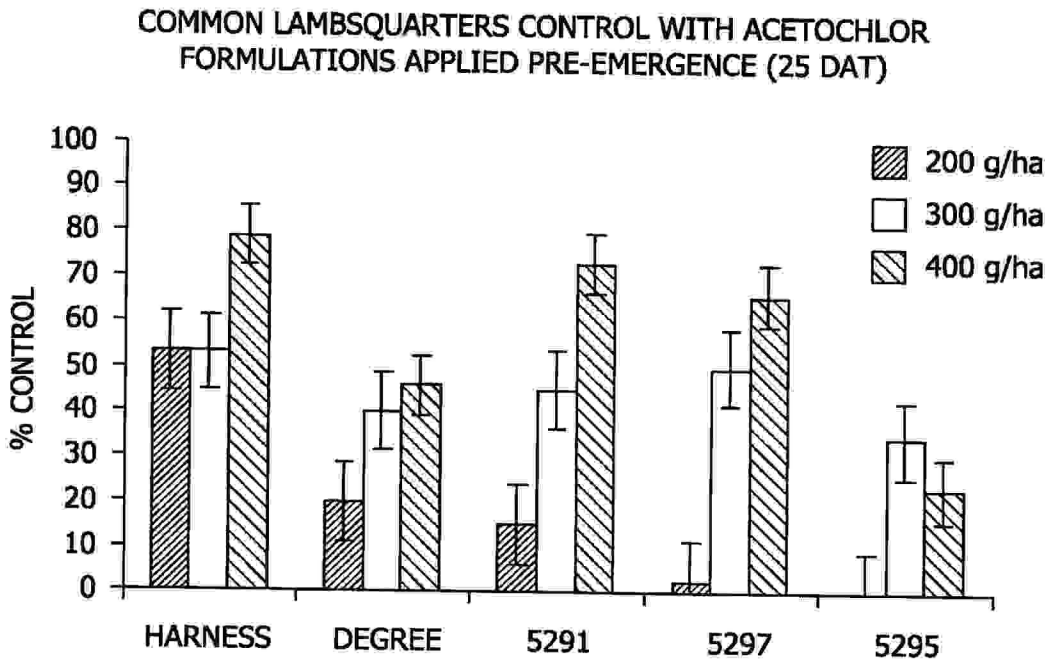

COMMON LAMBSQUARTERS CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (25 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 7

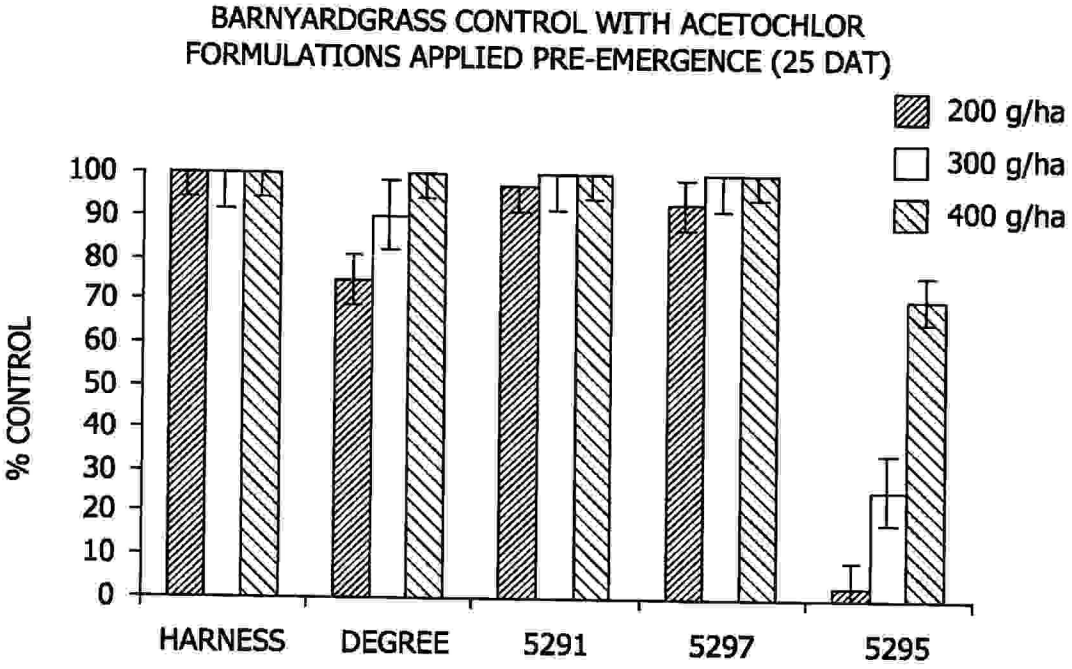

BARNYARDGRASS CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (25 DAT)
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 8

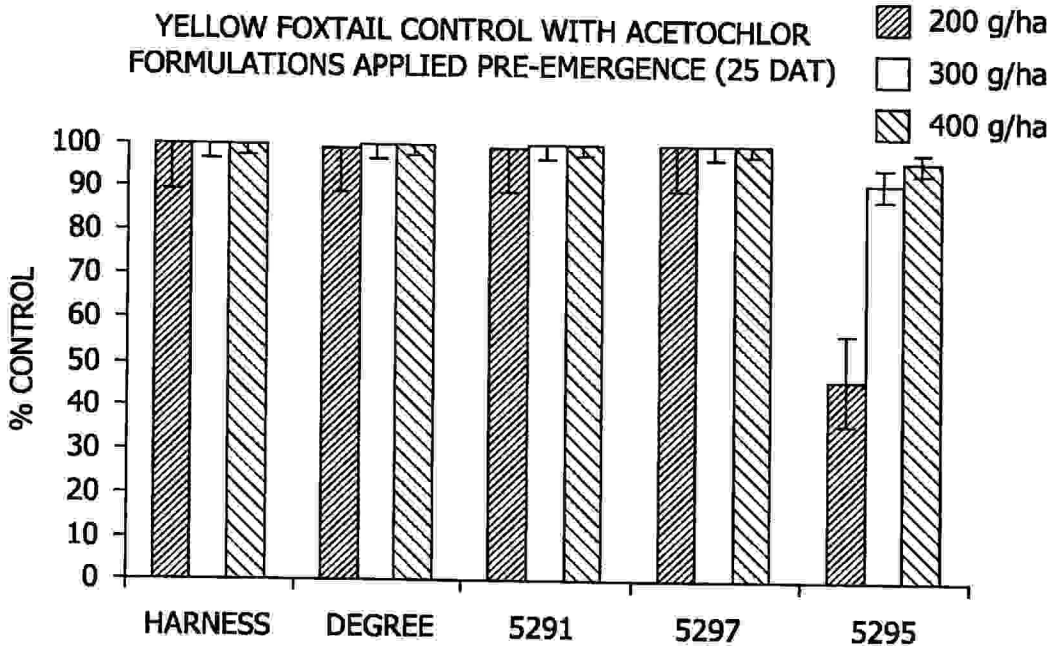

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (25 DAT)
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
5291
5297
5295

FIG. 9

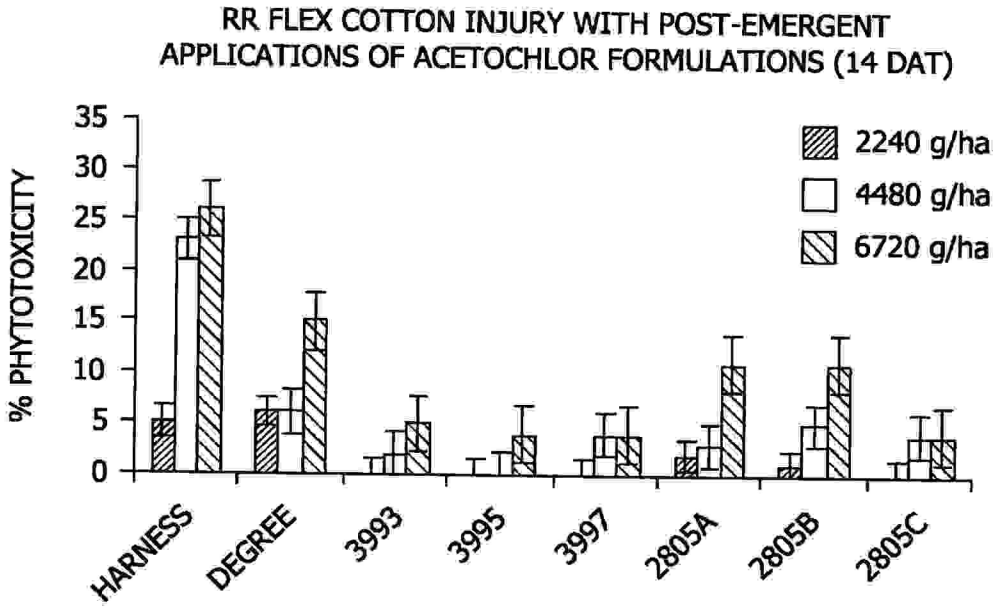

RR FLEX COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
2240 g/ha
4480 g/ha
6720 g/ha
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C

FIG. 10

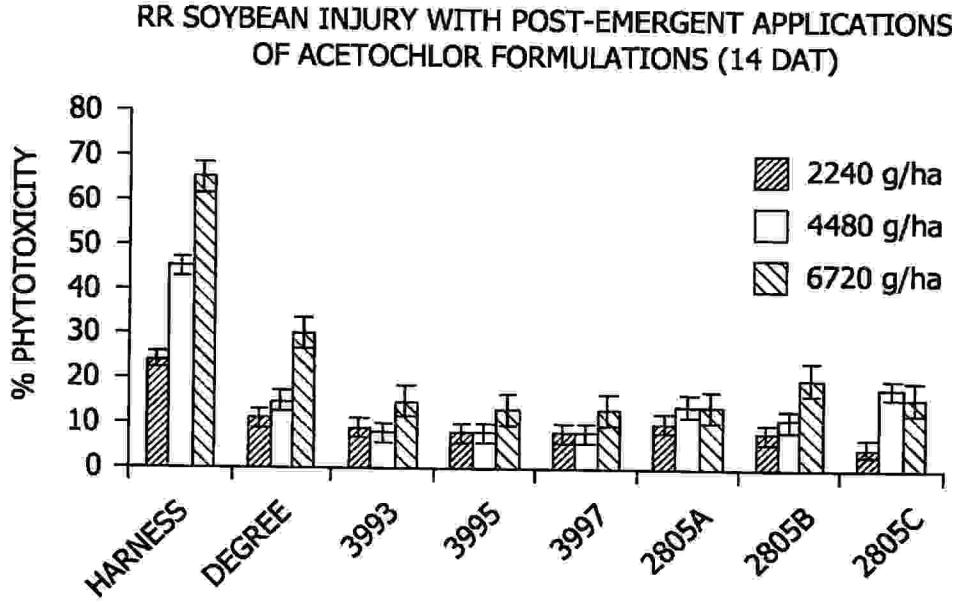

RR SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
80
70
60
50
40
30
20
10
0
2240 g/ha
4480 g/ha
6720 g/ha
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C

FIG. 11

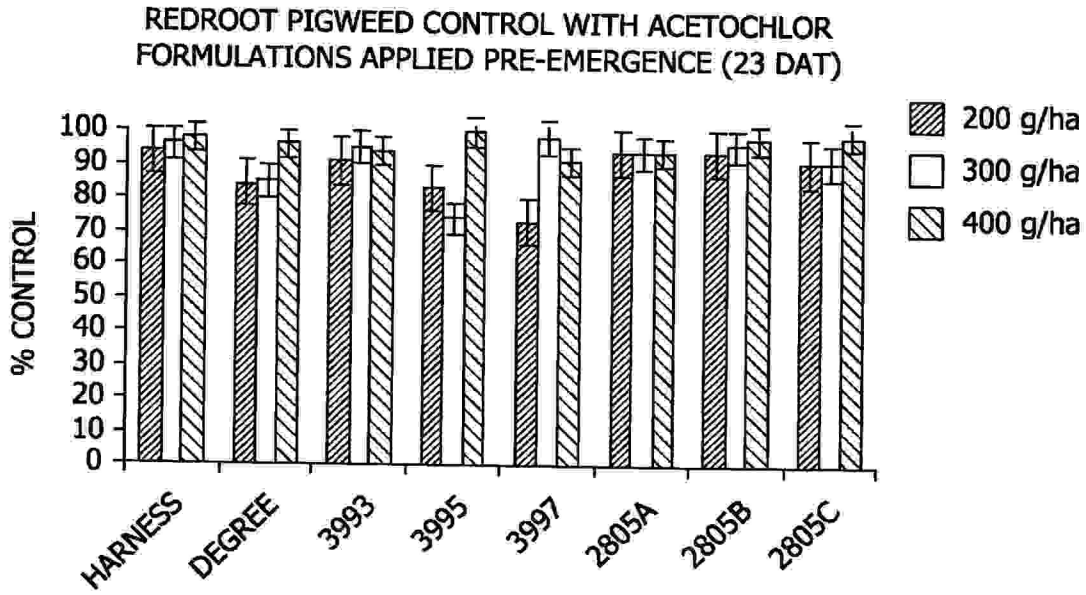

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH ACETOCHLOR FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (23 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha

FIG. 12

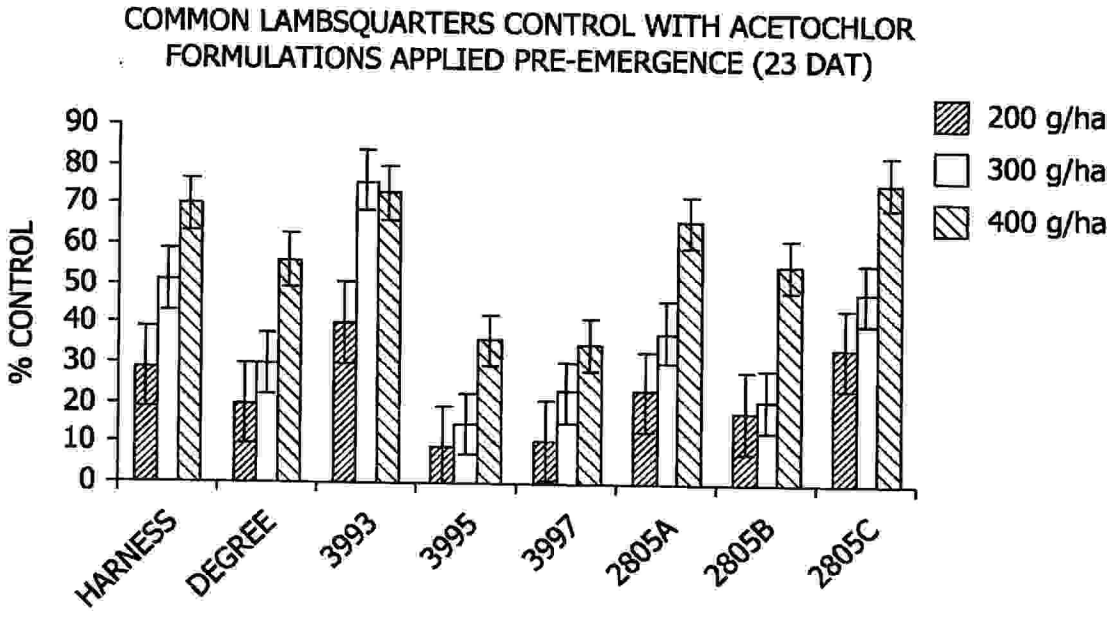

COMMON LAMBSQUARTERS CONTROL WITH ACETOCHLOR FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (23 DAT)
% CONTROL
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha

FIG. 13

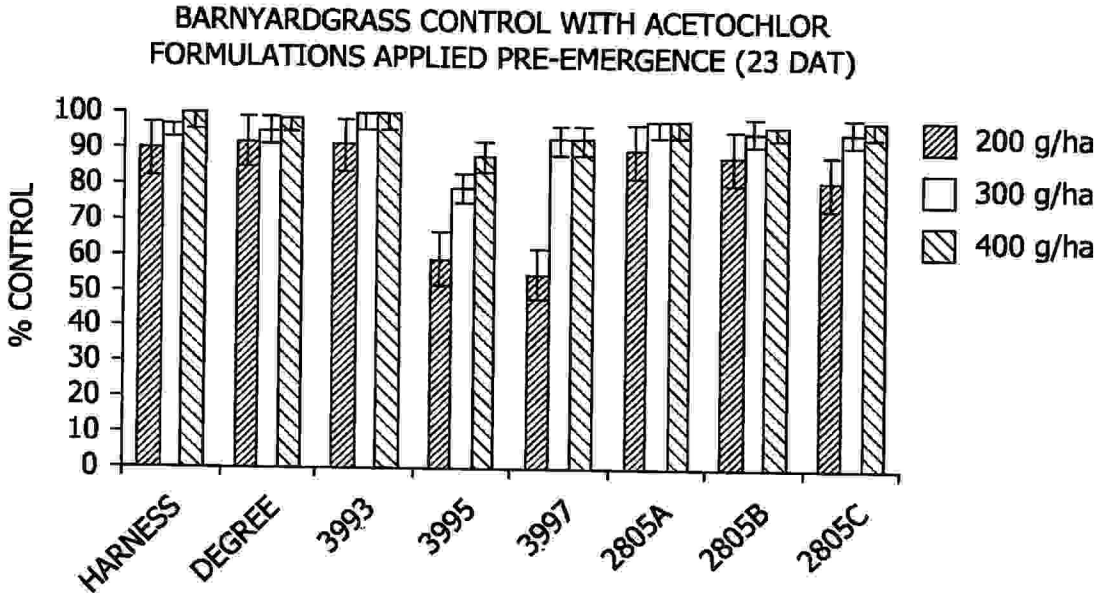

BARNYARDGRASS CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (23 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha

FIG. 14

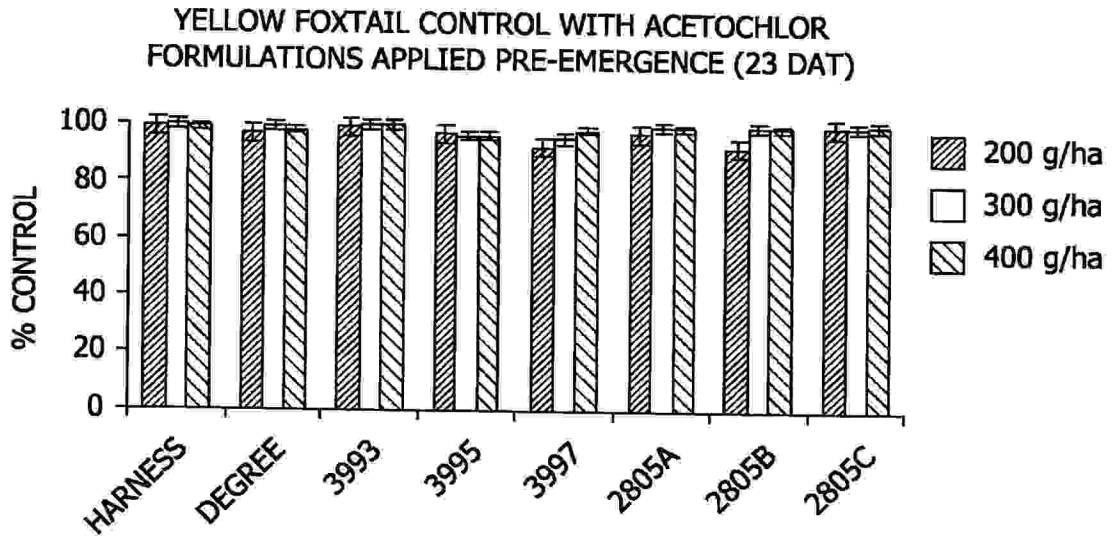

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (23 DAT)
% CONTROL
100
80
60
40
20
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
200 g/ha
300 g/ha
400 g/ha

FIG. 15

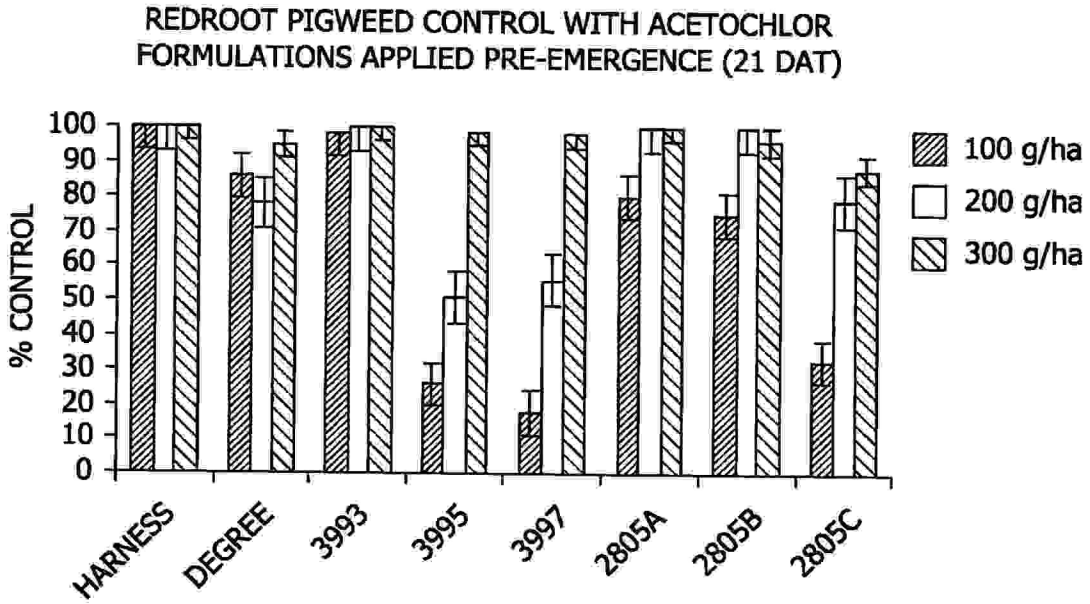

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (21 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 16

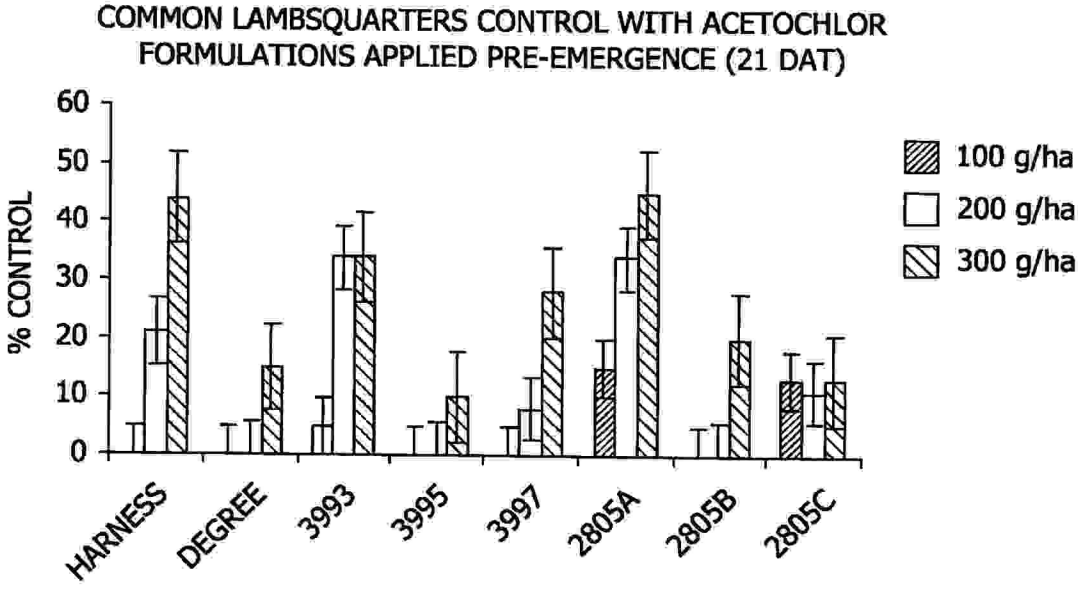

COMMON LAMBSQUARTERS CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (21 DAT)
% CONTROL
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 17

