

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 232**

51 Int. Cl.:  
**A01N 25/30** (2006.01)  
**A01N 47/36** (2006.01)  
**A01N 43/70** (2006.01)  
**A01P 13/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06813996 .3**  
96 Fecha de presentación: **31.08.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1947935**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.07.2008**

54 Título: **Formulaciones líquidas de herbicidas con sulfonilurea**

30 Prioridad:  
**01.09.2005 US 713518 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**09.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**09.05.2012**

73 Titular/es:  
**E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY  
1007 MARKET STREET  
WILMINGTON, DE 19898, US**

72 Inventor/es:  
**REAP, James, J. y  
BEESTMAN, George, B.**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 380 232 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Formulaciones líquidas de herbicidas de sulfonilurea.

### Campo de la invención

La presente invención se refiere a determinadas formulaciones líquidas de herbicidas de sulfonilurea.

### 5 Antecedentes de la invención

Desde el descubrimiento de los herbicidas de sulfonilurea se han desarrollado comercialmente más de dos docenas de sulfonilureas para combatir selectivamente malas hierbas en una amplia diversidad de cultivos (*The Pesticide Manual*, decimotercera edición, C. D. S. Tomlin, ed., British Crop Protection Council, Hampshire, Reino Unido, 2003). Debido a que el modo de acción de los herbicidas de sulfonilurea es la inhibición de la enzima acetolactato sintasa (ALS), que se encuentra en plantas, pero no en animales, los herbicidas de sulfonilurea proporcionan una combinación valiosa de una excelente eficacia contra malas hierbas con unas tasas de aplicación bajas y una toxicidad muy baja para los animales.

Los herbicidas de sulfonilureas, al igual que otros productos químicos agrícolas, pueden formularse como concentrados en una diversidad de formas diferentes que incluyen composiciones líquidas tales como concentrados emulsionables y composiciones sólidas tales como polvos y gránulos humectables.

Los concentrados de formulaciones líquidas pueden dosificarse y verse fácilmente, y cuando se diluyen con agua proporcionan de forma típica soluciones o dispersiones acuosas fácilmente pulverizables. Cuando se disuelven y se dispersan en agua, las sulfonilureas son objeto de hidrólisis. Además, pueden tener lugar hidrólisis y/o crecimiento de cristales durante el almacenamiento de formulaciones líquidas concentradas en las que las sulfonilureas están disueltas o dispersadas, por lo que la obtención de formulaciones líquidas estables de herbicidas de sulfonilurea es problemática. La solicitud de patente JP-9183704 instruye sobre la estabilización de herbicidas de sulfonilurea en suspensiones acuosas por medio de sulfonatos de lignina. Se han descubierto ahora nuevas formulaciones líquidas estabilizadas de herbicidas de sulfonilurea.

### Sumario de la invención

25 Esta invención se refiere a una composición herbicida de una sola fase líquida que comprende, en peso

(a) de 0,1 a 20% de uno o más herbicidas de sulfonilurea;

(b) de 0 a 40% de uno o más agentes biológicamente activos distintos de herbicidas de sulfonilurea;

(c) de 0,1 a 20% de uno o más lignosulfonatos;

(d) de 40 a 99,8% de uno o más ésteres de ácidos grasos de alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y

30 (e) de 0 a 50% de uno o más ingredientes de formulación adicionales.

en la que el vehículo líquido de la composición de una sola fase líquida comprende el componente (d).

### Descripción detallada de la invención

Tal como se usan en el presente documento, los términos y expresiones "comprende", "que comprende", "incluye", "que incluye", "tiene", "que tiene" o cualquier otra variación de los mismos se pretende que abarquen una inclusión no exclusiva. Por ejemplo, una composición, un proceso, un procedimiento, un artículo o un aparato que comprende una serie de elementos no están necesariamente limitados únicamente a estos elementos, sino que puede incluir otros elementos no enumerados expresamente o inherentes a dicha composición, proceso, procedimiento, artículo o aparato. Además, a no ser que se indique expresamente lo contrario, "o" se refiere a un "o" inclusivo y no a un "o" exclusivo. Por ejemplo, una condición A o B se satisface mediante una cualquiera de las aseveraciones siguientes: A es verdadero (o está presente) y B es falso (o no está presente), A es falso (o no está presente) y B es verdadero (o está presente) y tanto A como B son verdaderos (o están presentes).