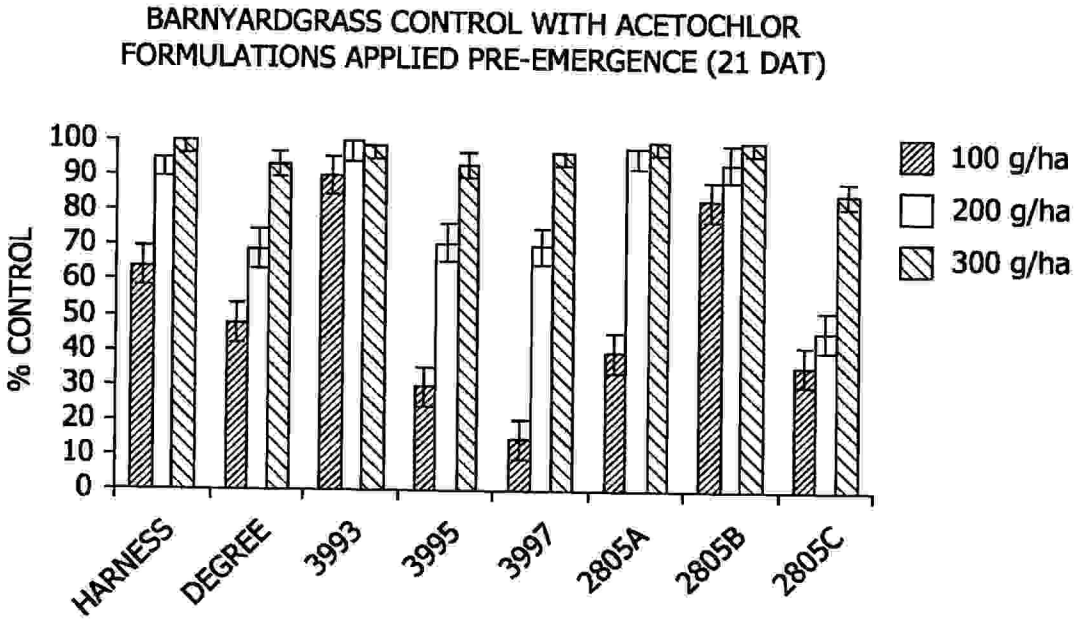

BARNYARDGRASS CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (21 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 18

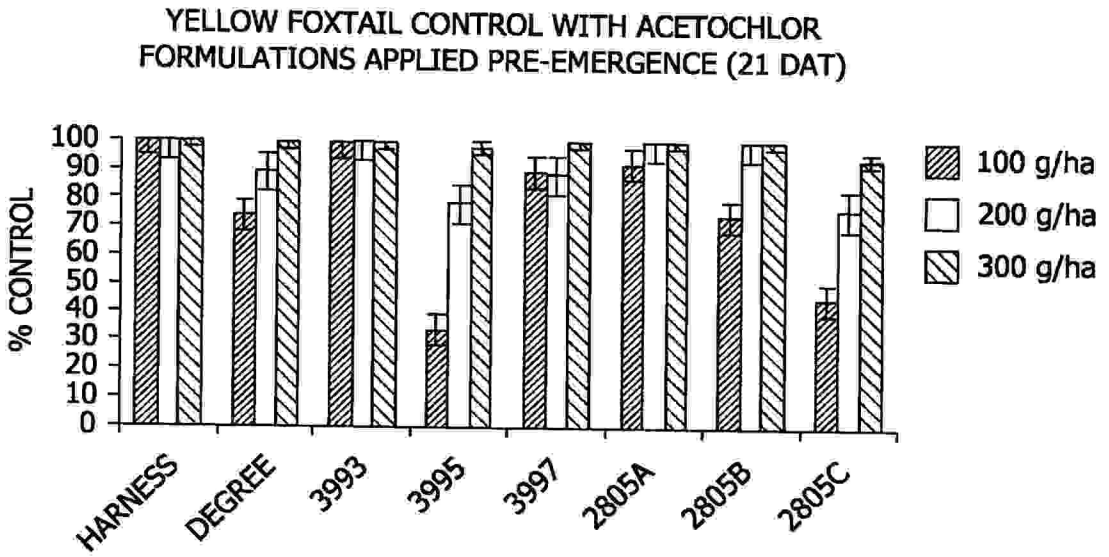

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH ACETOCHLOR
FORMULATIONS APPLIED PRE-EMERGENCE (21 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
3993
3995
3997
2805A
2805B
2805C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 19

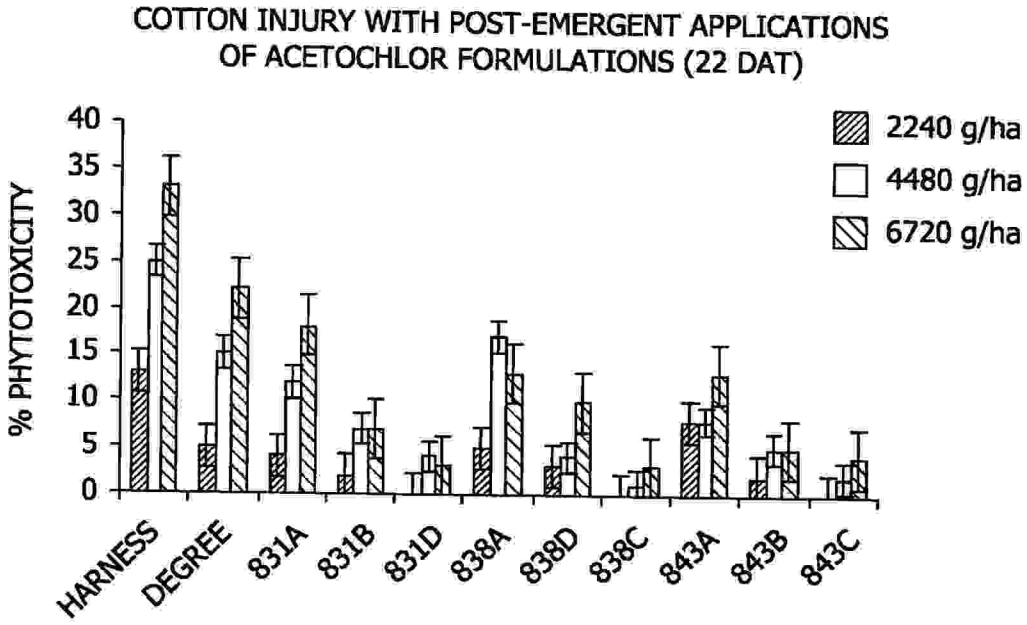

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (22 DAT)
% PHYTOTOXICITY
40
35
30
25
20
15
10
5
0
2240 g/ha
4480 g/ha
6720 g/ha
HARNESS
DEGREE
831A
831B
831D
838A
838D
838C
843A
843B
843C

FIG. 20

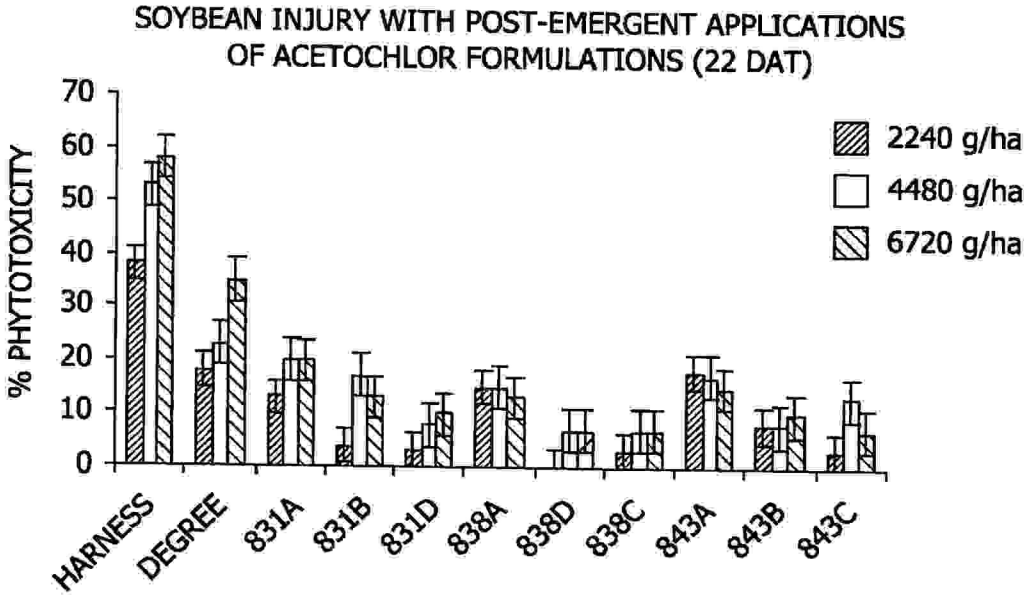

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (22 DAT)
% PHYTOTOXICITY
70
60
50
40
30
20
10
0
2240 g/ha
4480 g/ha
6720 g/ha
HARNESS
DEGREE
831A
831B
831D
838A
838D
838C
843A
843B
843C

FIG. 21

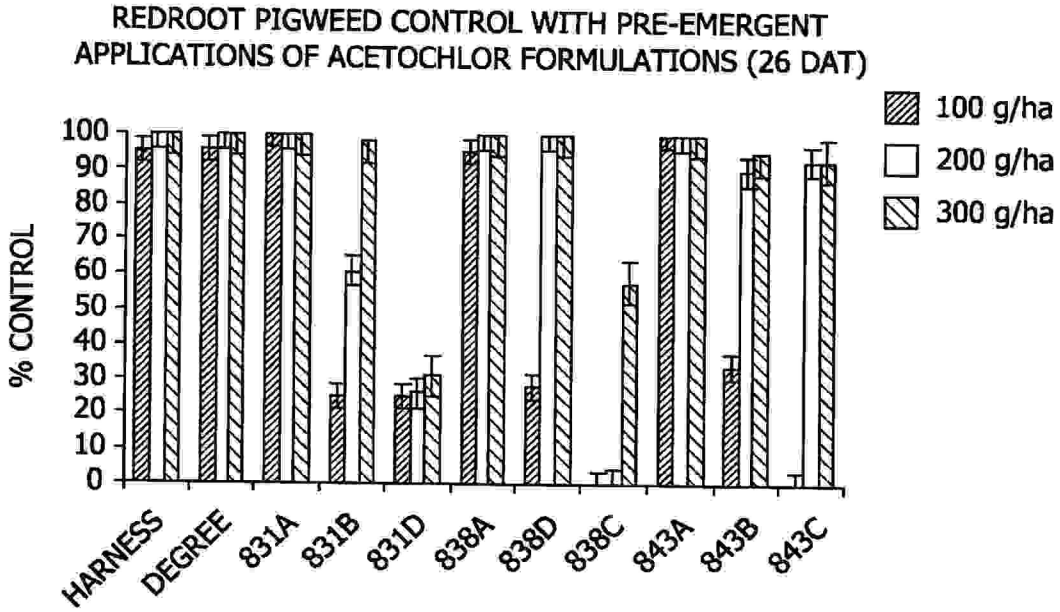

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (26 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
831A
831B
831D
838A
838D
838C
843A
843B
843C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 22

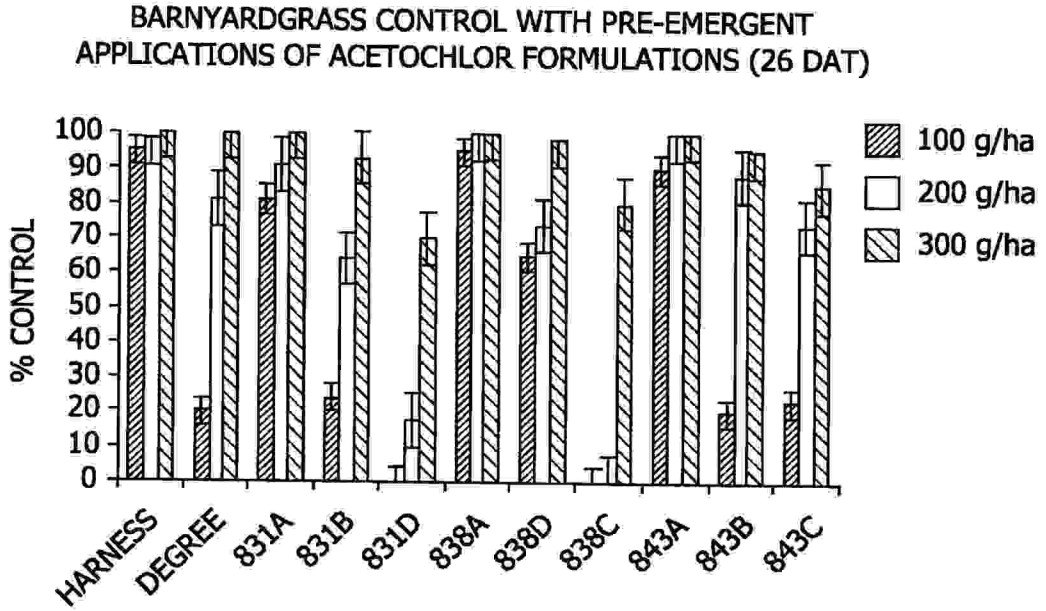

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (26 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
831A
831B
831D
838A
838D
838C
843A
843B
843C
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha

FIG. 23

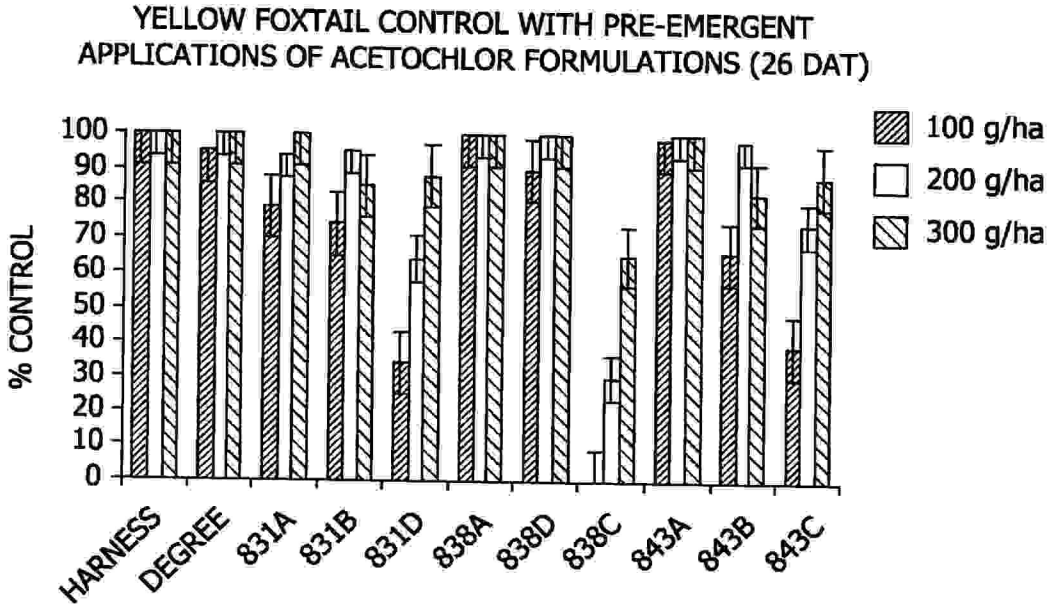

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (26 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
HARNESS
DEGREE
831A
831B
831D
838A
838D
838C
843A
843B
843C

FIG. 24

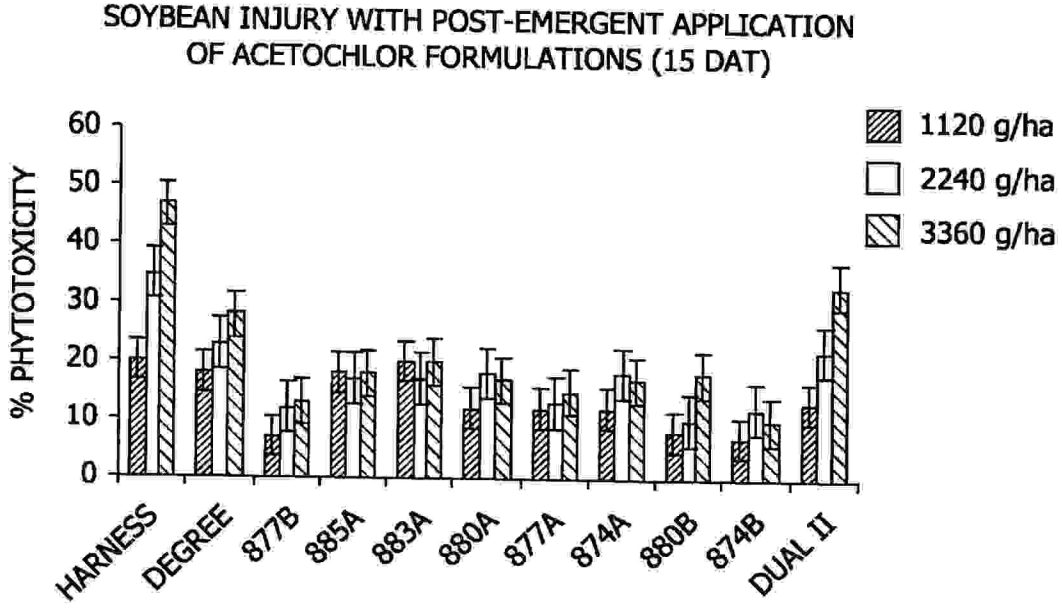

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATION
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (15 DAT)
% PHYTOTOXICITY
60
50
40
30
20
10
0
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II

FIG. 25

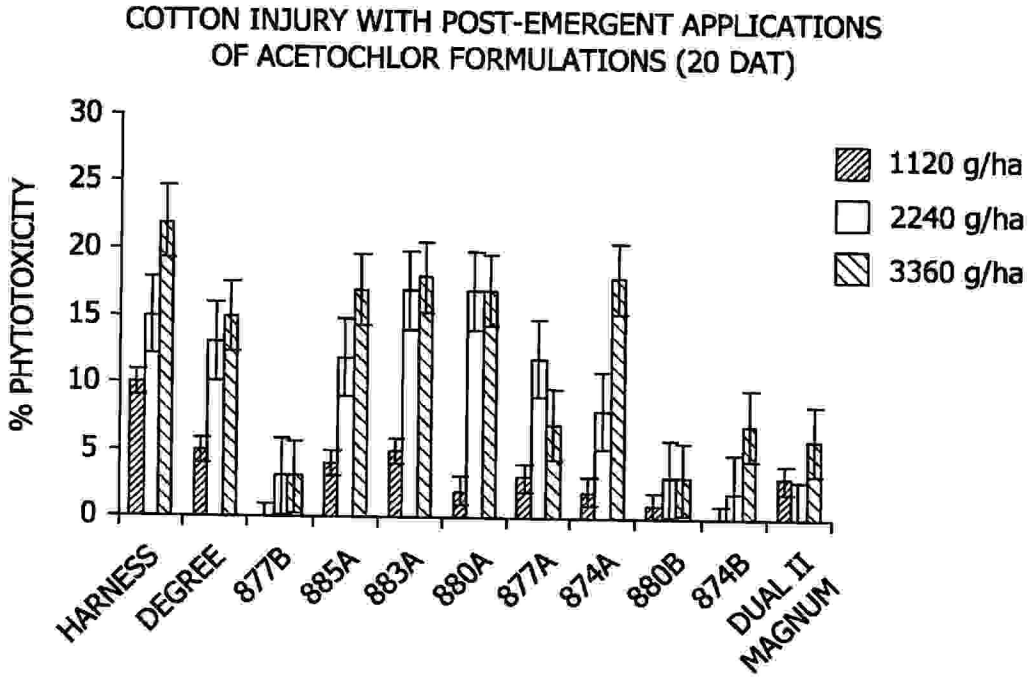

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
% PHYTOTOXICITY
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II MAGNUM

FIG. 26

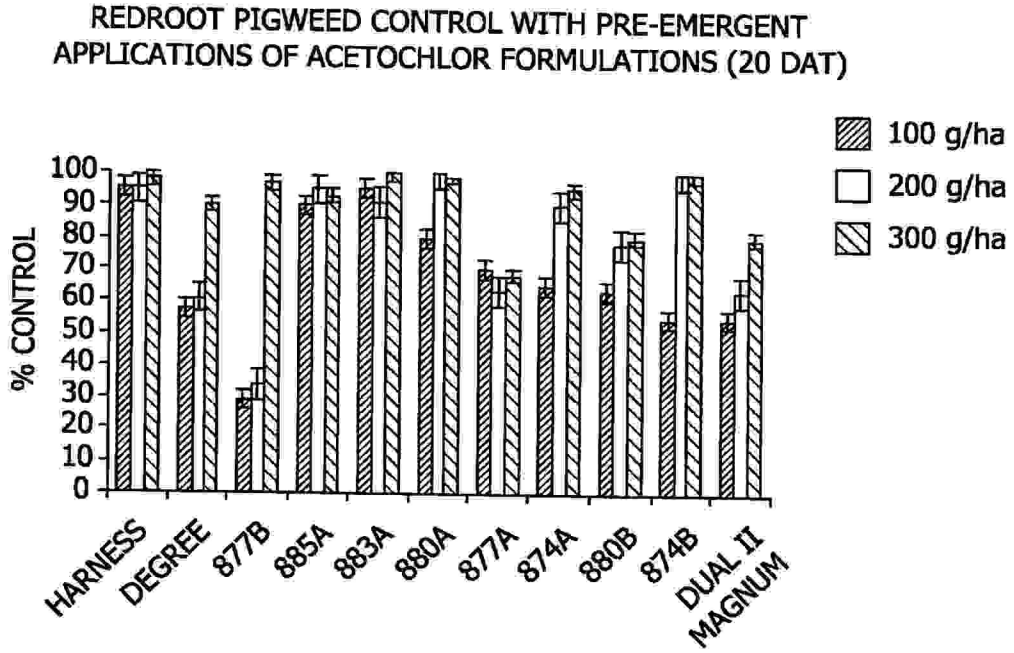

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II MAGNUM

FIG. 27

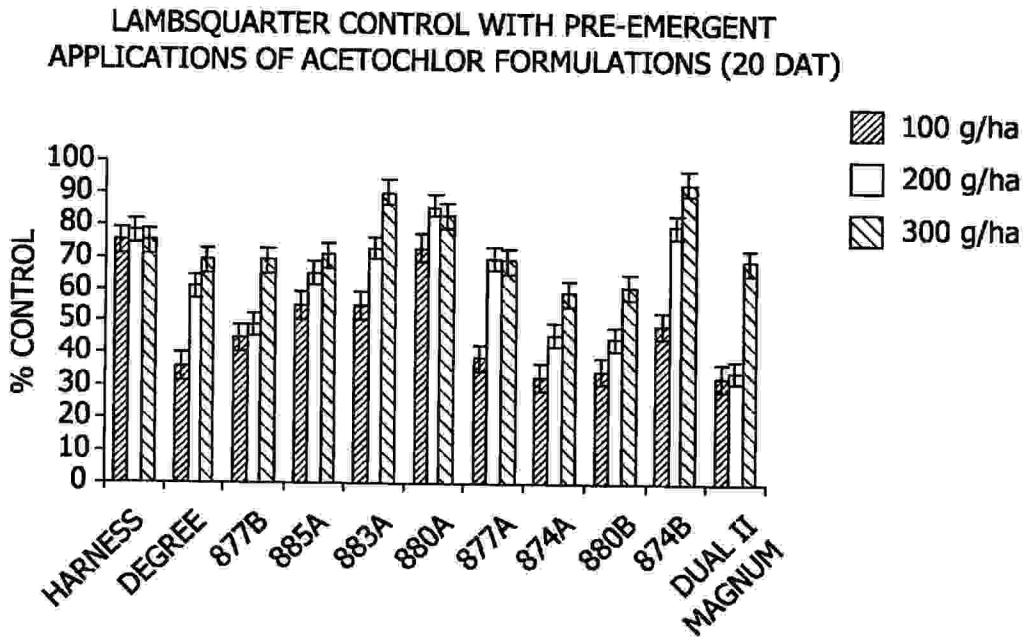

LAMBSQUARTER CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II MAGNUM

FIG. 28

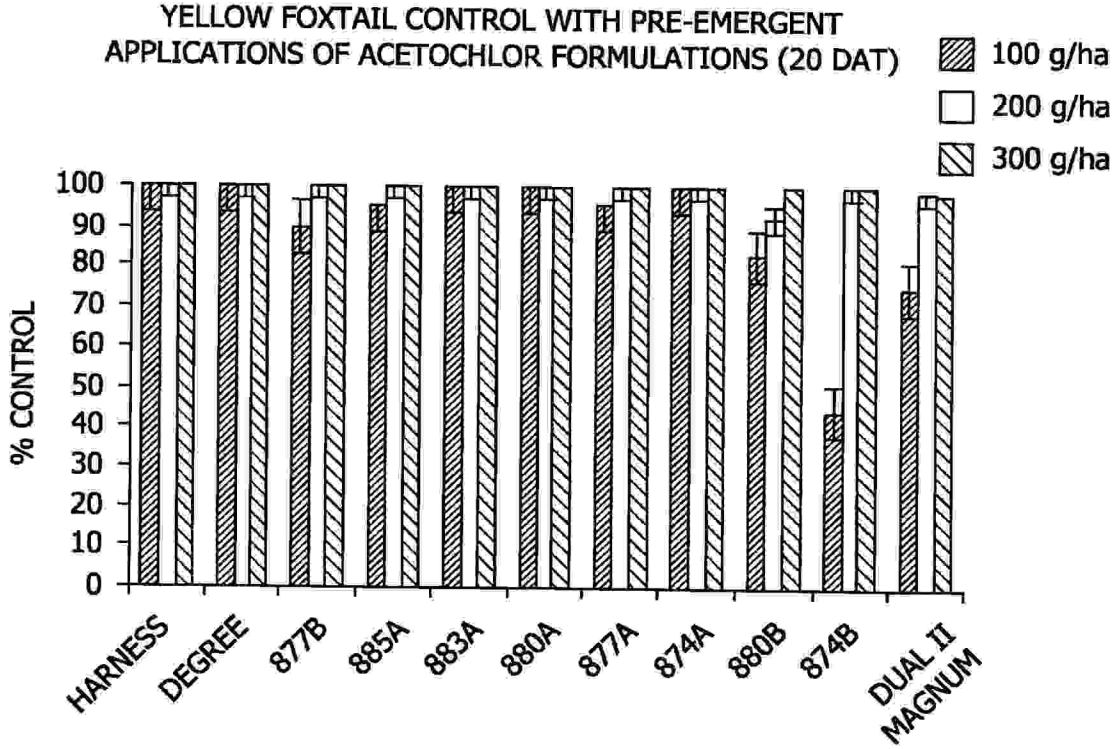

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II MAGNUM

FIG. 29

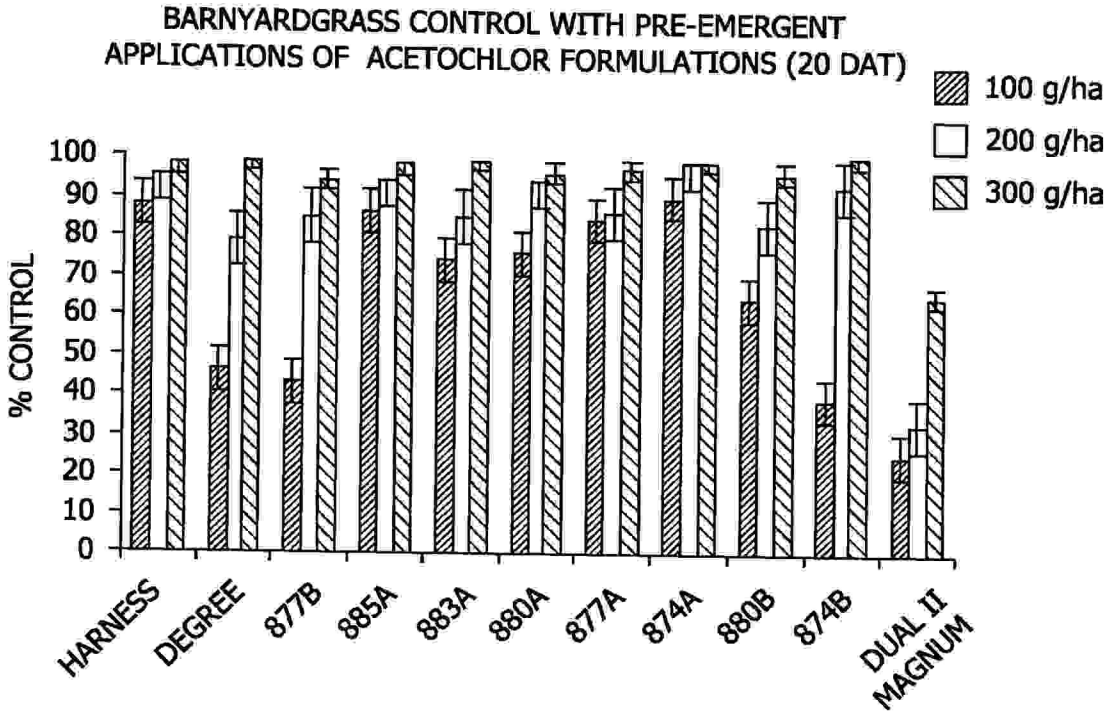

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
877B
885A
883A
880A
877A
874A
880B
874B
DUAL II MAGNUM

FIG. 30

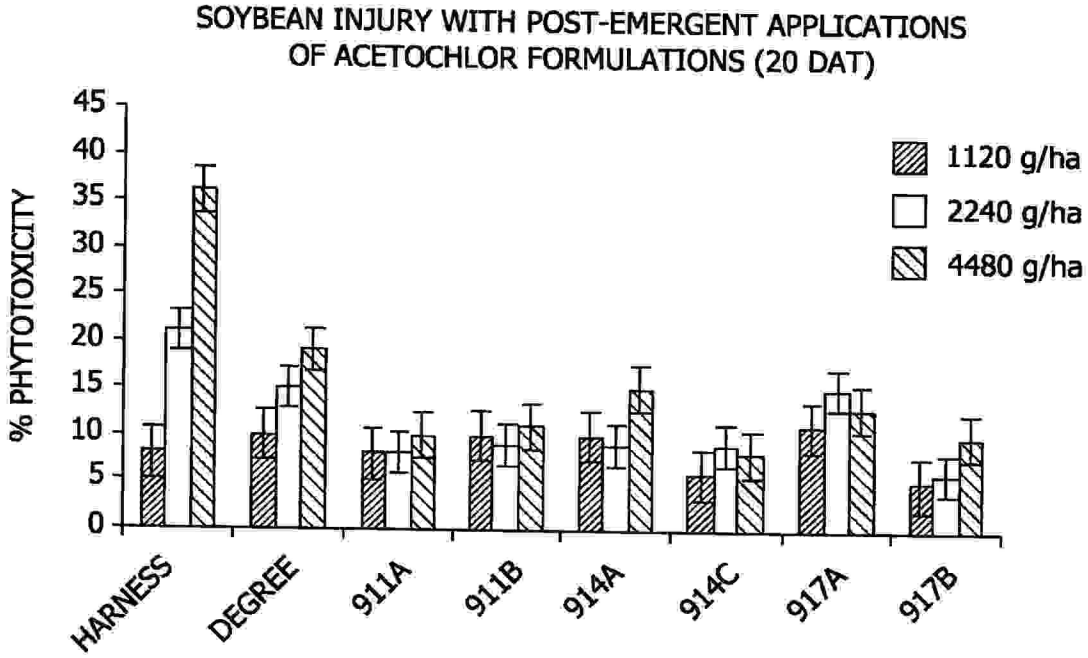

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
HARNESS
DEGREE
911A
911B
914A
914C
917A
917B

FIG. 31

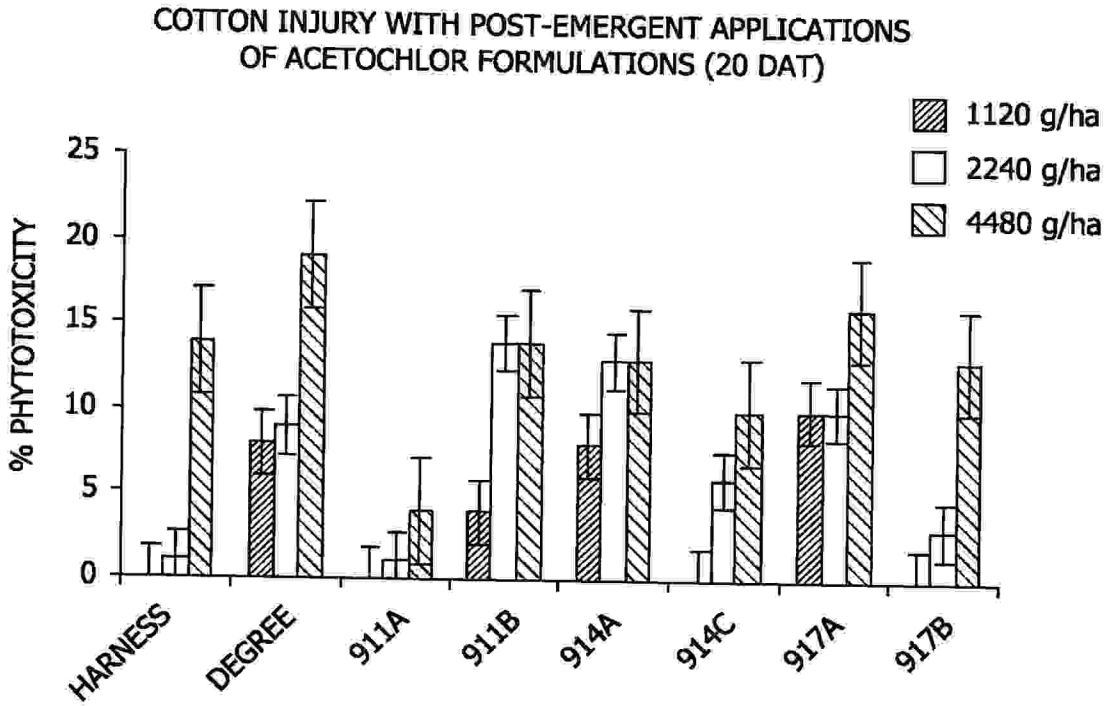

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
25
20
15
10
5
0
HARNESS
DEGREE
911A
911B
914A
914C
917A
917B

FIG. 32

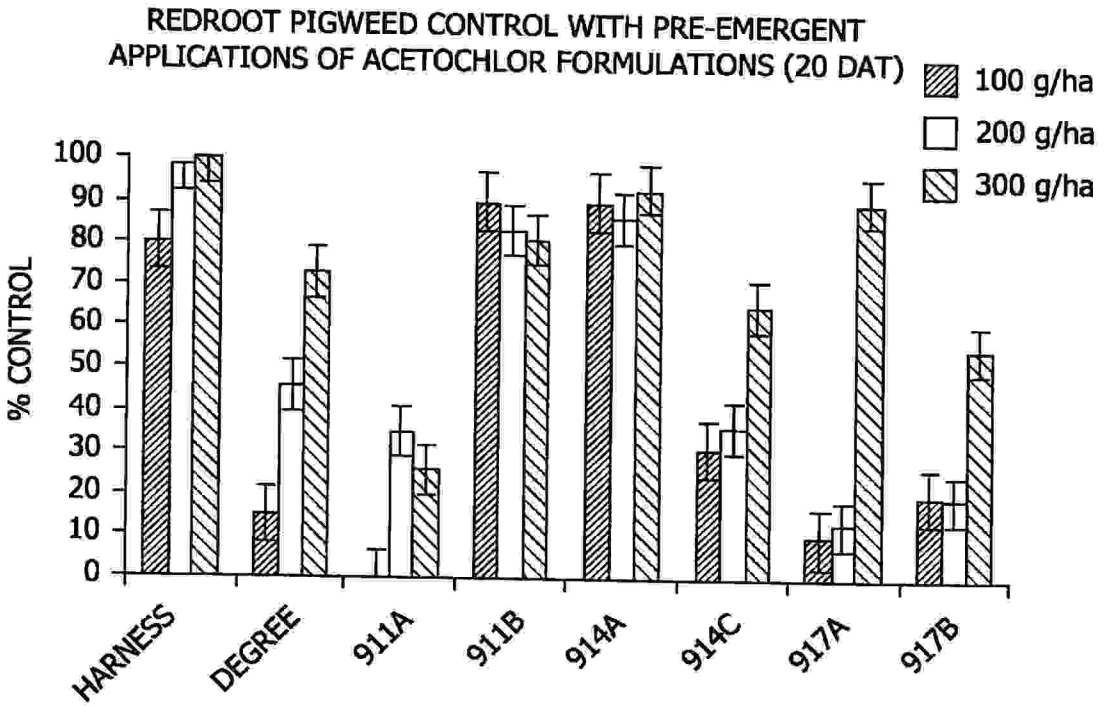

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
911A
911B
914A
914C
917A
917B

FIG. 33

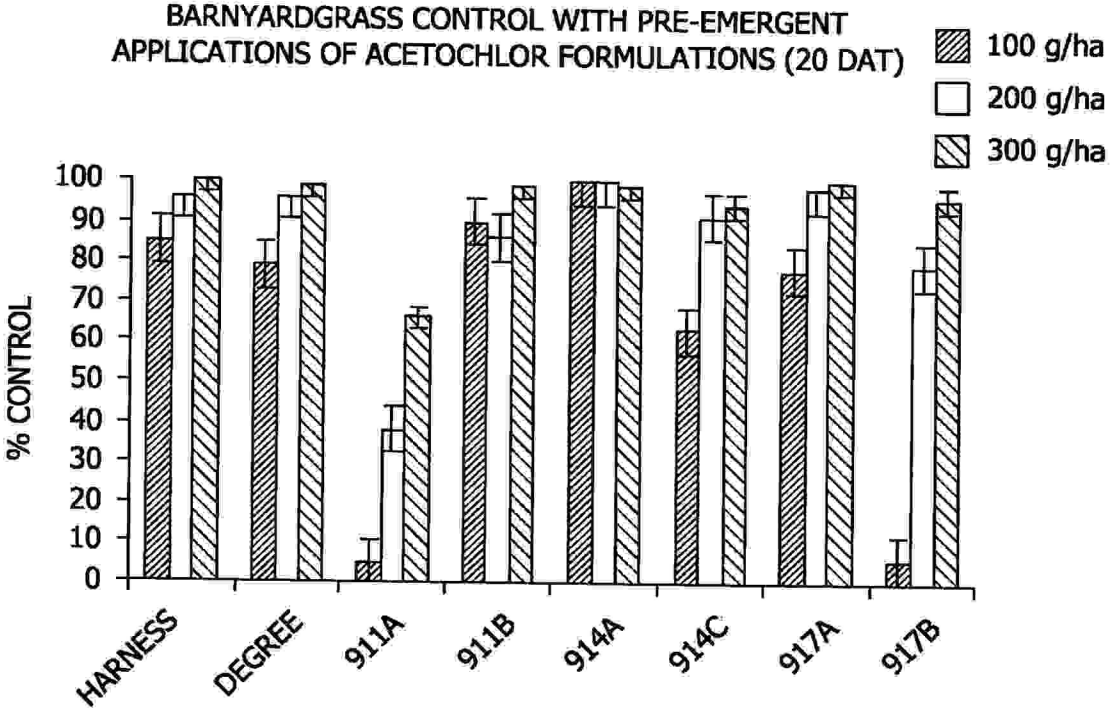

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
911A
911B
914A
914C
917A
917B

FIG. 34

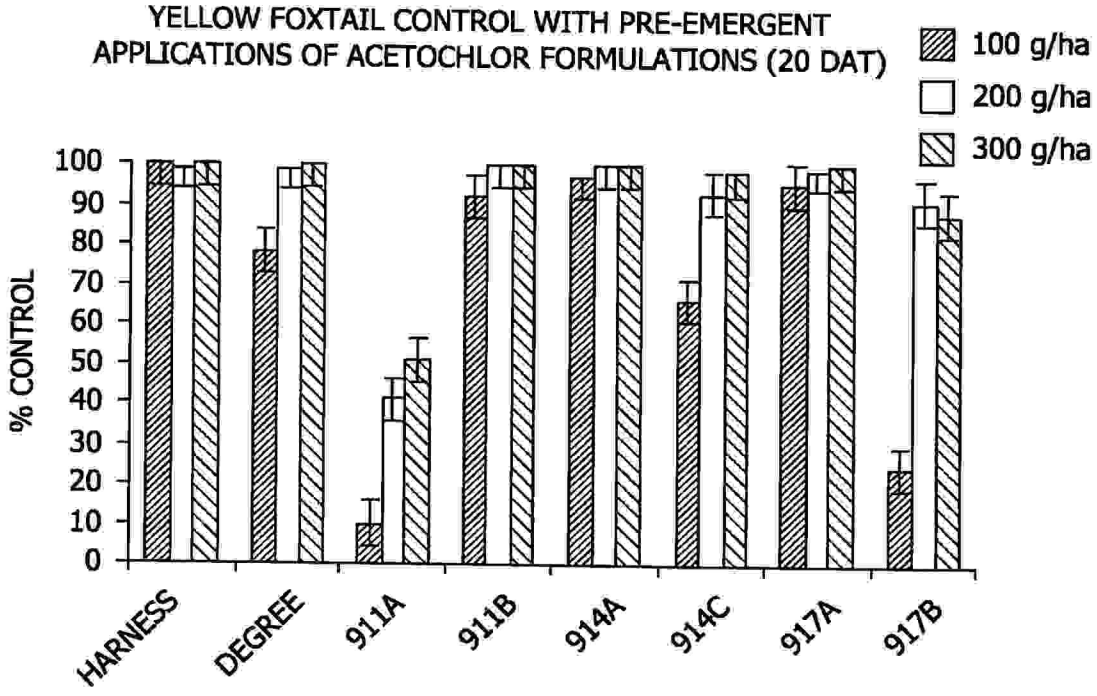

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
911A
911B
914A
914C
917A
917B

FIG. 35

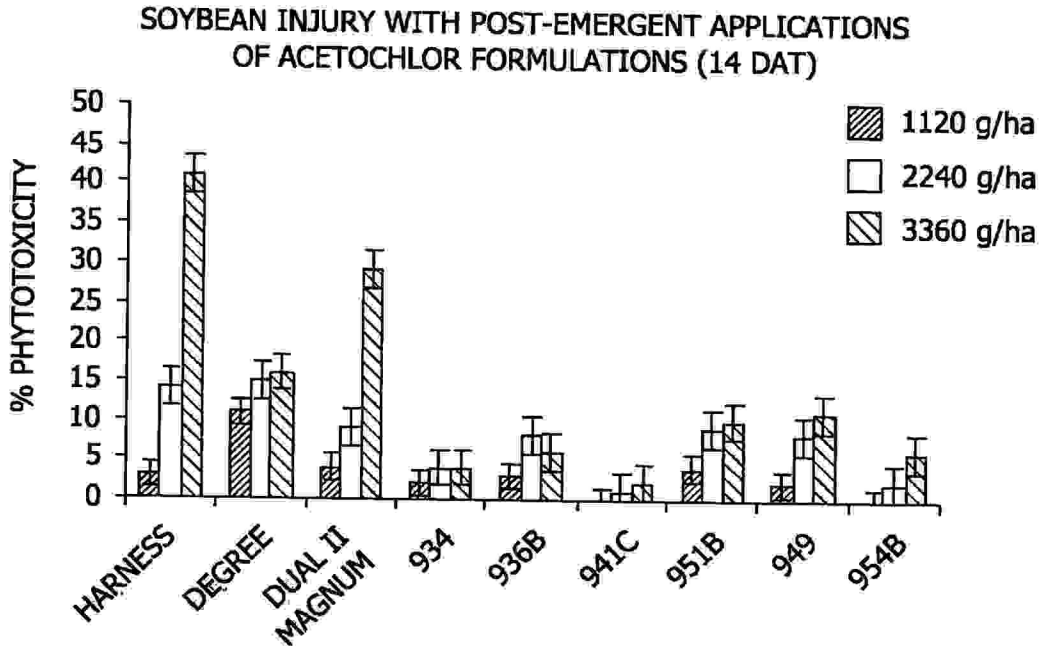

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
934
936B
941C
951B
949
954B

FIG. 36

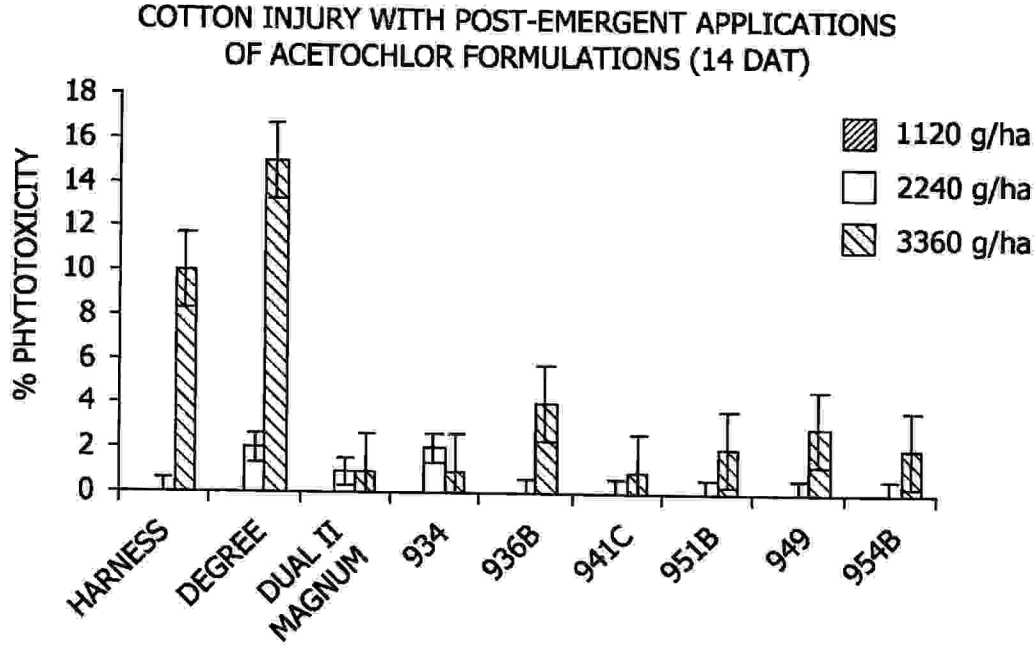

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
934
936B
941C
951B
949
954B

FIG. 37

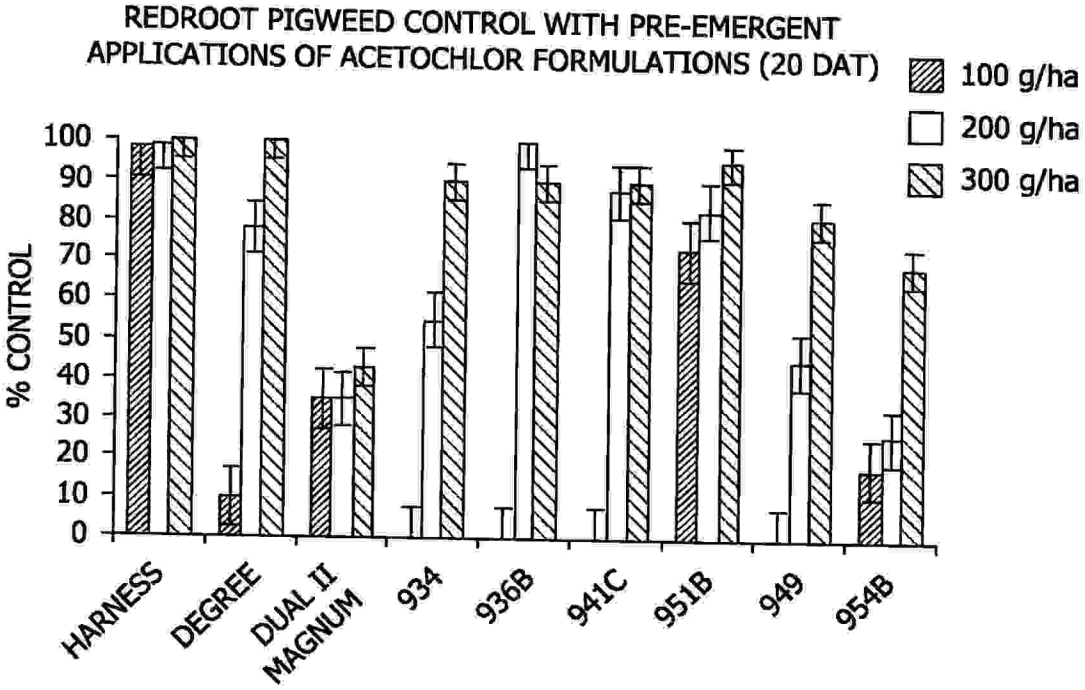

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
934
936B
941C
951B
949
954B