Además, se pretende que los artículos indefinidos "un" o "uno" precedidos de un elemento o componente de la invención no sean restrictivos con respecto al número de casos (es decir, apariciones) del elemento o componente. Por tanto, "un" o "uno" deben leerse de modo que incluyan uno o al menos uno, y la forma singular de la palabra con respecto al elemento o componente también incluye el plural, a menos que el número deba ser singular de forma obvia.

La expresión "composición de una sola fase líquida" y las expresiones derivadas tales como "composición herbicida de una sola fase líquida" se refieren a composiciones que constan de una única fase líquida. La expresión "composición de una sola fase líquida", por tanto, excluye composiciones que comprenden una pluralidad de fases líquidas tales como emulsiones. La expresión "composición de una sola fase líquida" no excluye composiciones que

comprenden una o varias fases sólidas además de la única fase líquida, tales como suspensiones o dispersiones de partículas sólidas.

- 5 La expresión "herbicida que no es de sulfonilurea" se refiere a herbicidas diferentes a las sulfonilureas. Tal como se usa en la presente divulgación y reivindicaciones, la expresión "ácido graso" se refiere a un ácido monocarboxílico que tiene una cadena hidrocarbonada que contiene de 3 a 21 átomos de carbono. La cadena hidrocarbonada puede estar ramificada y puede ser insaturada (por ejemplo, contiene uno o más enlaces dobles carbono-carbono).

Realizaciones de la presente invención incluyen:

Realización 1. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (a) (es decir, el uno o más herbicidas de sulfonilurea) varía de 0,5 a 10% en peso de la composición.

- 10 Realización 2. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (a) se selecciona de amidosulfurón, azimsulfurón, bensulfurón-metilo, clorimurón-etilo, clorsulfurón, cinosulfurón, ciclosumfurón, etametsulfurón-metilo, etoxisulfurón, flucetosulfurón, flupirsulfurón-metilo, flazasulfurón, foramsulfurón, halosulfurón-metilo, imazosulfurón, yodosulfurón-metilo, mesosulfurón-metilo, metsulfurón-metilo, nicosulfurón, oxasulfurón, primisulfurón-metilo, prosulfurón, pirazosulfurón-etilo, rimsulfurón, sulfometurón-metilo, sulfosulfurón, tifensulfurón-metilo, triasulfurón, tribenurón-metilo, trifloxisulfurón, triflusulfurón-metilo y tritosulfurón y sus sales.

- 20 Realización 3. La composición de la realización 2 en la que el componente (a) se selecciona de azimsulfurón, bensulfurón-metilo, clorimurón-etilo, clorsulfurón, etametsulfurón-metilo, flupirsulfurón-metilo, metsulfurón-metilo, nicosulfurón, rimsulfurón, sulfometurón-metilo, tifensulfurón-metilo, tribenurón-metilo y triflusulfurón-metilo y sus sales.

Realización 4. La composición de la realización 3 en la que el componente (a) se selecciona de flupirsulfurón-metilo, nicosulfurón y rimsulfurón y sus sales.

Realización 5. La composición de la realización 3 en la que el componente (a) se selecciona de metsulfurón-metilo, nicosulfurón, rimsulfurón y tifensulfurón-metilo y sus sales.

- 25 Realización 6. La composición de la realización 5 en la que el componente (a) se selecciona de nicosulfurón y rimsulfurón y sus sales.

Realización 7. La composición de la realización 6 en la que el componente (a) se selecciona de nicosulfurón y sus sales.

- 30 Realización 8. La composición de la realización 3 en la que el componente (a) se selecciona de formas de ácido libre de metsulfurón-metilo, nicosulfurón, rimsulfurón y tifensulfurón-metilo.

Realización 9. La composición de la realización 8 en la que el componente (a) se selecciona de formas de ácido libre de nicosulfurón y rimsulfurón.

Realización 10. La composición de la realización 9 en la que el componente (a) es la forma de ácido libre de nicosulfurón.

- 35 Realización 11. La composición de una cualquiera de las realizaciones 8, 9 y 10 en la que la forma de ácido libre de nicosulfurón es un hidrato.

Realización 12. La composición de la realización 9 en la que el componente (a) es la forma de ácido libre de rimsulfurón.

- 40 Realización 13. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (b) (es decir, el uno o más agentes biológicamente activos distintos de herbicidas de sulfonilurea) comprende uno o más herbicidas y/o protectores de herbicidas que no son de sulfonilurea.

Realización 14. La composición de la realización 13 en la que el componente (b) comprende atrazina.

Realización 15. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) (es decir, el uno o más lignosulfonatos) representa del 0,1 al 10% en peso de la composición.

- 45 Realización 16. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa del 3 al 8% en peso de la composición.

Realización 17. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa del 0,5 al 5% en peso de la composición.

- 50 Realización 18. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa al menos aproximadamente el 0,5% en peso de la composición.

- Realización 19. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa al menos aproximadamente el 1% en peso de la composición.
- Realización 20. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa al menos aproximadamente el 2% en peso de la composición.
- 5 Realización 21. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) representa al menos aproximadamente el 3% en peso de la composición.
- Realización 22. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) no representa más de aproximadamente el 8% en peso de la composición.
- 10 Realización 23. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) no representa más de aproximadamente el 6% en peso de la composición.
- Realización 24. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) no representa más de aproximadamente el 5% en peso de la composición.
- Realización 25. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (c) comprende una o varias sales lignosulfonato de amonio, de metal alcalino o de metal alcalinotérreo.
- 15 Realización 26. La composición de la realización 25 en la que el componente (c) comprende lignosulfonato de sodio.
- Realización 27. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) (es decir, el uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$ ) comprende ésteres metílicos de uno o más ácidos grasos.
- 20 Realización 28. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que al menos aproximadamente el 80% en peso de componente (d) comprende ésteres de ácidos grasos que contienen de 8 a 22 átomos de carbono.
- Realización 29. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que al menos aproximadamente el 90% en peso de componente (d) comprende ésteres de ácidos grasos que contienen de 8 a 22 átomos de carbono.
- 25 Realización 30. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un éster de ácido graso  $C_{10}-C_{22}$  saturado o insaturado de un alcohol  $C_1-C_4$ .
- Realización 31. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un éster de ácido graso  $C_{12}-C_{20}$  saturado o insaturado de un alcohol  $C_1-C_4$ .
- 30 Realización 32. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un éster de ácido graso  $C_{16}-C_{18}$  saturado o insaturado de un alcohol  $C_1-C_4$ .
- Realización 33. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un éster de ácido graso  $C_{16}-C_{18}$  saturado o insaturado de un alcohol  $C_1-C_2$ .
- Realización 34. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un éster de ácido graso  $C_{16}-C_{18}$  saturado o insaturado de metanol.
- 35 Realización 35. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende un aceite metilado de semillas de girasol, soja, algodón o lino.
- Realización 36. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (d) comprende aceite de soja metilado (soyato de metilo).
- 40 Realización 37. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) (es decir, el uno o más ingredientes de formulación adicionales) se selecciona de tensioactivos, agentes de suspensión y diluyentes.
- Realización 38. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) comprende un tensioactivo de éster de sorbitán polietoxilado.
- 45 Realización 39. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) se selecciona del grupo que consiste en un tensioactivo de éster de sorbitán polioxitilado y un tensioactivo de éster de sorbitol polietoxilado.
- Realización 40. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) comprende un tensioactivo de éster de sorbitán polietoxilado y un tensioactivo de éster de sorbitol polietoxilado.