FIG. 38

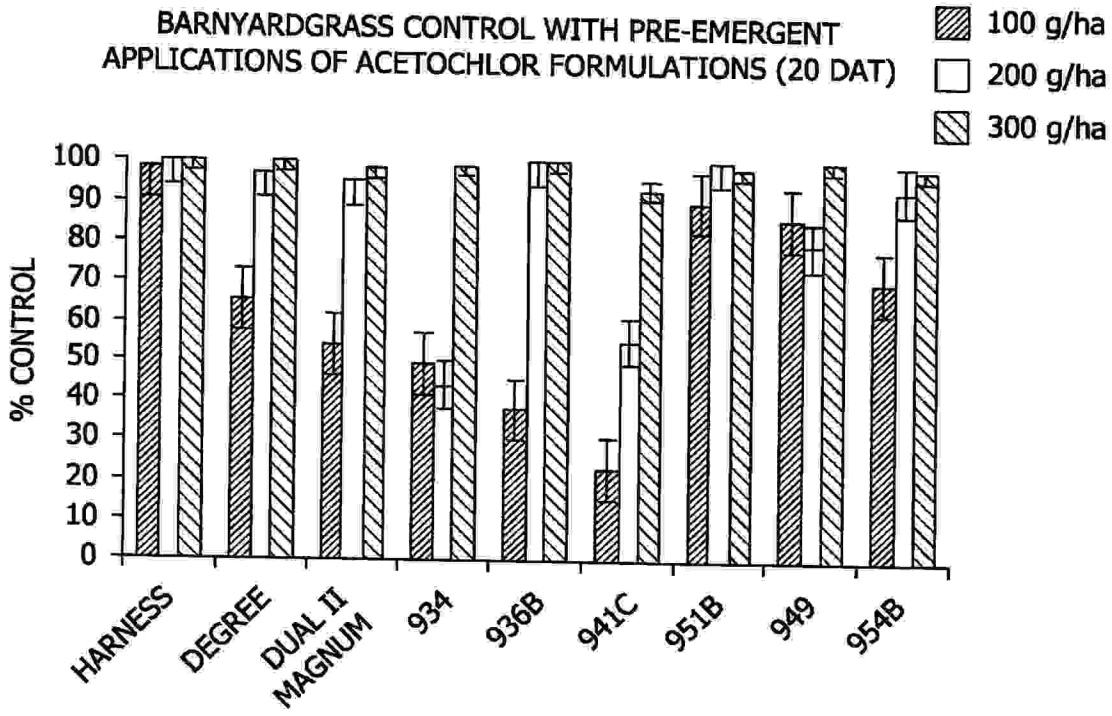

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
934
936B
941C
951B
949
954B

FIG. 39

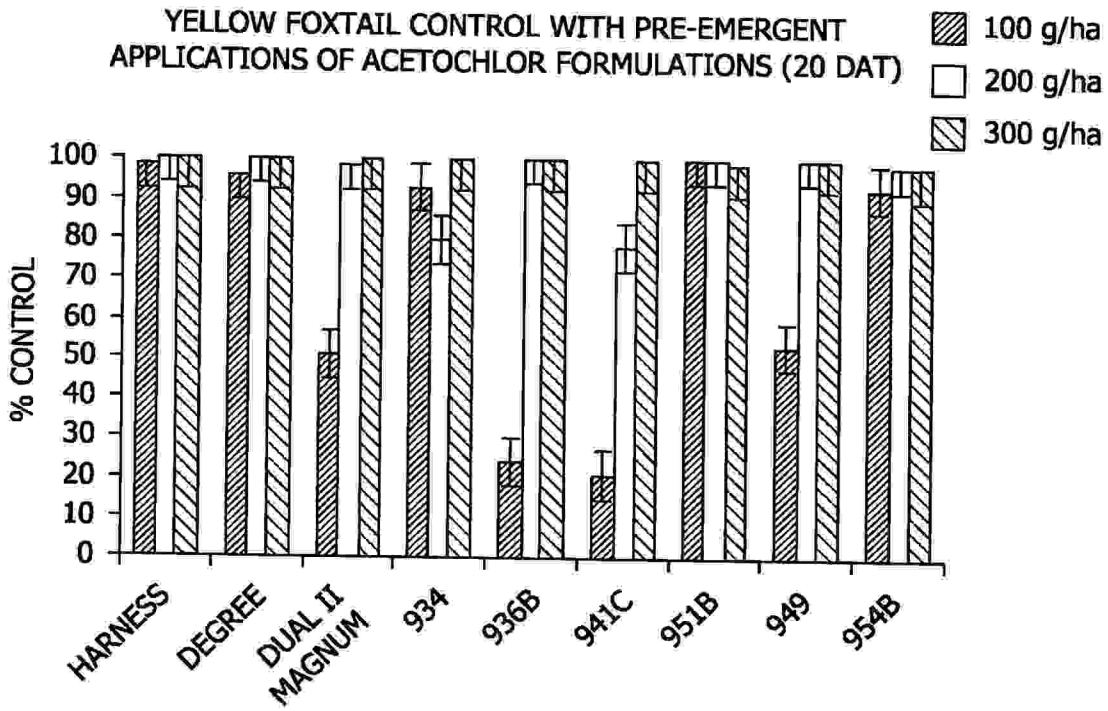

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
934
936B
941C
951B
949
954B

FIG. 40

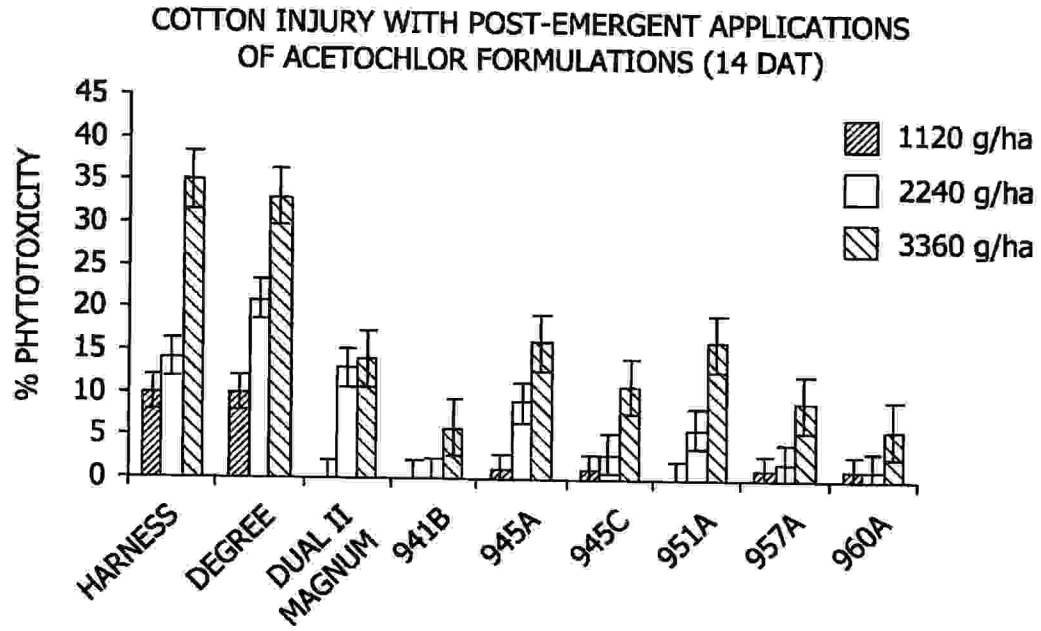

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
% PHYTOTOXICITY
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
945A
945C
951A
957A
960A

FIG. 41

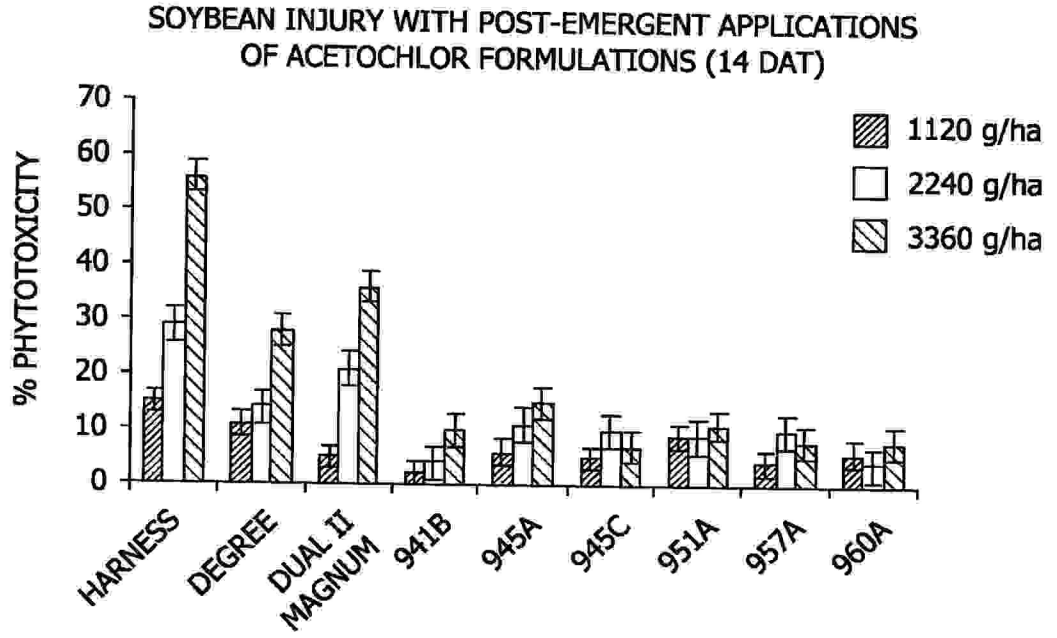

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
70
60
50
40
30
20
10
0
1120 g/ha
2240 g/ha
3360 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
945A
945C
951A
957A
960A

FIG. 42

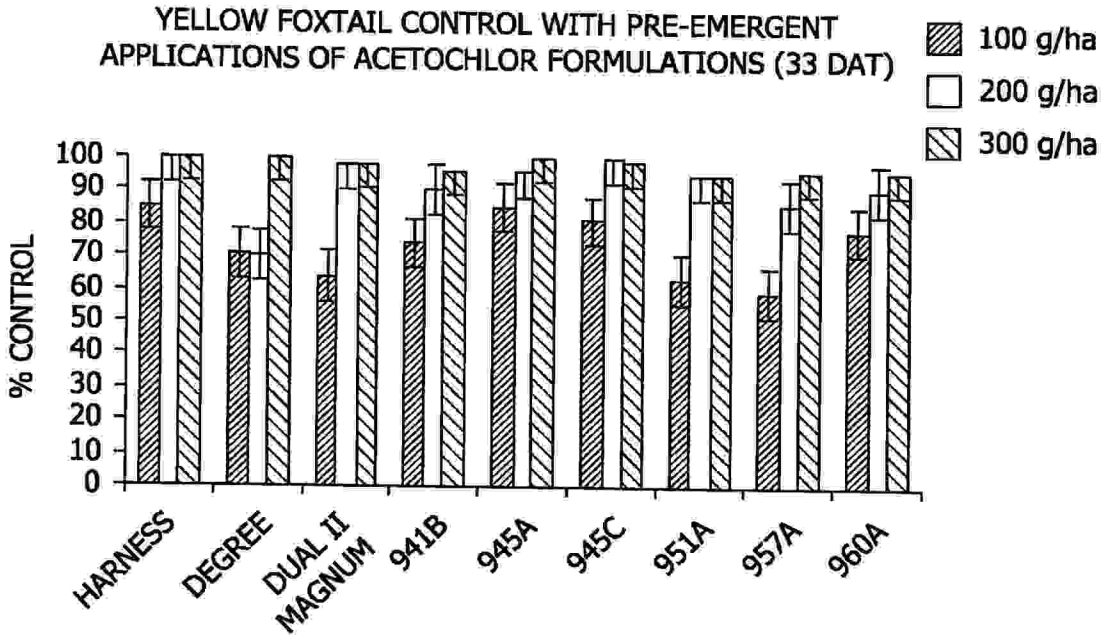

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (33 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
945A
945C
951A
957A
960A

FIG. 43

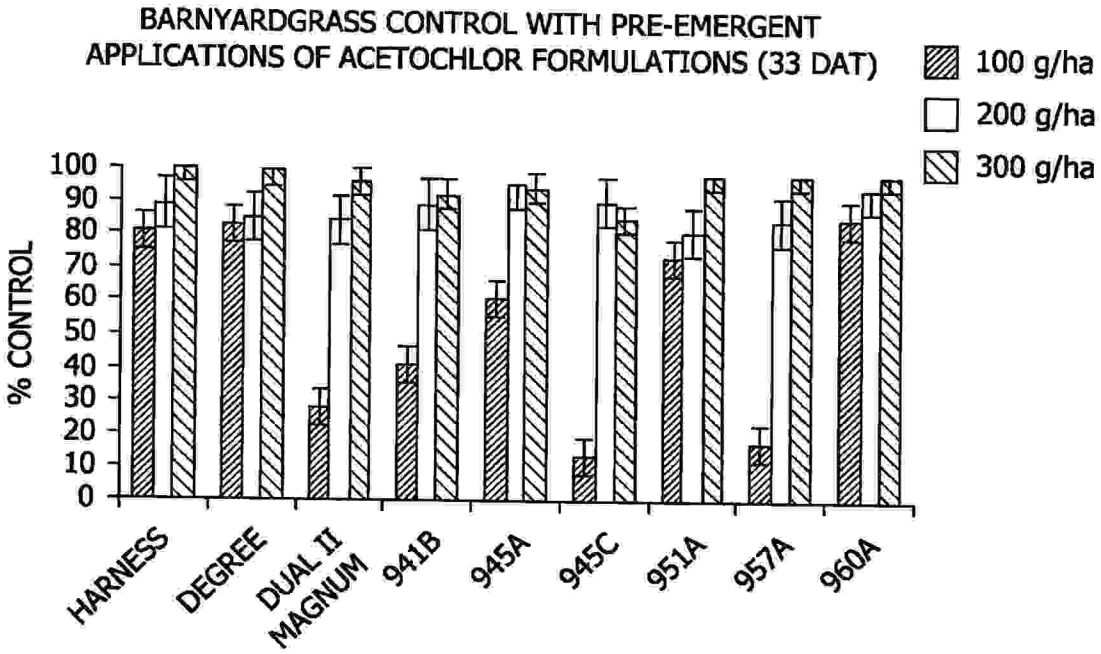

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (33 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
945A
945C
951A
957A
960A

FIG. 44

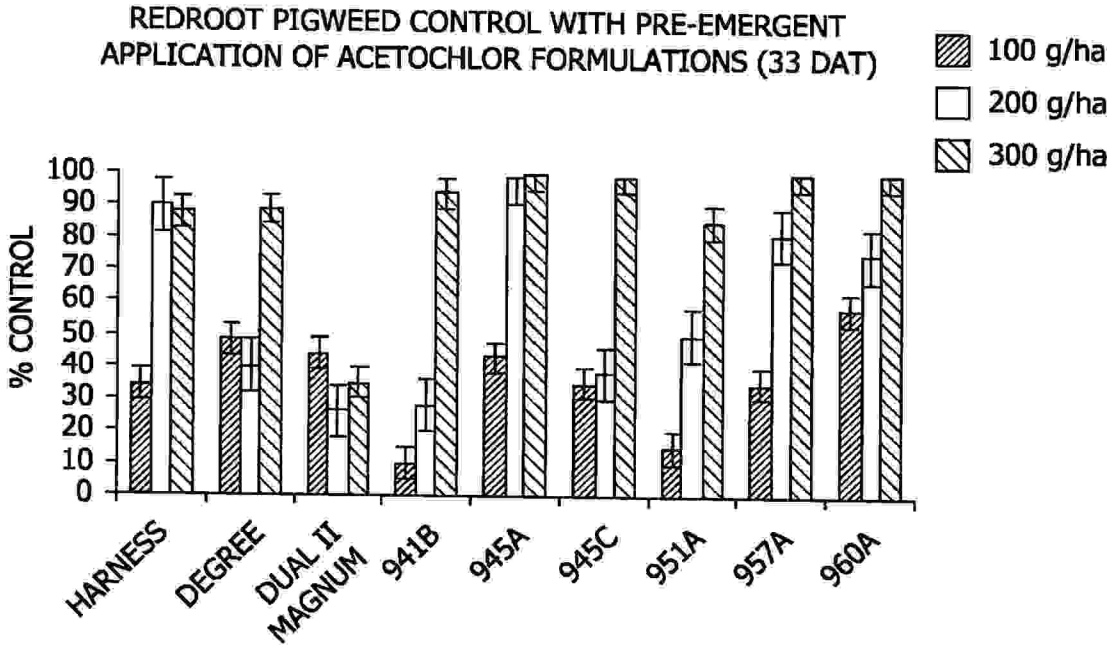

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATION OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (33 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
945A
945C
951A
957A
960A

FIG. 45

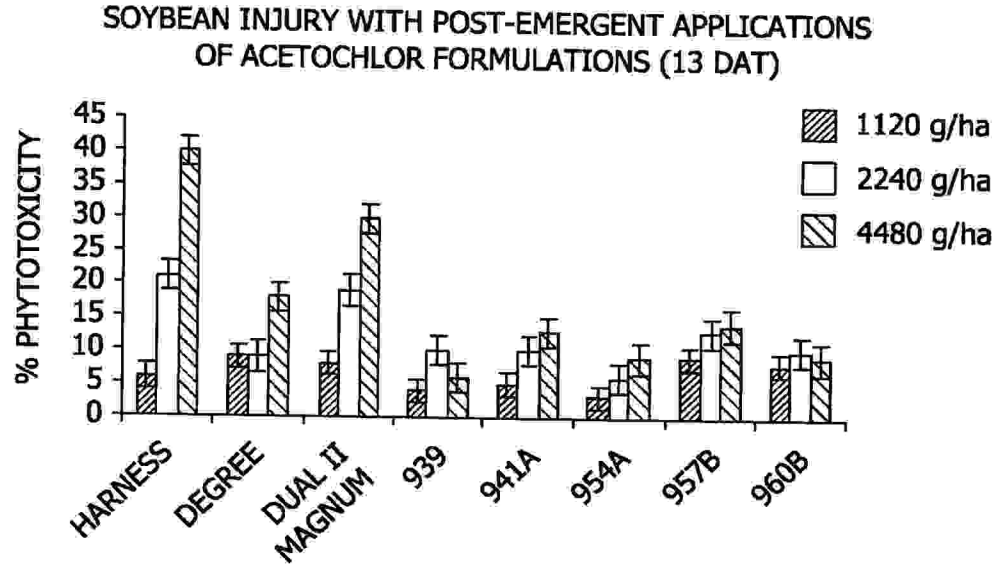

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (13 DAT)
% PHYTOTOXICITY
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 46

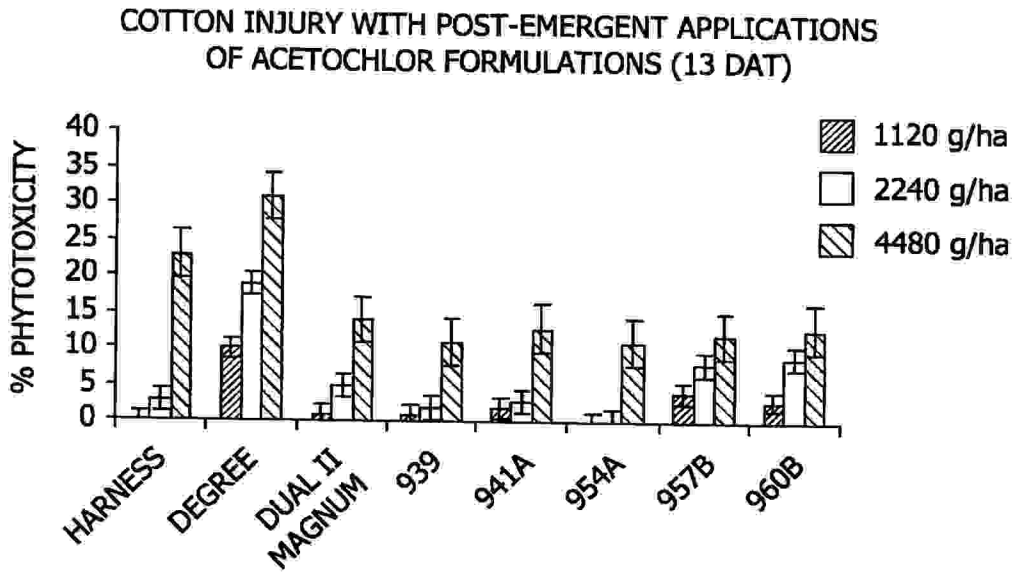

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (13 DAT)
% PHYTOTOXICITY
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 47

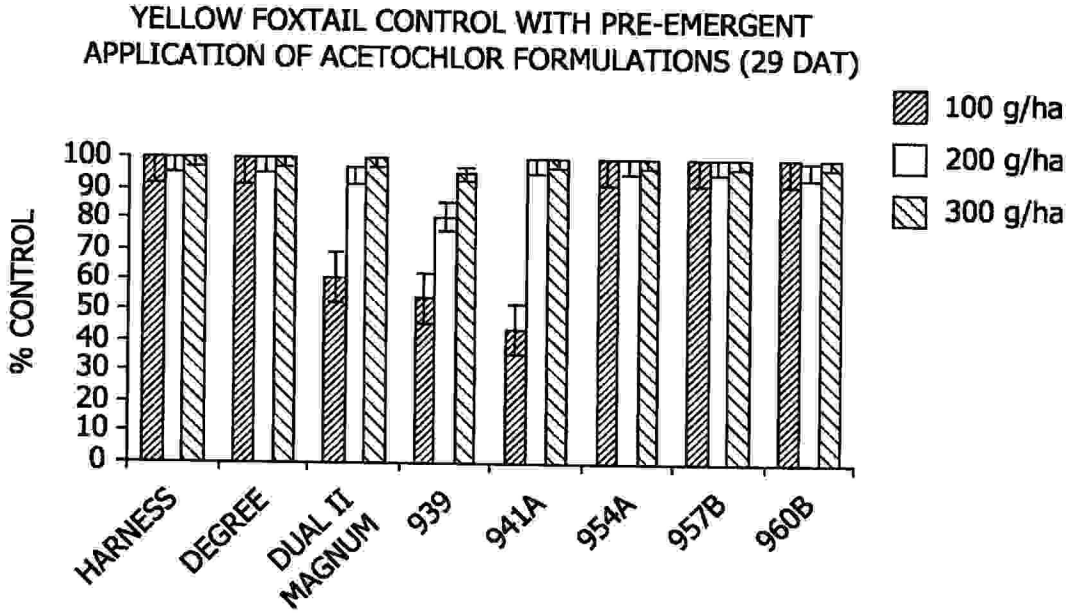

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATION OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (29 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 48

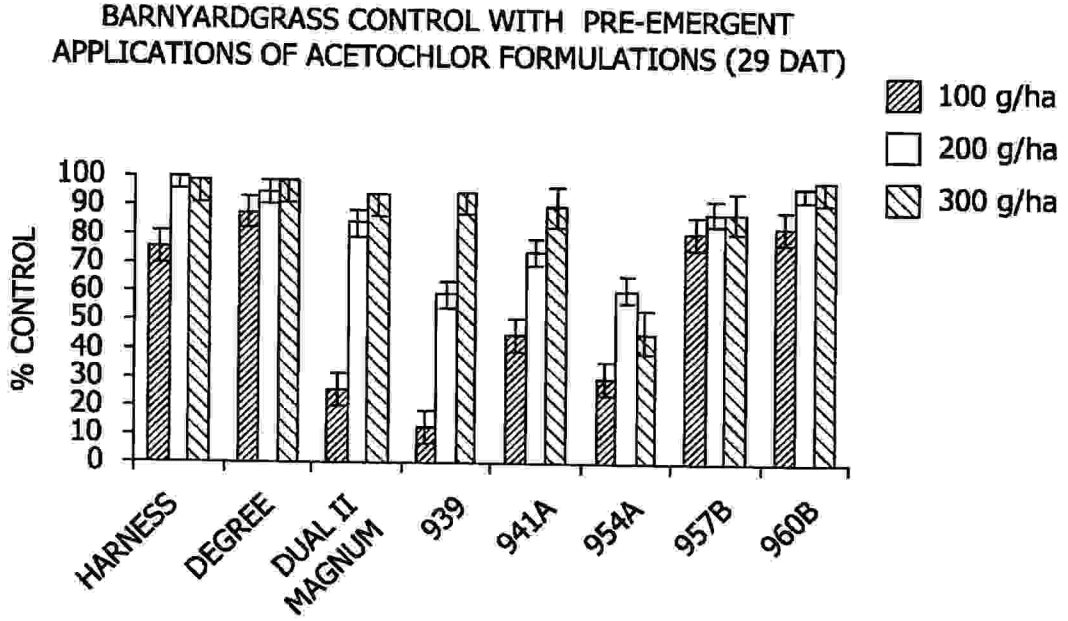

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (29 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 49

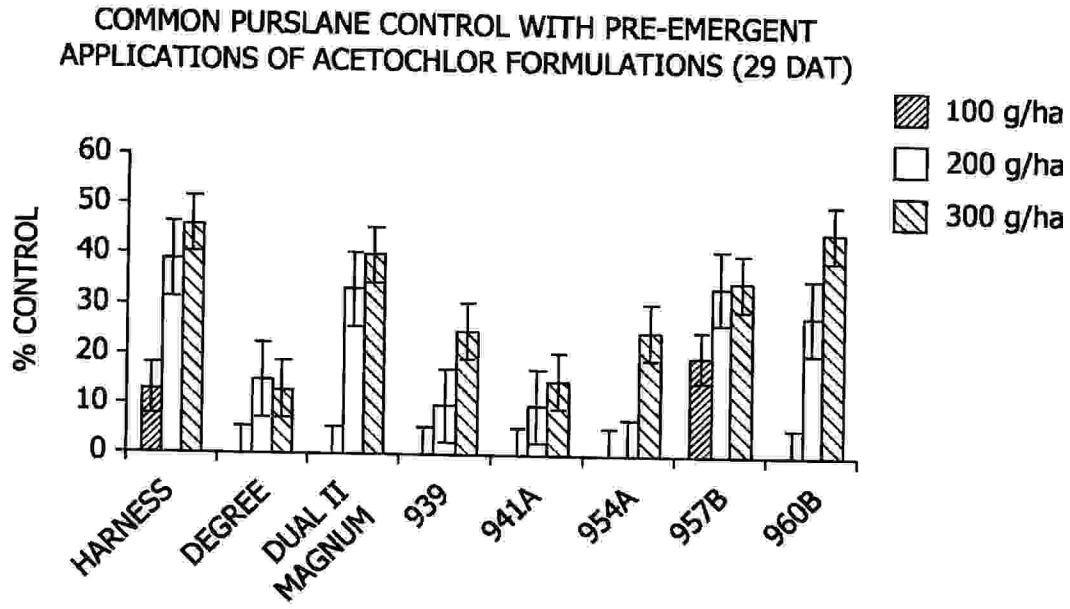

COMMON PURSLANE CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (29 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 50

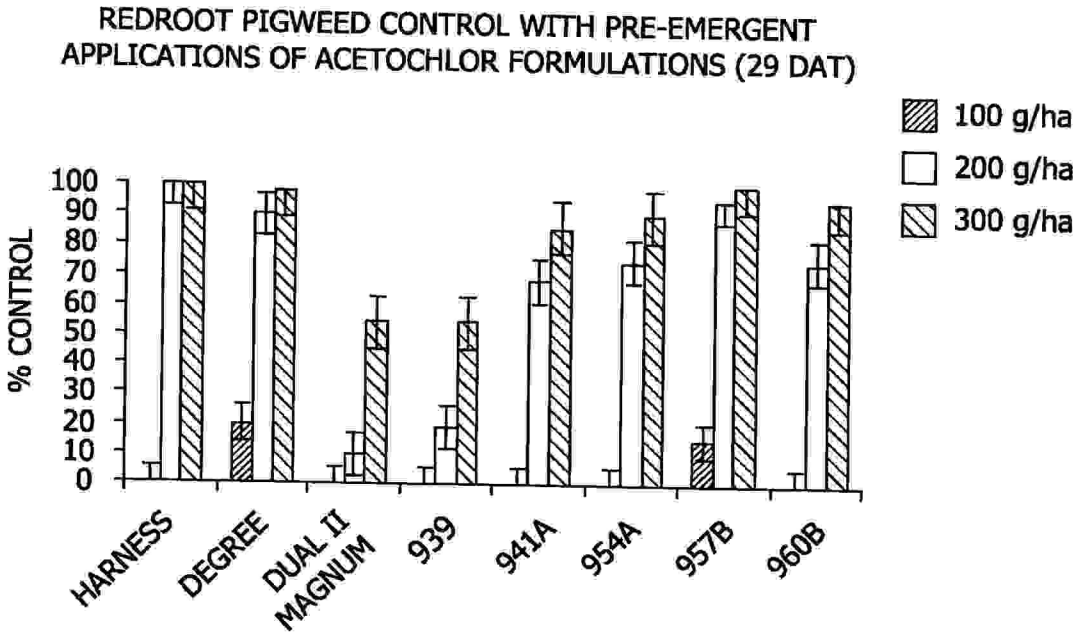

REDROOT PIGWEED CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (29 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
939
941A
954A
957B
960B

FIG. 51

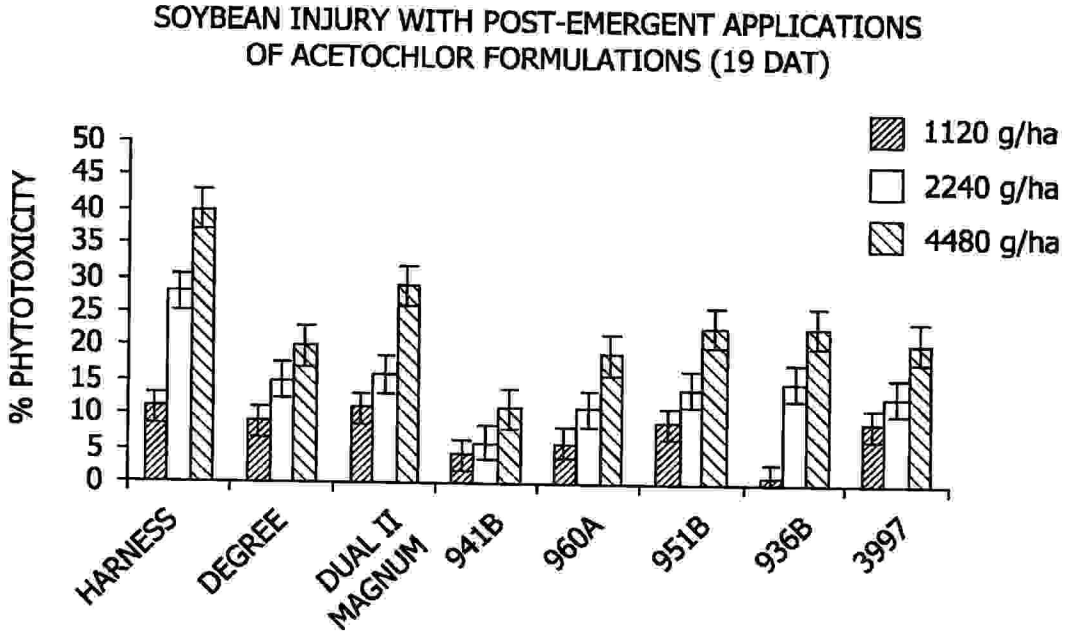

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (19 DAT)
% PHYTOTOXICITY
50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
960A
951B
936B
3997

FIG. 52

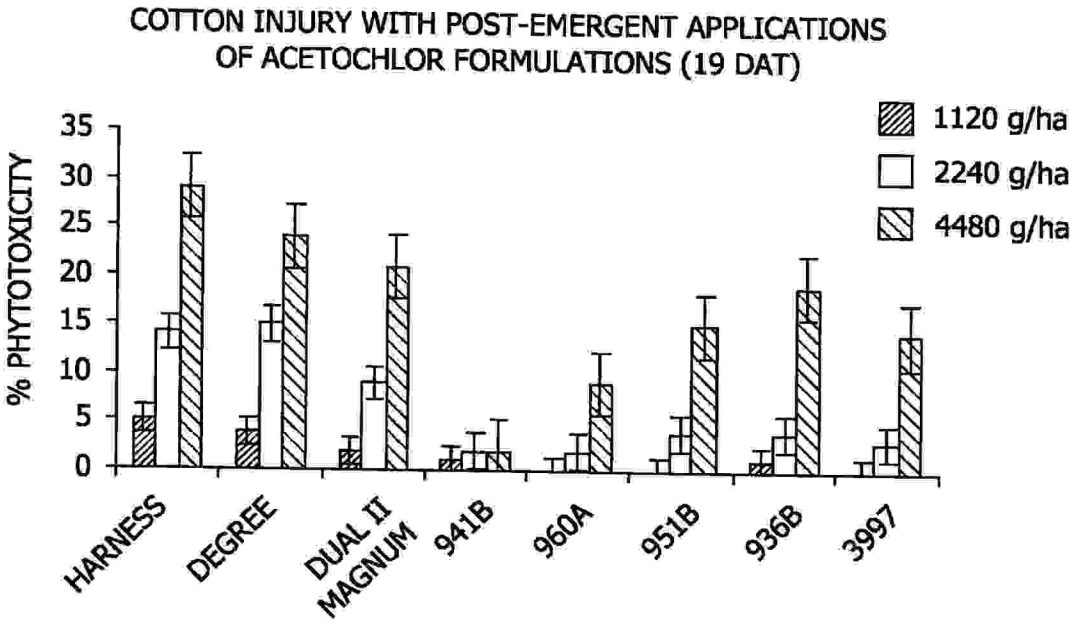

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (19 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
960A
951B
936B
3997

FIG. 53

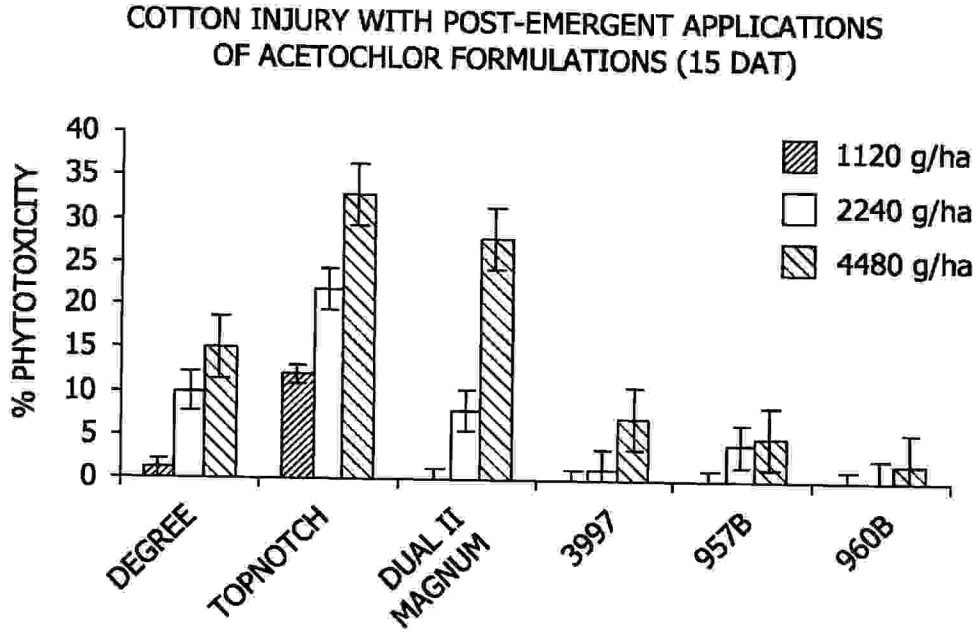

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (15 DAT)
% PHYTOTOXICITY
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DEGREE
TOPNOTCH
DUAL II MAGNUM
3997
957B
960B

FIG. 54

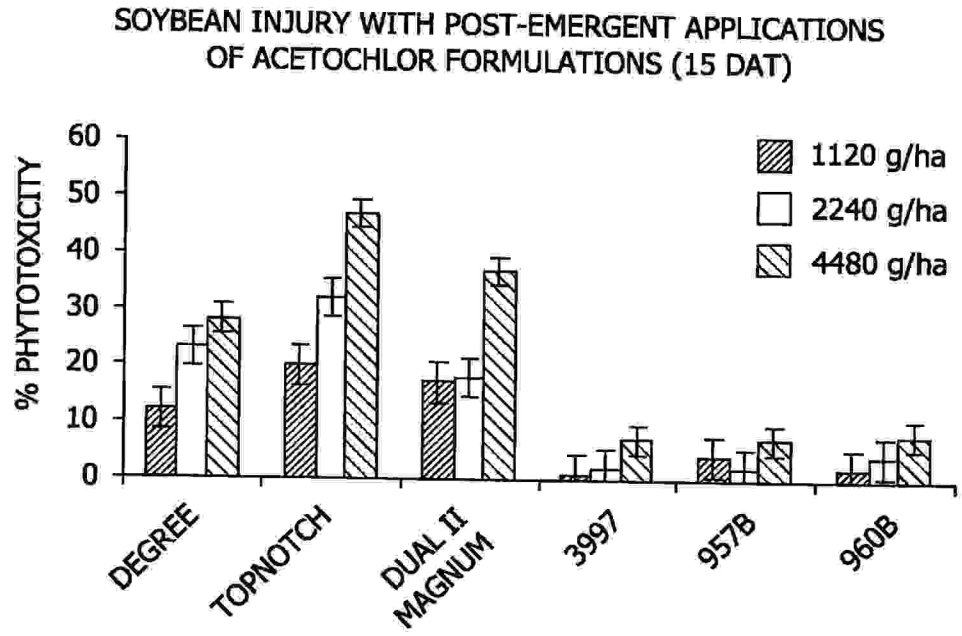

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (15 DAT)
% PHYTOTOXICITY
60
50
40
30
20
10
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DEGREE
TOPNOTCH
DUAL II MAGNUM
3997
957B
960B

FIG. 55

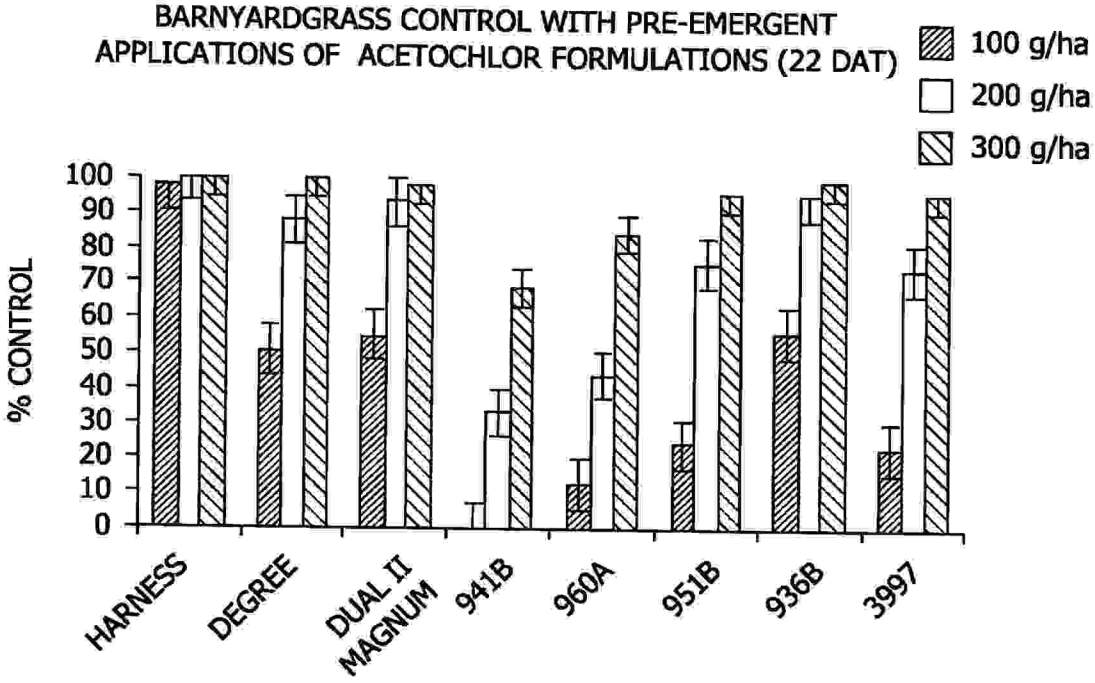

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (22 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
960A
951B
936B
3997

FIG. 56

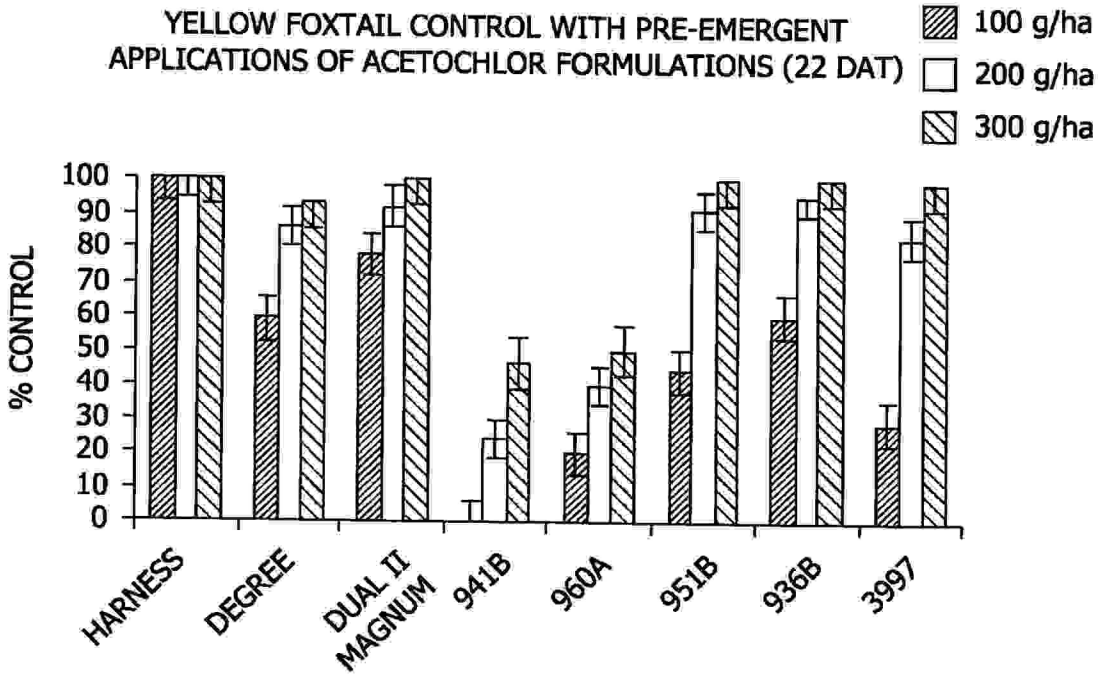

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (22 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
941B
960A
951B
936B
3997

FIG. 57

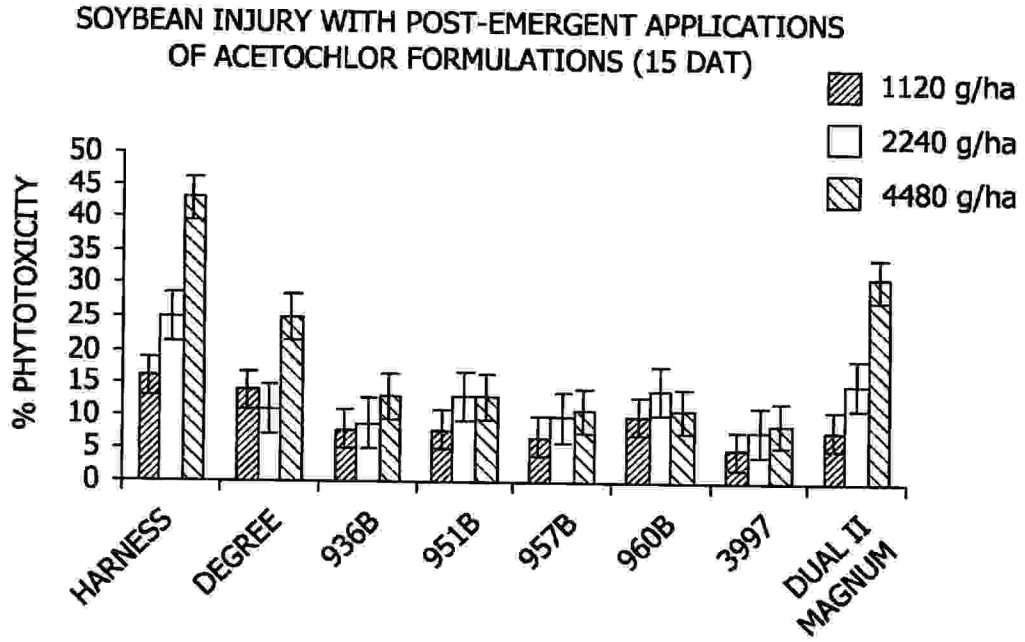

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (15 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
HARNESS
DEGREE
936B
951B
957B
960B
3997
DUAL II MAGNUM

FIG. 58

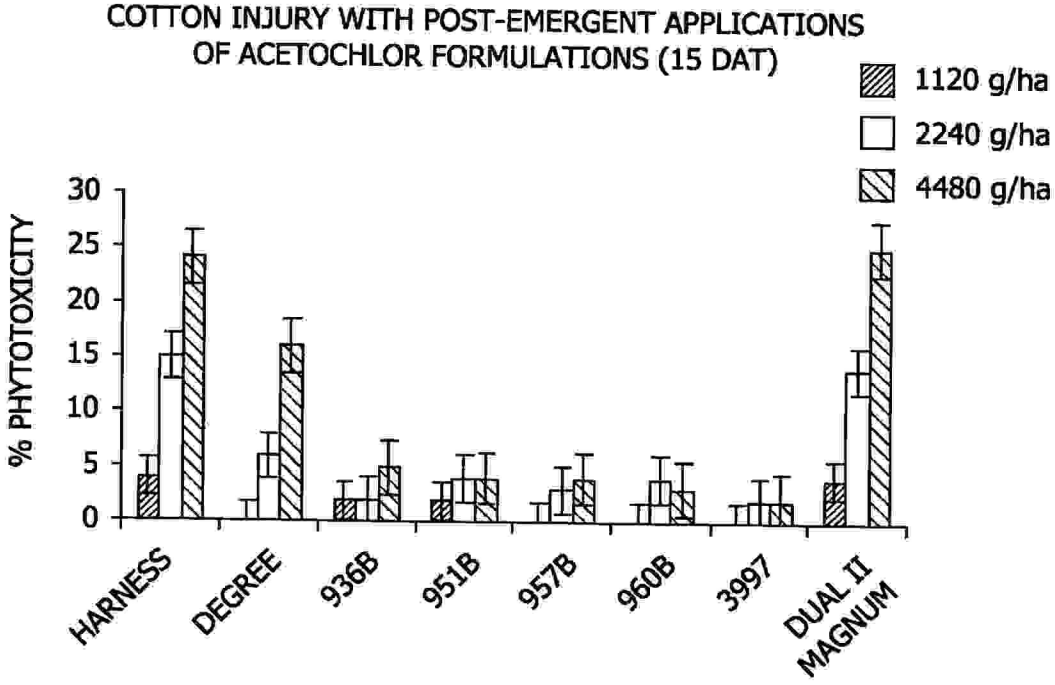

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (15 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
30
25
20
15
10
5
0
HARNESS
DEGREE
936B
951B
957B
960B
3997
DUAL II MAGNUM

FIG. 59

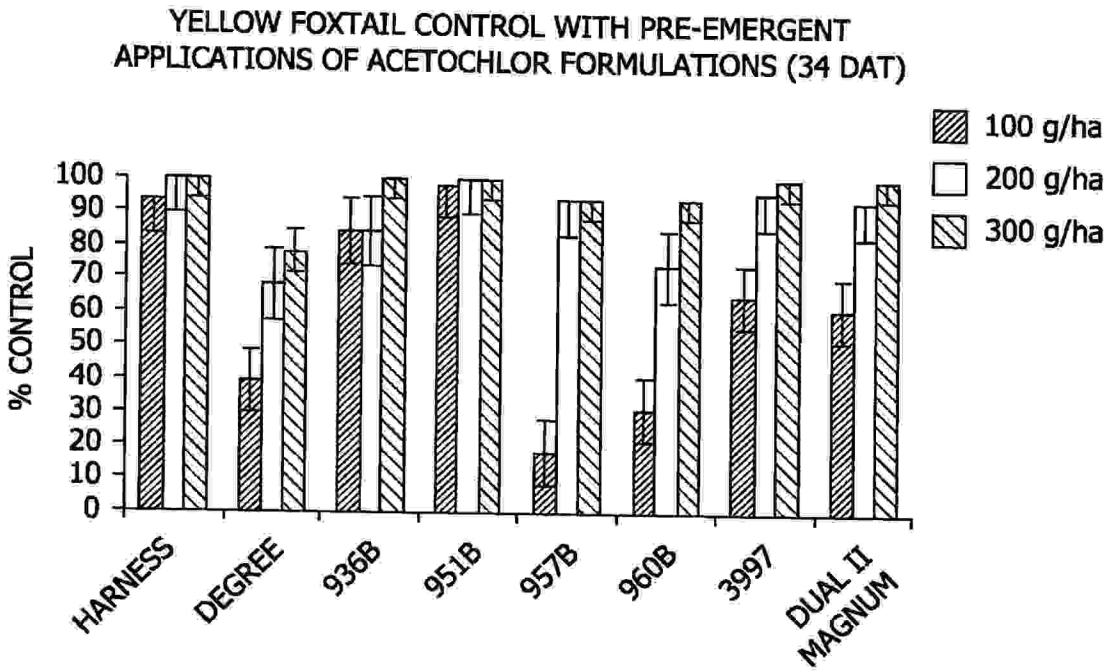

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (34 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
936B
951B
957B
960B
3997
DUAL II MAGNUM

FIG. 60

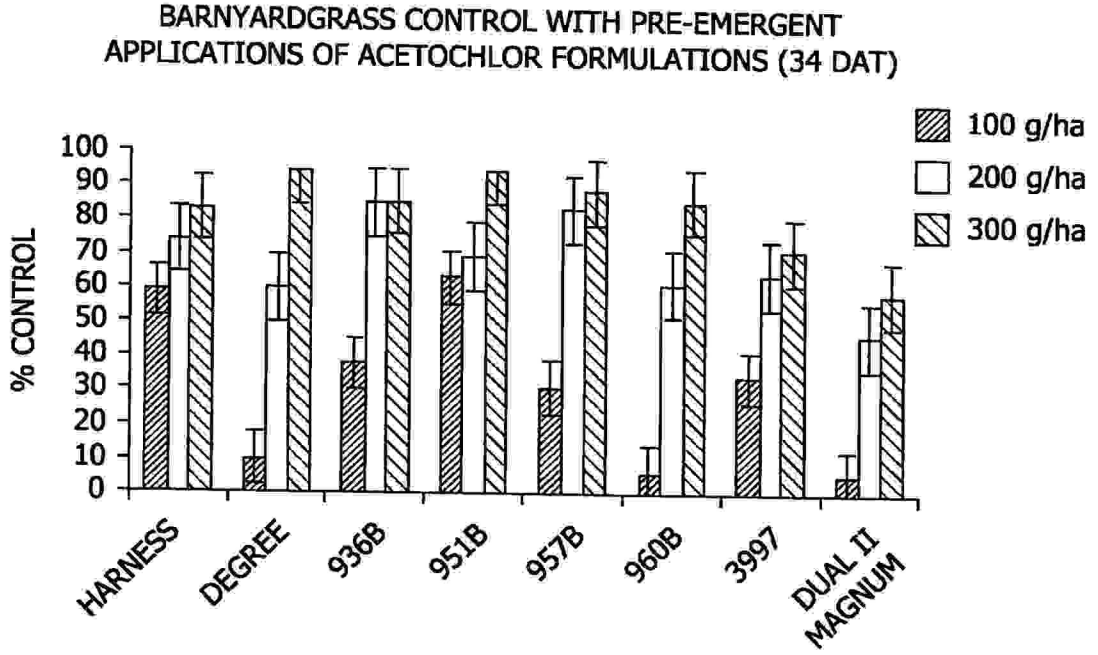

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (34 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
936B
951B
957B
960B
3997
DUAL II MAGNUM

FIG. 61

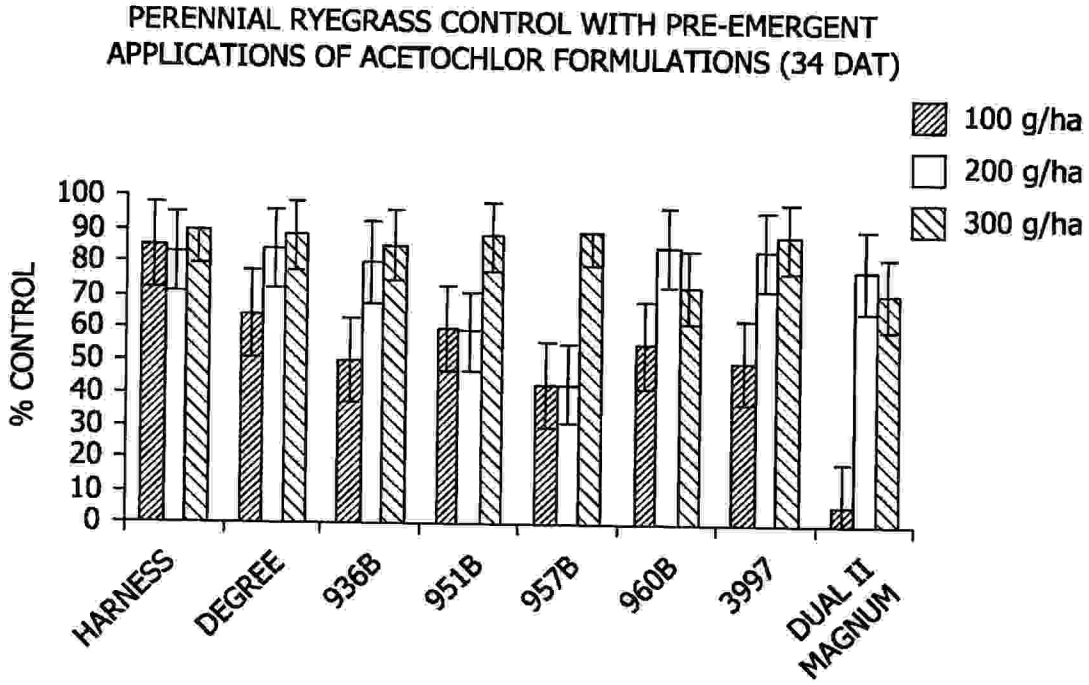

PERENNIAL RYEGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (34 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
936B
951B
957B
960B
3997
DUAL II MAGNUM

FIG. 62

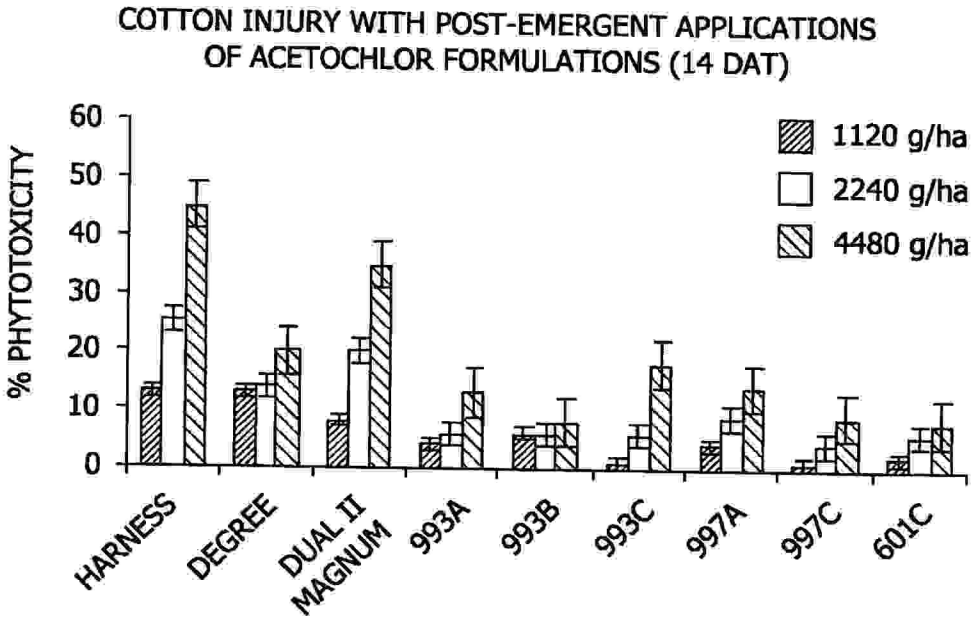

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
993A
993B
993C
997A
997C
601C

FIG. 63

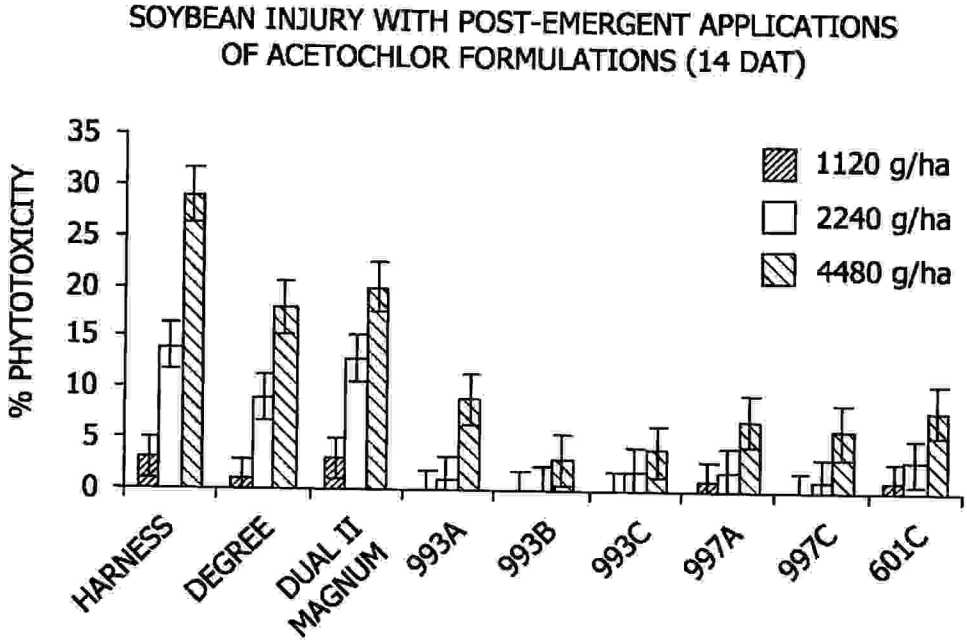

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
993A
993B
993C
997A
997C
601C

FIG. 64

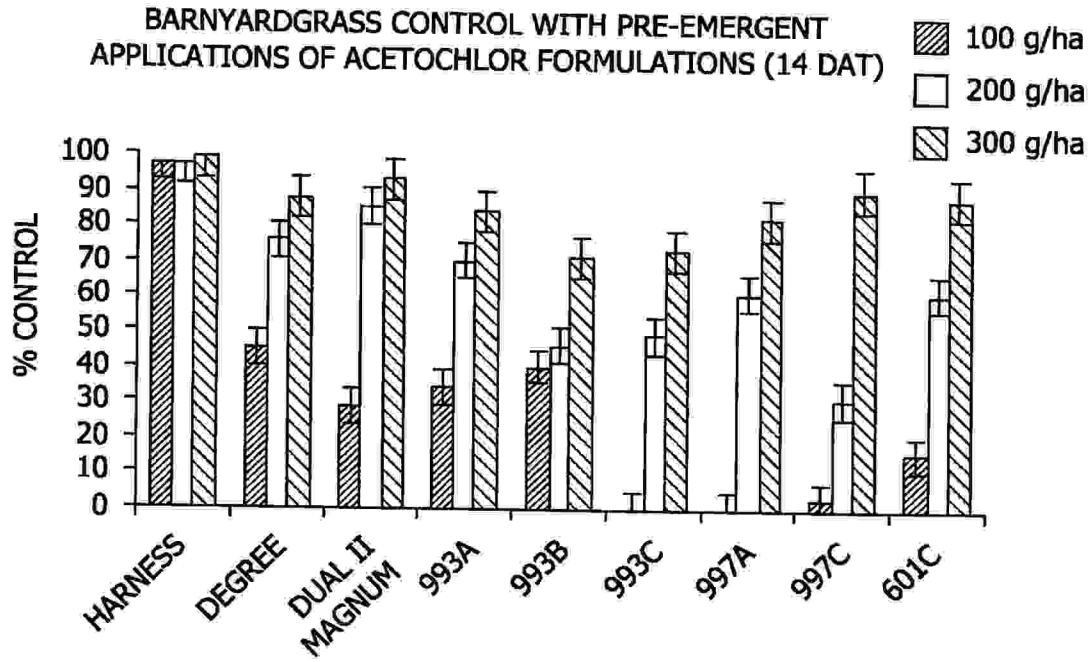

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
993A
993B
993C
997A
997C
601C

FIG. 65

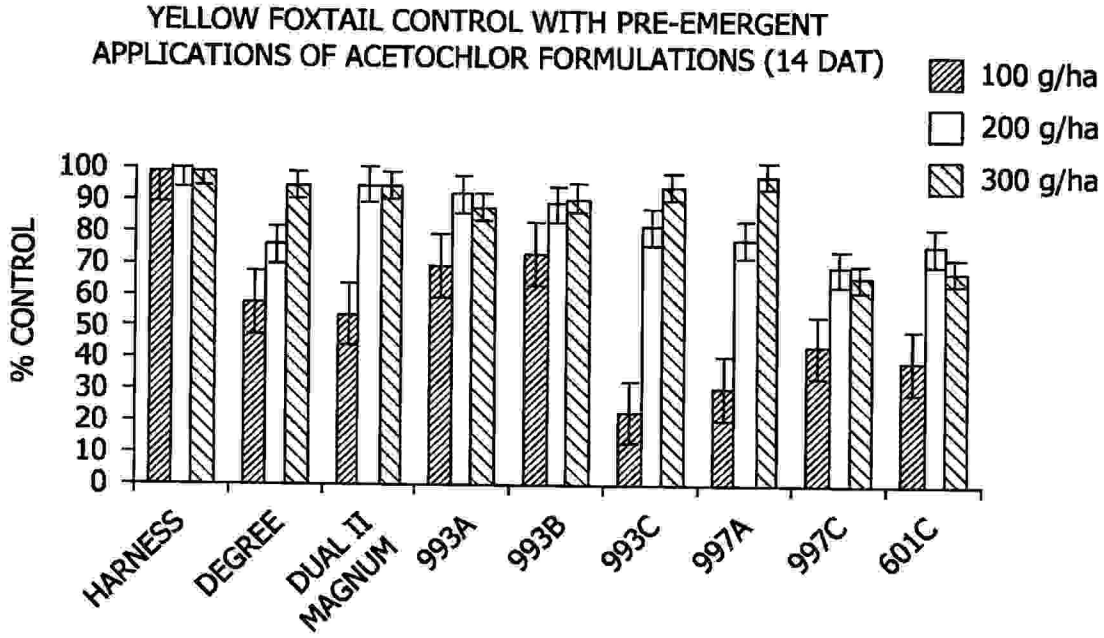

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
993A
993B
993C
997A
997C
601C

FIG. 66

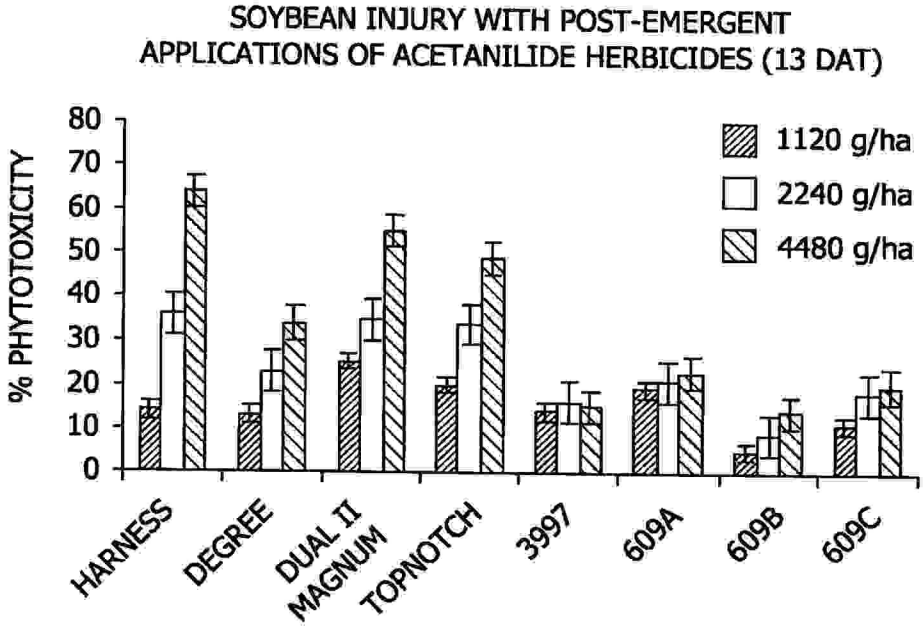

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETANILIDE HERBICIDES (13 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
TOPNOTCH
3997
609A
609B
609C

FIG. 67

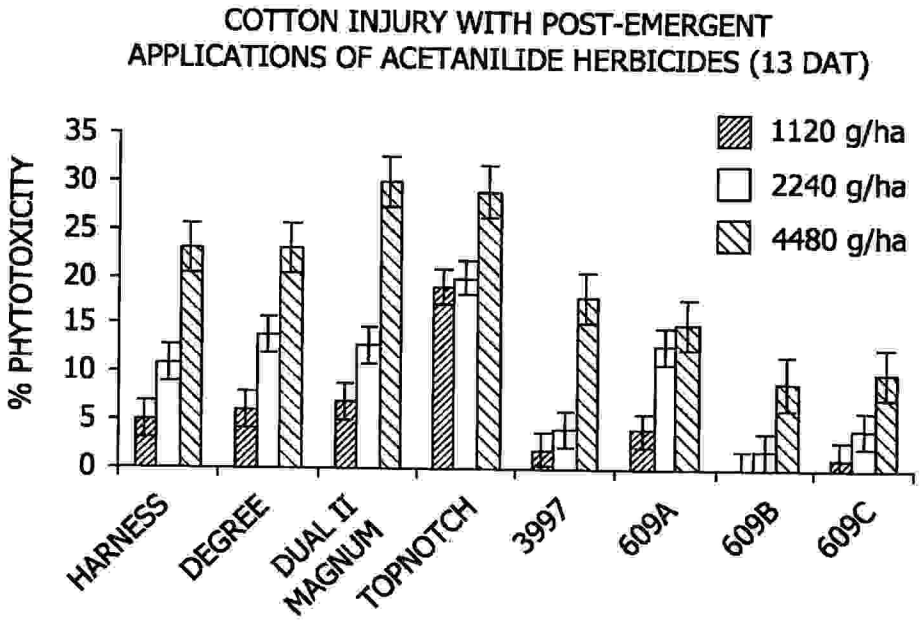

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETANILIDE HERBICIDES (13 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
TOPNOTCH
3997
609A
609B
609C

FIG. 68

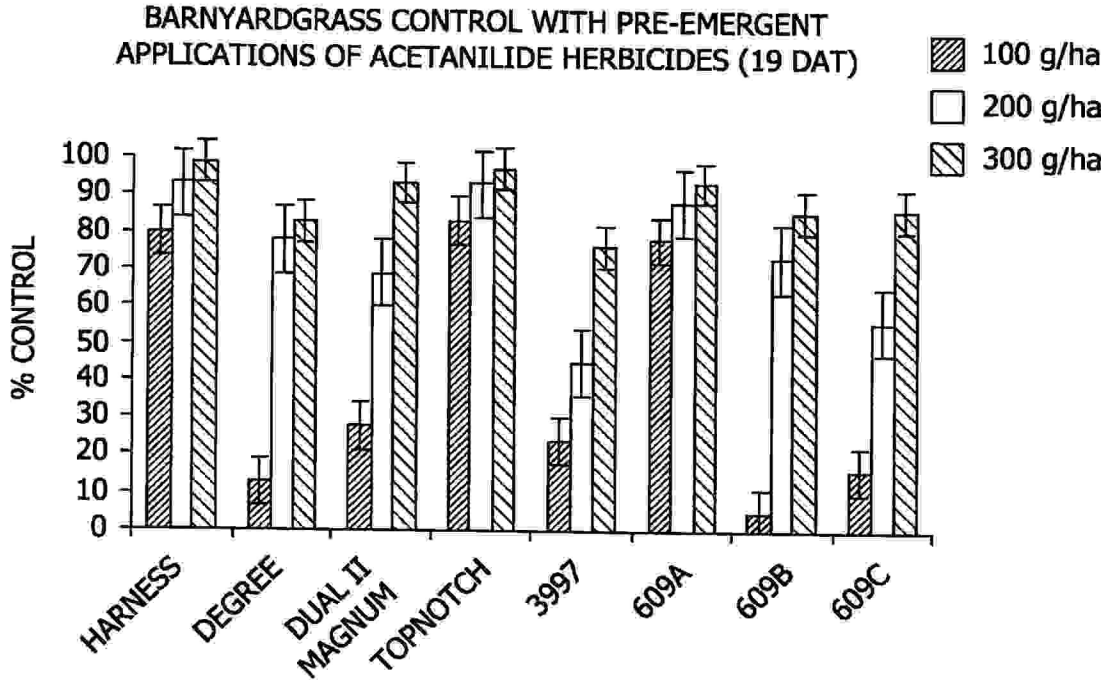

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETANILIDE HERBICIDES (19 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
TOPNOTCH
3997
609A
609B
609C

FIG. 69

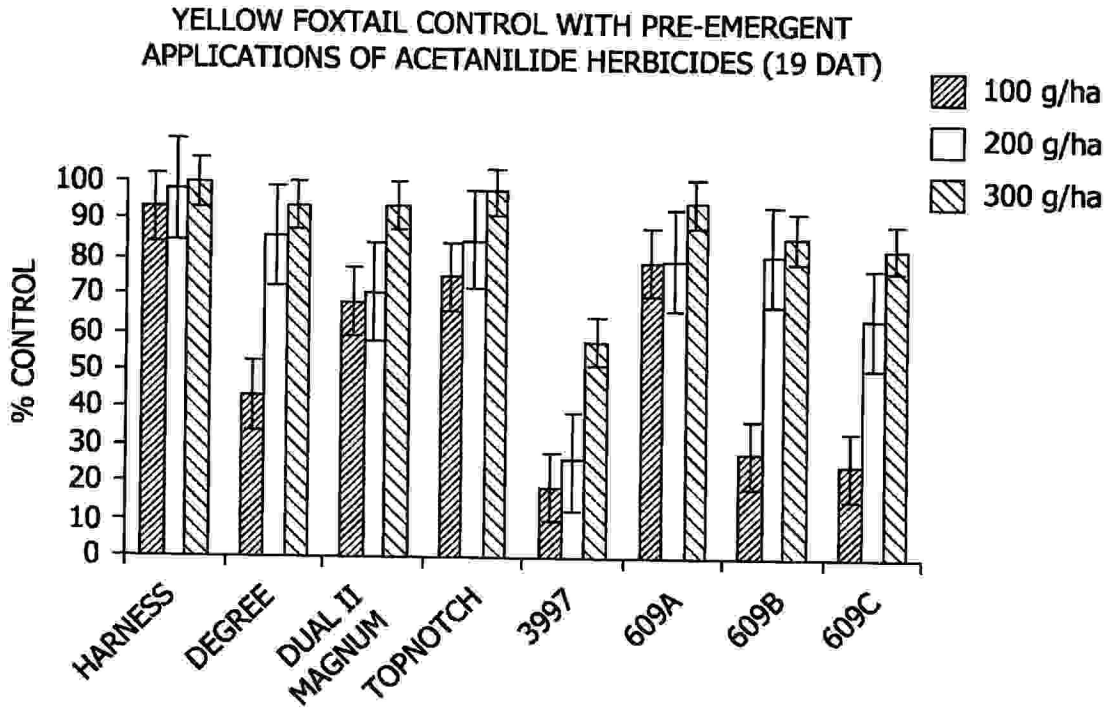

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETANILIDE HERBICIDES (19 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
HARNESS
DEGREE
DUAL II MAGNUM
TOPNOTCH
3997
609A
609B
609C

FIG. 70

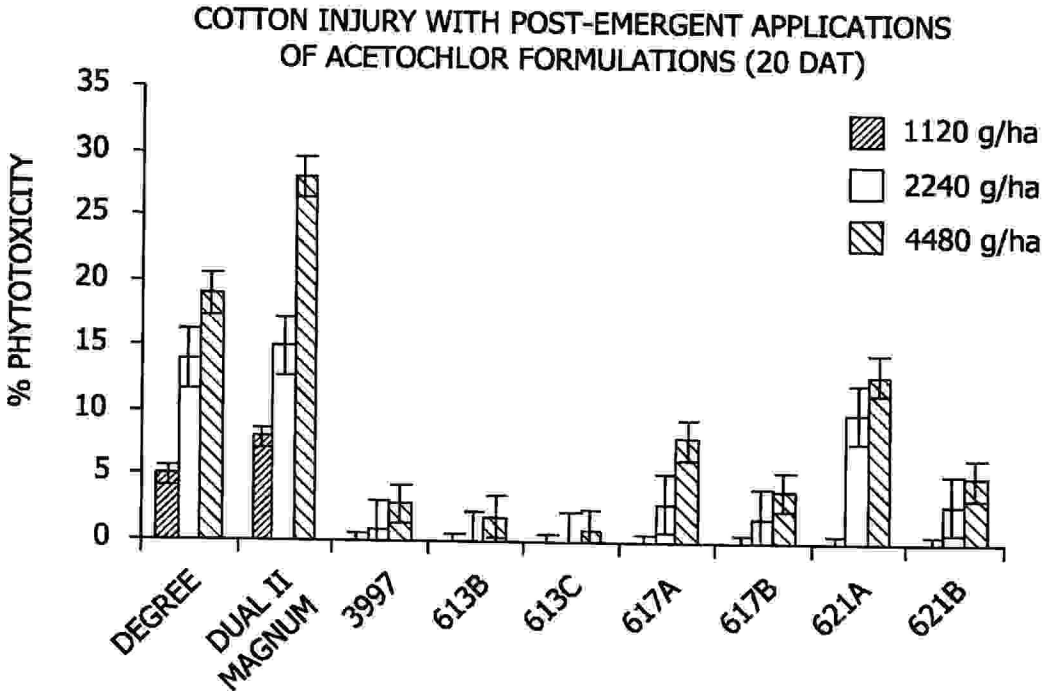

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
DEGREE
DUAL II MAGNUM
3997
613B
613C
617A
617B
621A
621B

FIG. 71

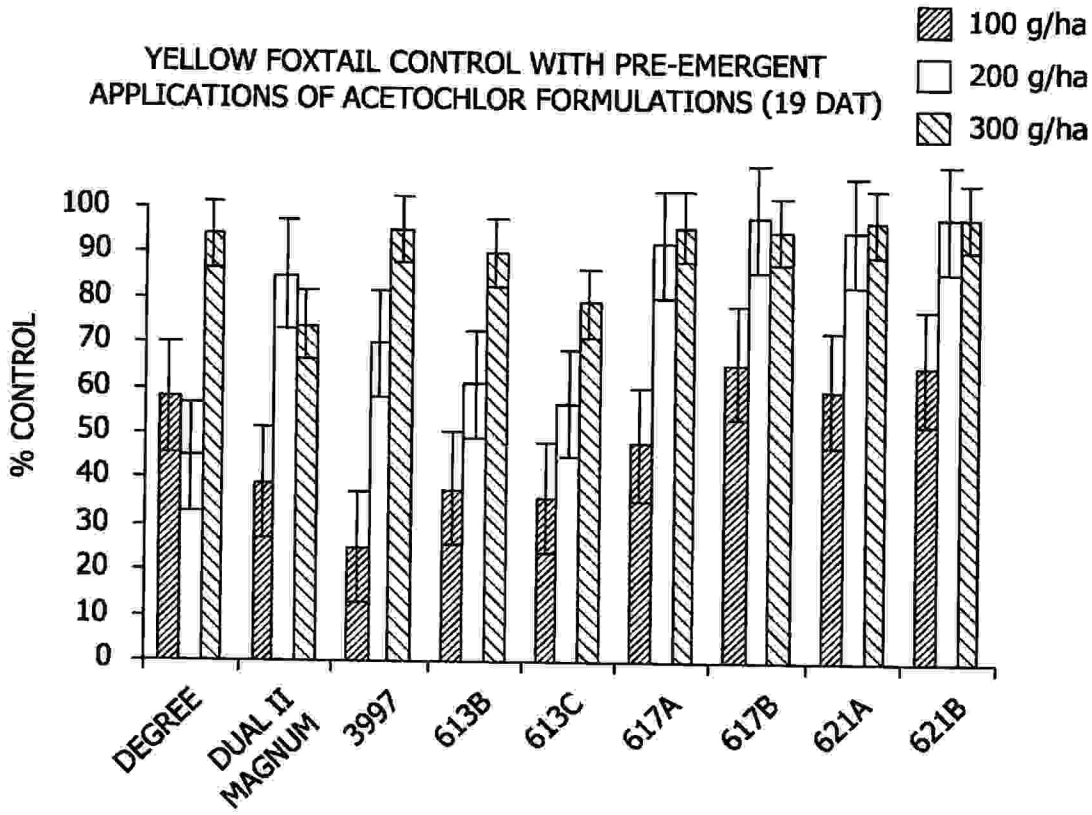

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (19 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DEGREE
DUAL II MAGNUM
3997
613B
613C
617A
617B
621A
621B

FIG. 72

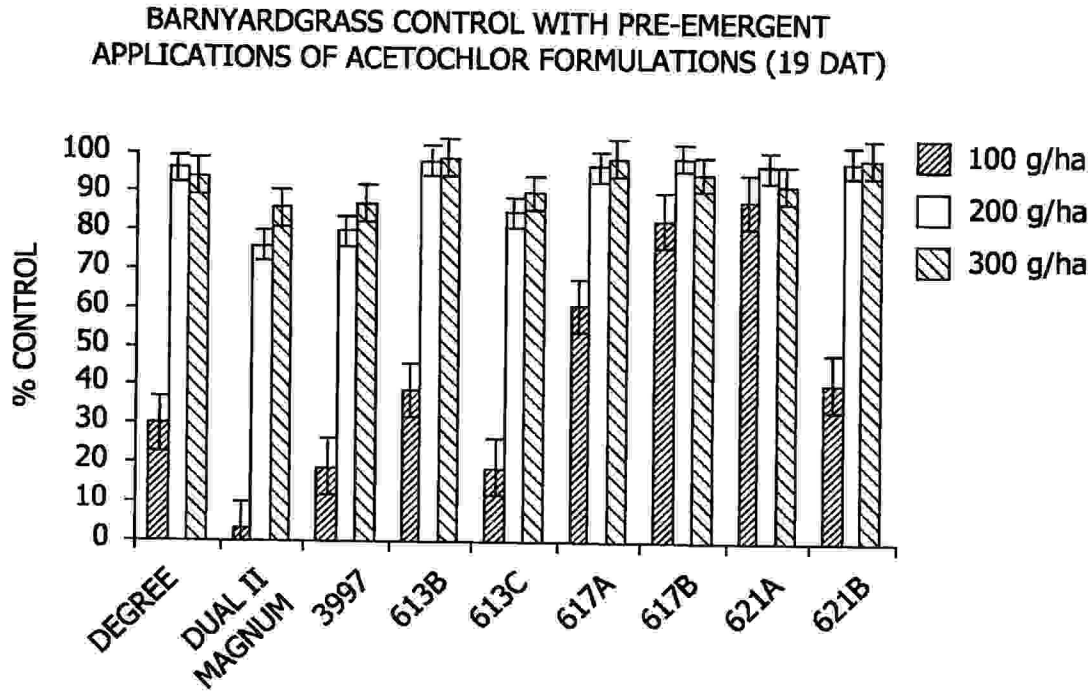

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (19 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DEGREE
DUAL II MAGNUM
3997
613B
613C
617A
617B
621A
621B

FIG. 73

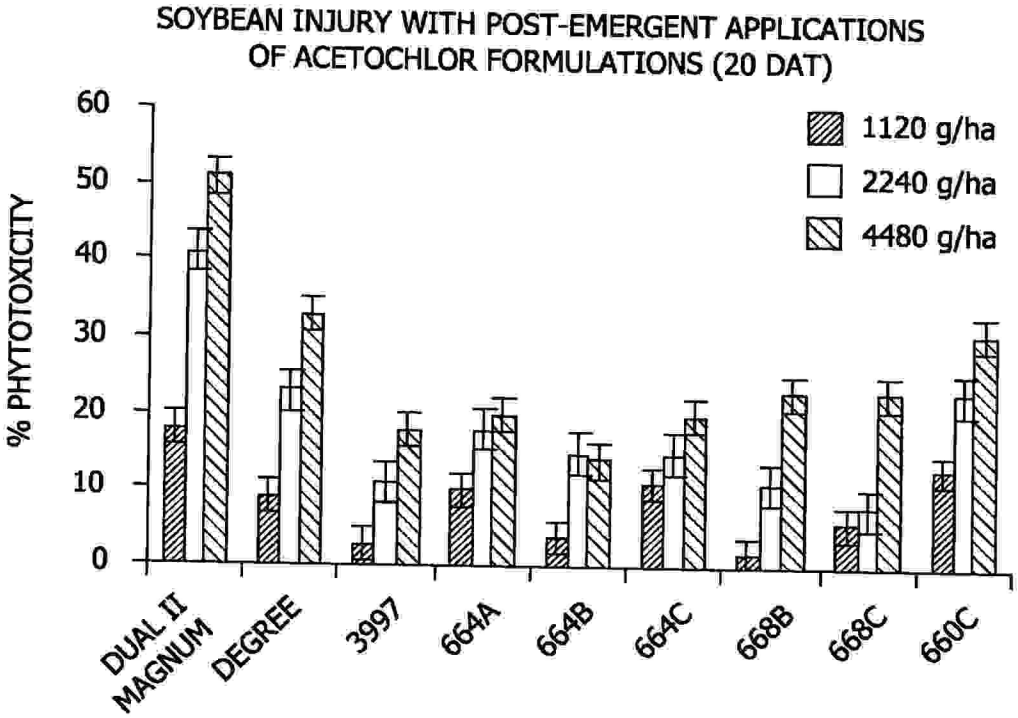

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
% PHYTOTOXICITY
60
50
40
30
20
10
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
664A
664B
664C
668B
668C
660C

FIG. 74

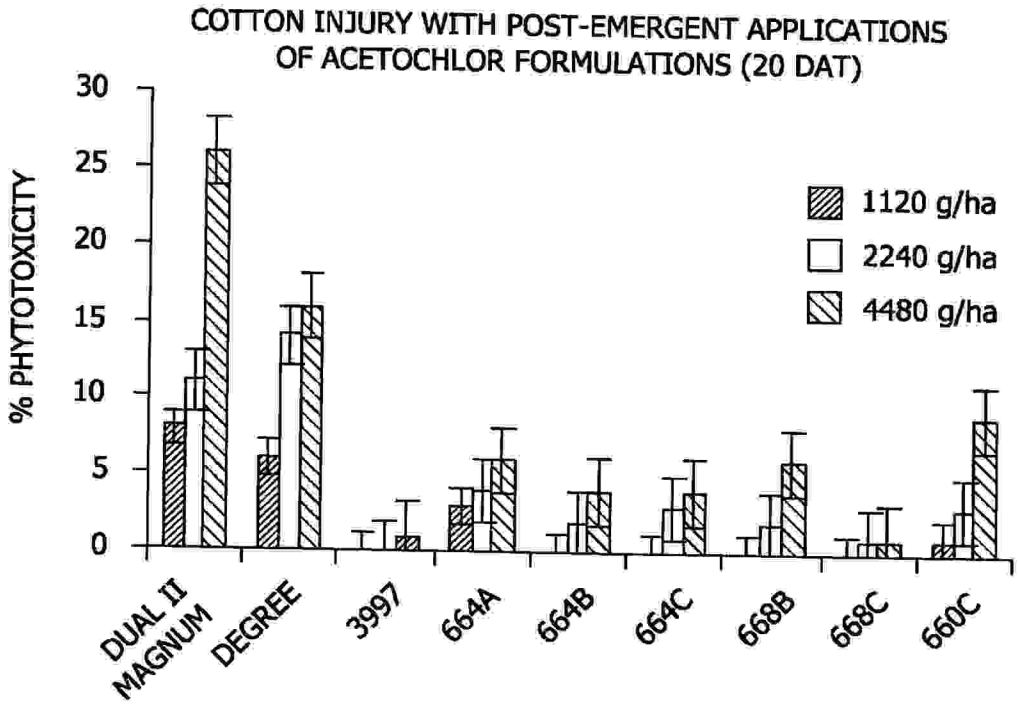

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (20 DAT)
% PHYTOTOXICITY
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
664A
664B
664C
668B
668C
660C

FIG. 75

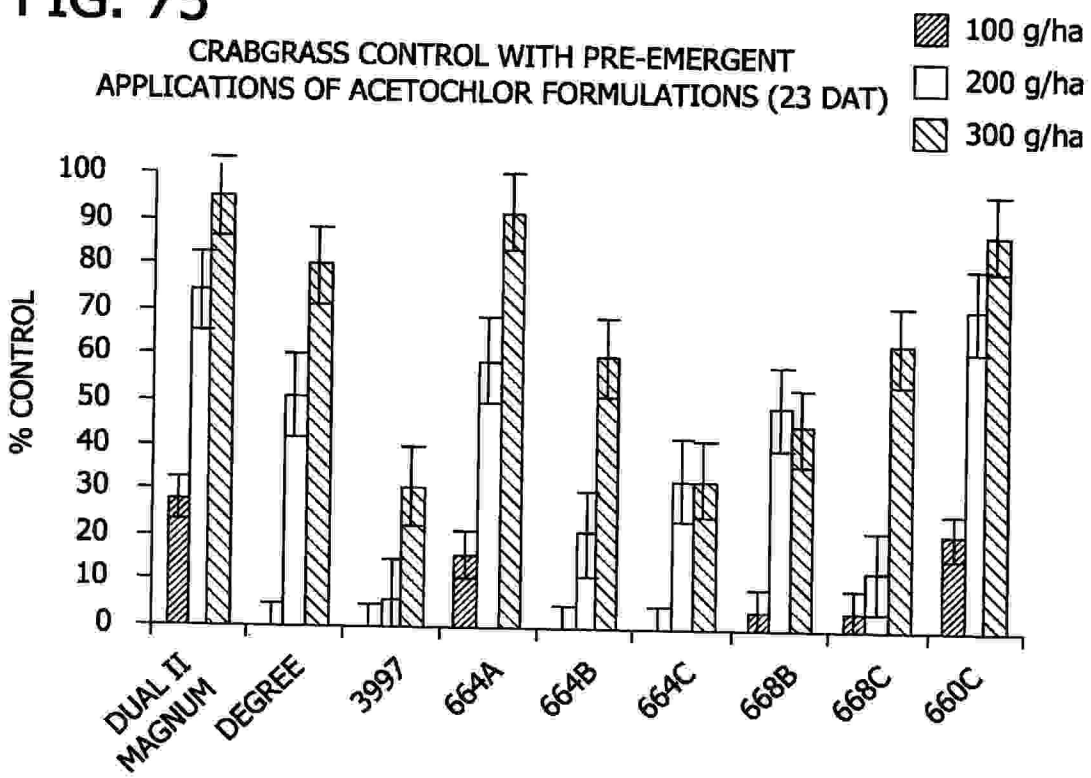

CRABGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (23 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
664A
664B
664C
668B
668C
660C

FIG. 76

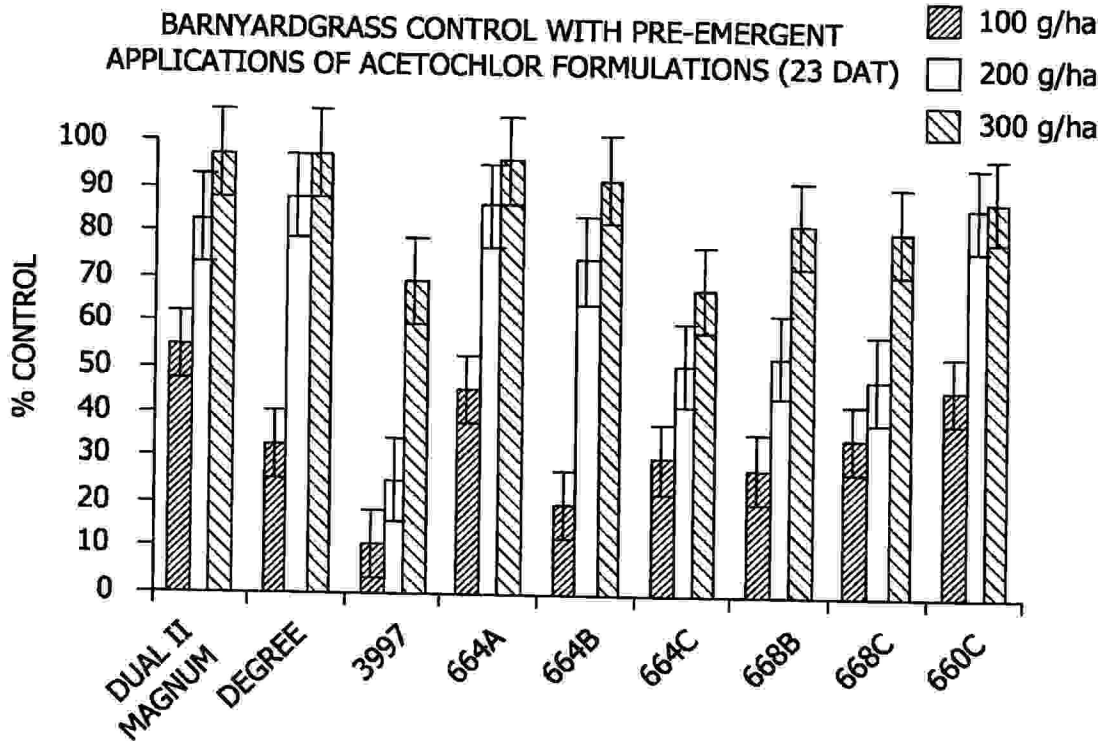

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (23 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
664A
664B
664C
668B
668C
660C

FIG. 77

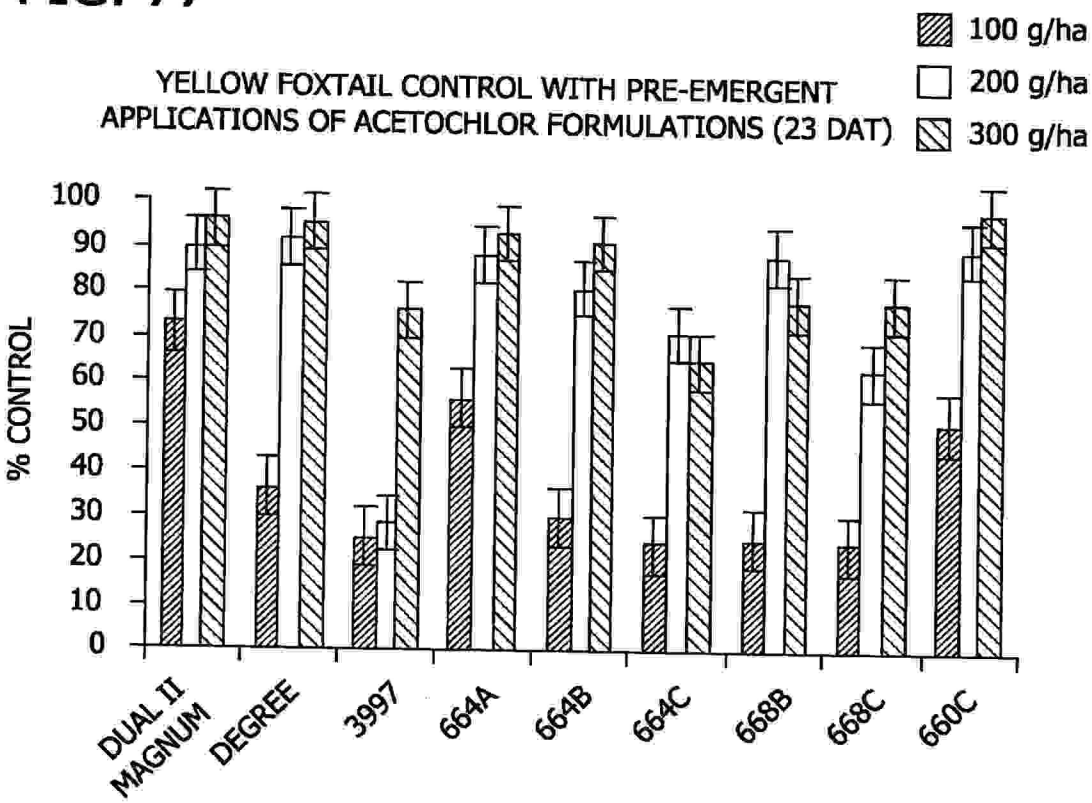

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (23 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
664A
664B
664C
668B
668C
660C

FIG. 78

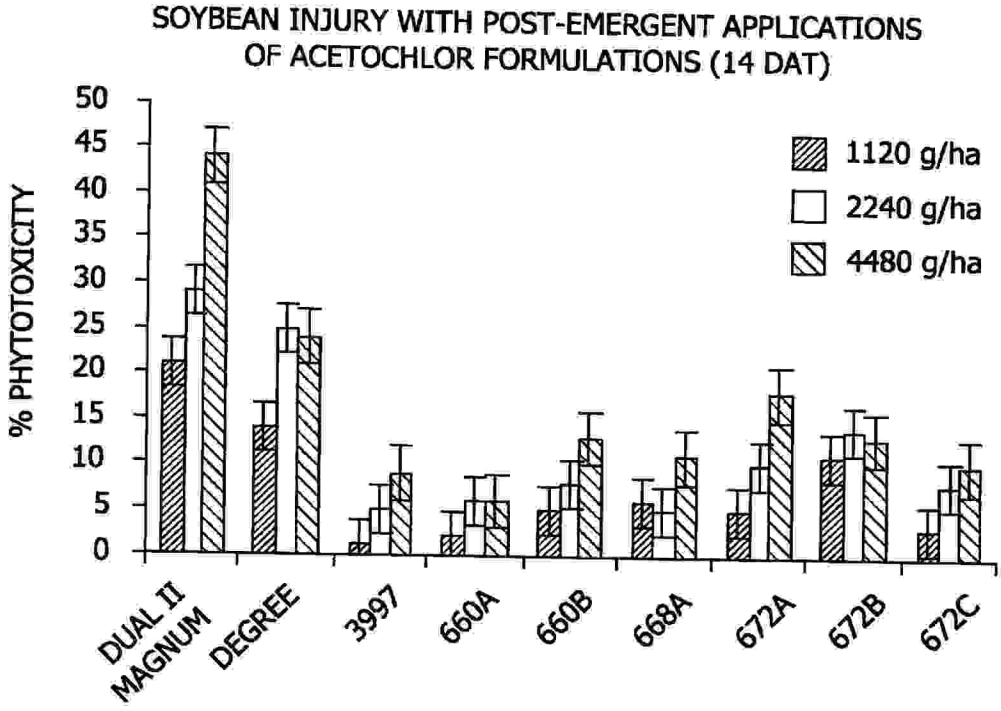

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
% PHYTOTOXICITY
50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
660A
660B
668A
672A
672B
672C

FIG. 79

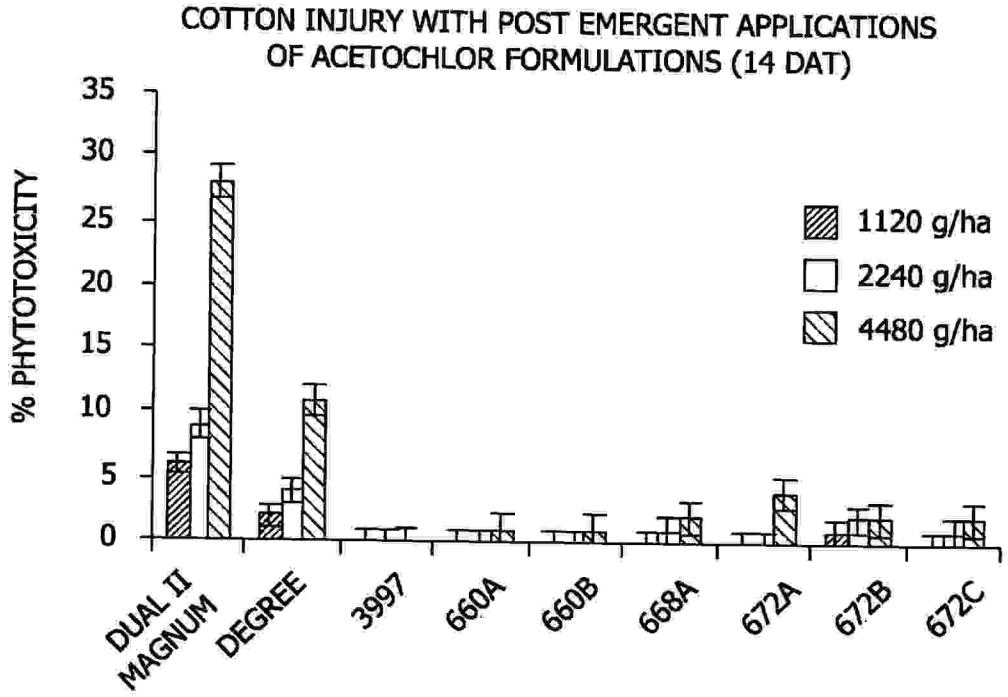

COTTON INJURY WITH POST EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (14 DAT)
% PHYTOTOXICITY
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
660A
660B
668A
672A
672B
672C

FIG. 80

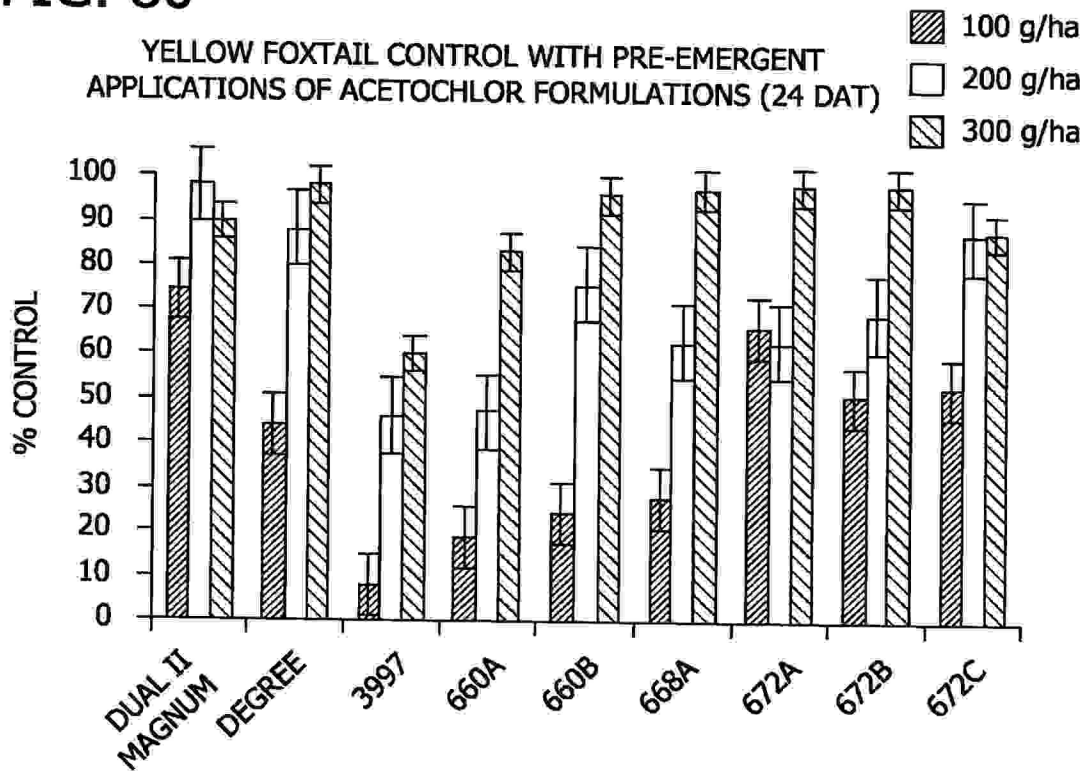

YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (24 DAT)
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
660A
660B
668A
672A
672B
672C

FIG. 81

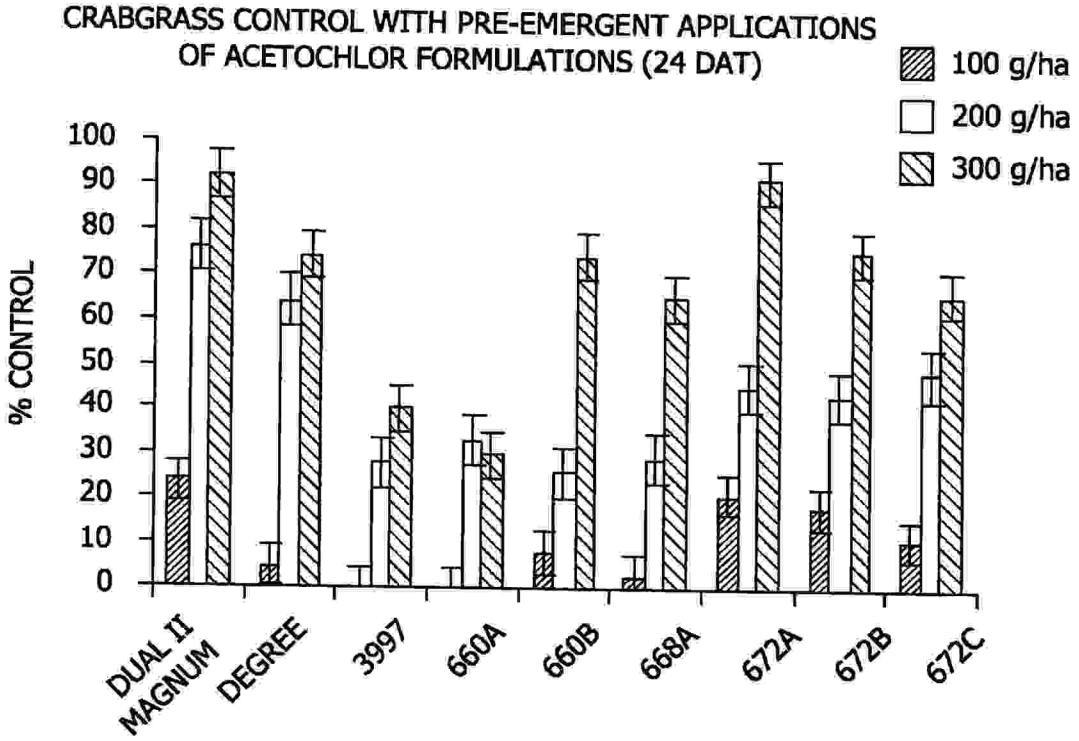

CRABGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (24 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
660A
660B
668A
672A
672B
672C

FIG. 82

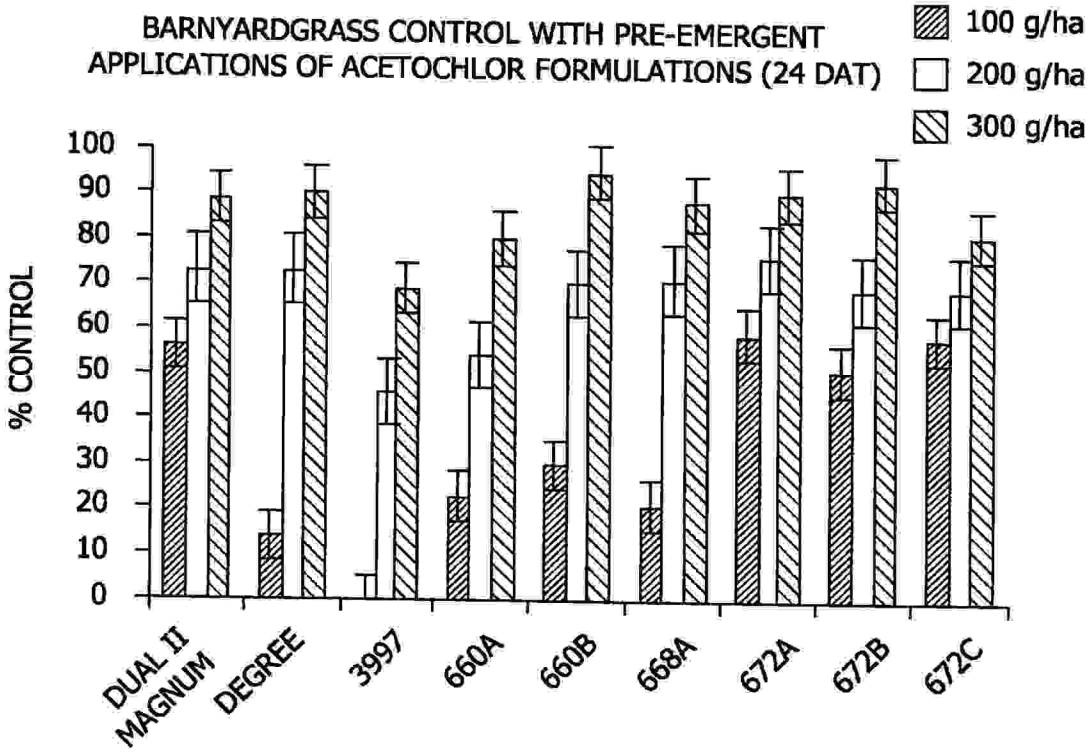

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (24 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
660A
660B
668A
672A
672B
672C

FIG. 83

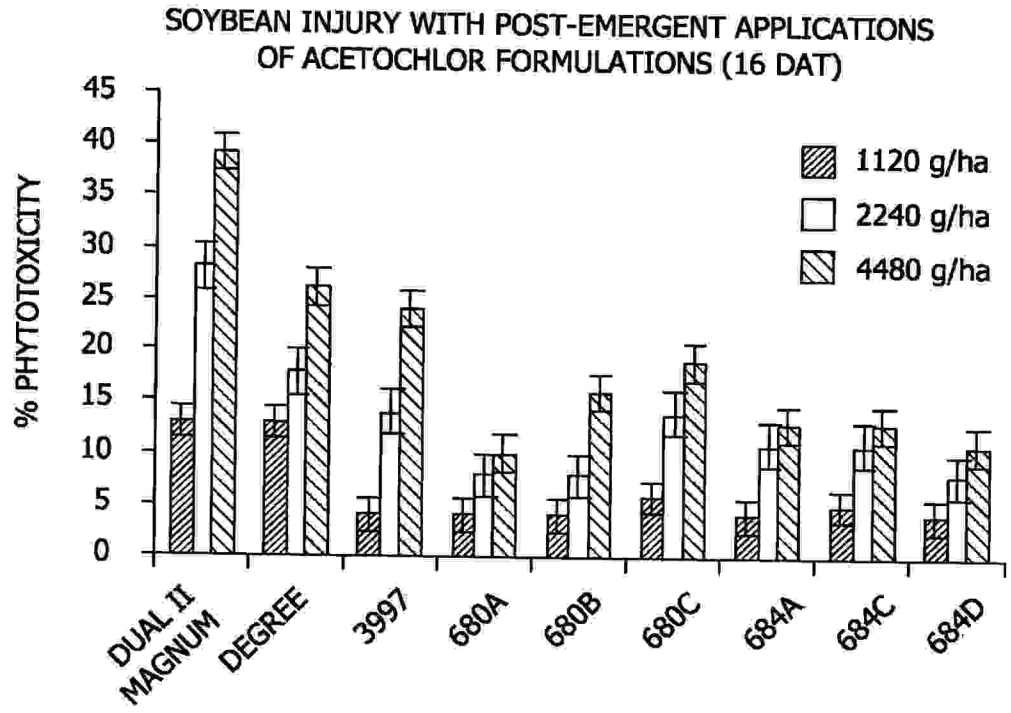

SOYBEAN INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (16 DAT)
% PHYTOTOXICITY
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D

FIG. 84

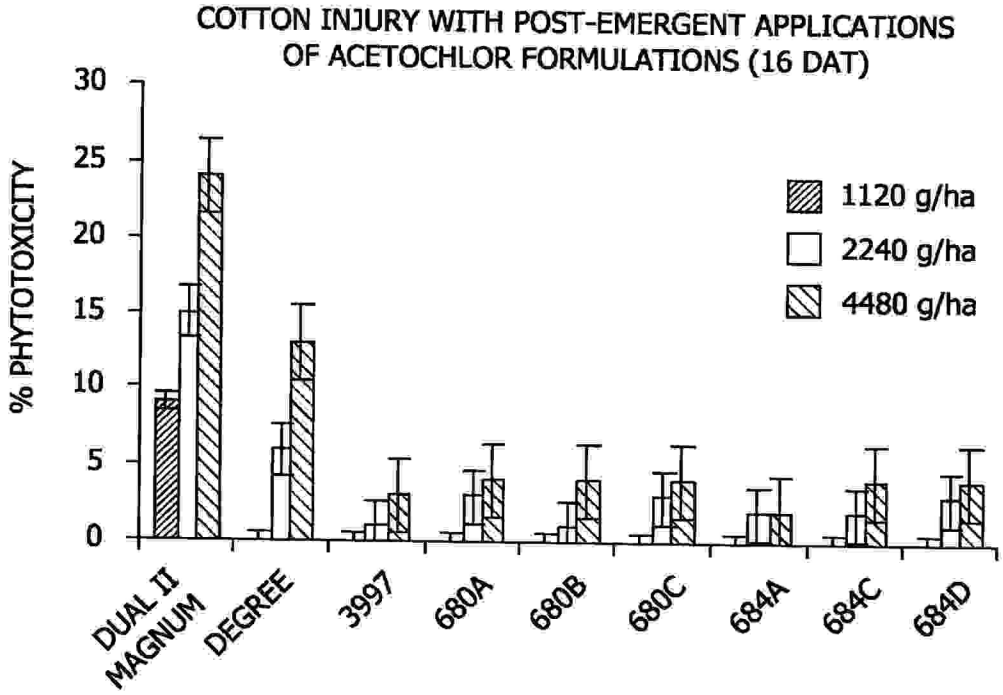

COTTON INJURY WITH POST-EMERGENT APPLICATIONS
OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (16 DAT)
% PHYTOTOXICITY
30
25
20
15
10
5
0
1120 g/ha
2240 g/ha
4480 g/ha
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D

FIG. 85

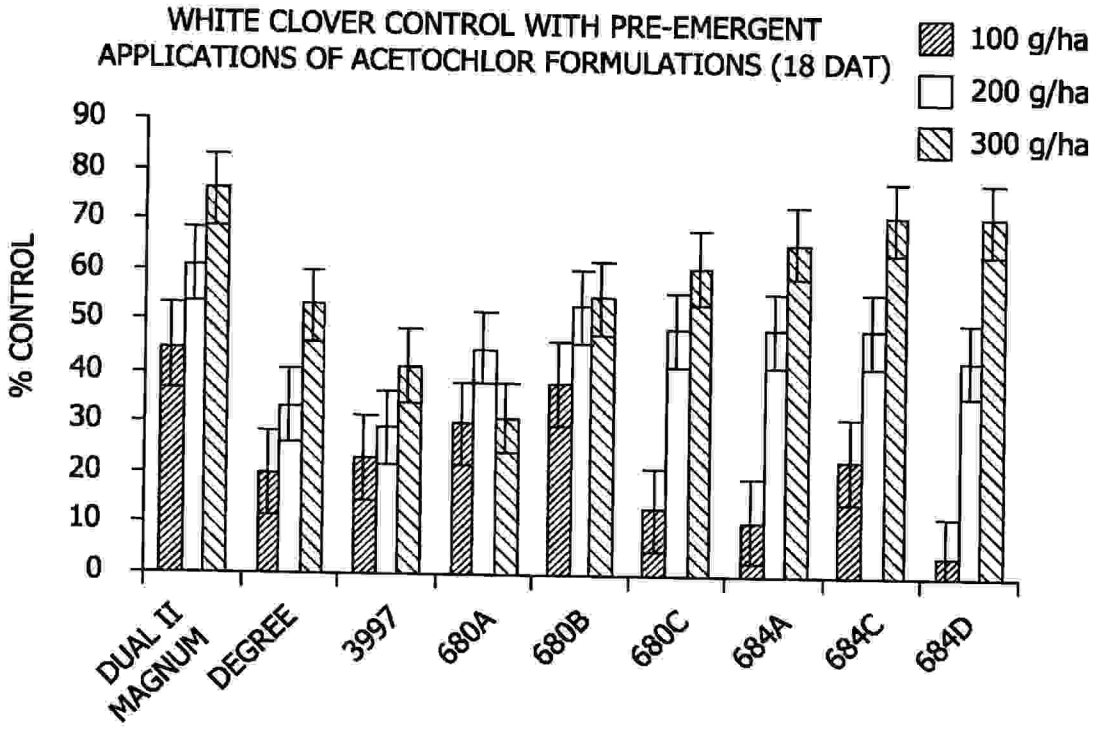

WHITE CLOVER CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (18 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D

FIG. 86

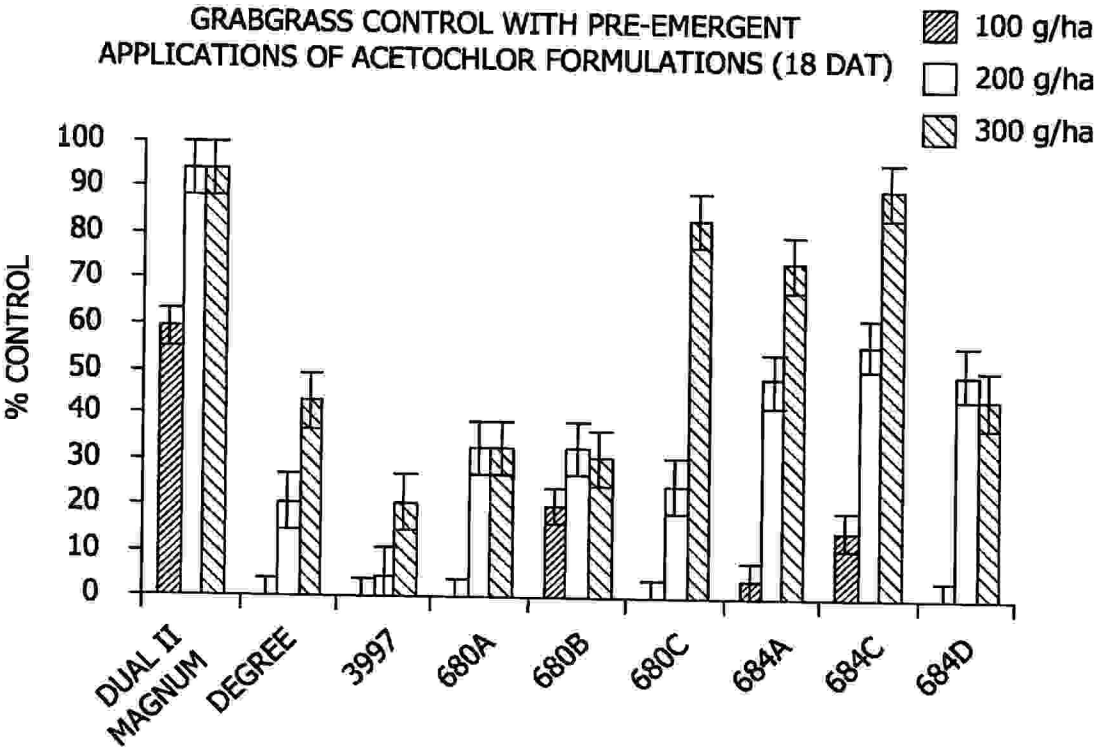

GRABGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (18 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D

FIG. 87

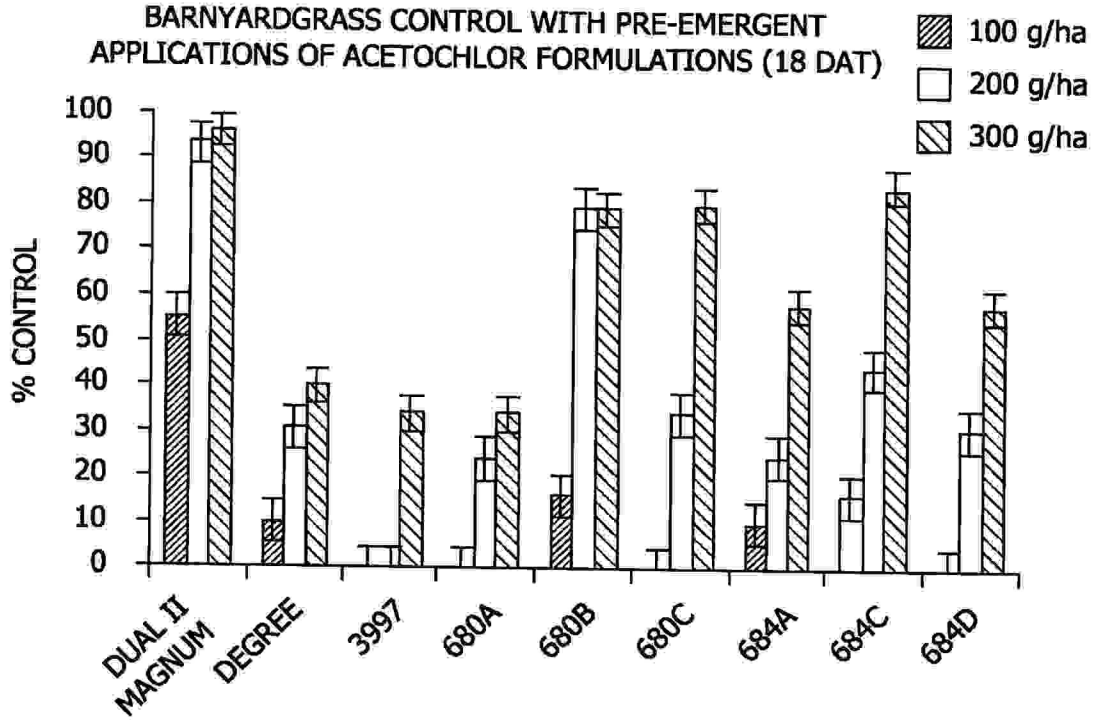
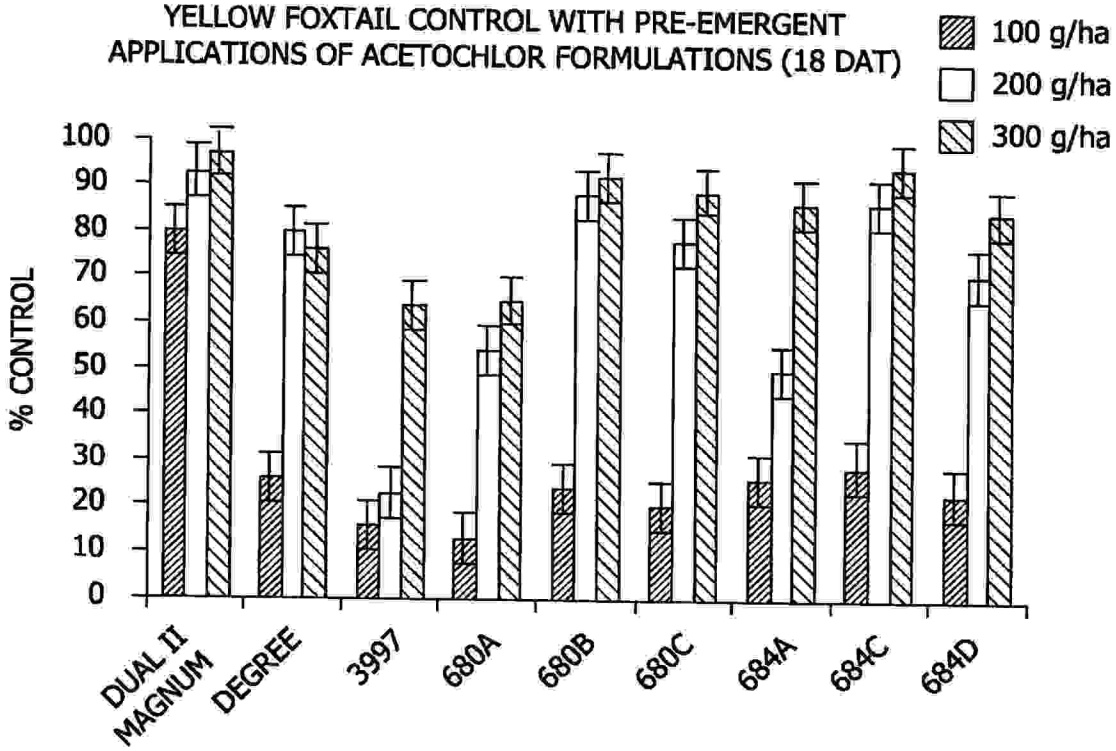

BARNYARDGRASS CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (18 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D

FIG. 88


YELLOW FOXTAIL CONTROL WITH PRE-EMERGENT
APPLICATIONS OF ACETOCHLOR FORMULATIONS (18 DAT)
100 g/ha
200 g/ha
300 g/ha
% CONTROL
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
DUAL II MAGNUM
DEGREE
3997
680A
680B
680C
684A
684C
684D