Realización 41. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) no excede de aproximadamente el 40% en peso de la composición.

Realización 42. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) no excede de aproximadamente el 15% en peso de la composición.

- 5 Realización 43. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* que contiene no más de aproximadamente el 1% en peso de agua.

Realización 44. La composición de la realización 43 que contiene no más del 0,5% en peso de agua.

Realización 45. La composición de la realización 44 que contiene no más del 0,1% en peso de agua.

- 10 Realización 46. La composición descrita en el apartado *Sumario de la invención* en la que el componente (e) comprende una arcilla.

Realización 47. La composición de la realización 46 en la que la arcilla representa al menos aproximadamente el 0,1% en peso de la composición.

Realización 48. La composición de la realización 47 en la que la arcilla representa al menos aproximadamente el 0,5% de la composición en peso.

- 15 Realización 49. La composición de la realización 46 en la que la arcilla representa no más de aproximadamente el 5% en peso de la composición.

Realización 50. La composición de la realización 46 en la que la arcilla representa no más de aproximadamente el 3% en peso de la composición.

Las realizaciones de la presente invención pueden combinarse de cualquier forma.

- 20 Cabe destacar una composición de la realización 2 en la que la sulfonilurea es distinta de flucetosulfurón. Cabe destacar la composición tal como se describe en el apartado *Sumario de la invención* o cualquiera de las reivindicaciones 1-41 y 43-50 que comprende de 0 a 20% de uno o más ingredientes de formulación (e).

También cabe destacar una composición herbicida de una sola fase líquida que consta esencialmente, en peso, de

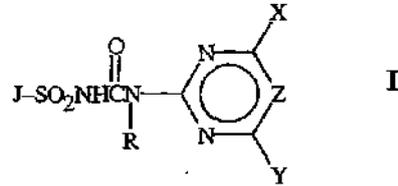
- (a) de 0,1 a 20% de uno o más herbicidas de sulfonilurea;
- 25 (b) de 0,1 a 20% de uno o más lignosulfonatos; y
- (c) de 40 a 99,8% de uno o más ésteres de ácidos grasos de alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y opcionalmente
- (d) de 0 a 40% de uno o más agentes biológicamente activos distintos de herbicidas de sulfonilurea; y
- (e) de 0 a 50% de uno o más ingredientes de formulación adicionales.

- 30 Cabe destacar composiciones herbicidas de una sola fase líquida de la presente invención (que incluyen, pero no están limitadas a, las realizaciones 1-14, 18-41 y 43-50) en las que el componente (c) representa de 0,1 a 10% en peso de la composición y el componente (e) representa de 0 a 20% en peso de la composición.

- 35 La presente invención proporciona una composición de una sola fase líquida que comprende uno o más herbicidas de sulfonilurea que representan de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20%, más típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 10%, en peso de la composición. Los herbicidas de sulfonilurea son bien conocidos en la técnica. Las moléculas de herbicidas de sulfonilurea comprenden un resto sulfonilurea (-S(O)<sub>2</sub>NHC(O)NH(R)-). En herbicidas de sulfonilurea el extremo sulfonilo del resto sulfonilurea está conectado o bien directamente o bien por medio de un átomo de oxígeno o un grupo amino o metileno opcionalmente sustituido a un grupo cíclico o acíclico sustituido de forma típica. En el extremo opuesto del puente de sulfonilurea, el grupo amino, que puede tener un sustituyente tal como metilo (R es CH<sub>3</sub>) en vez de hidrógeno, está conectado a un grupo
- 40 heterocíclico, típicamente un anillo simétrico de pirimidina o triazina que tiene uno o dos sustituyentes tales como metilo, etilo, trifluorometilo, metoxi, etoxi, metilamino, dimetilamino, etilamino y los halógenos. Los herbicidas de sulfonilurea pueden estar en forma del ácido libre o de una sal. En la forma de ácido libre el nitrógeno de la sulfonamida en el puente no está desprotonado (es decir, -S(O)<sub>2</sub>NHC(O)NH(R)-), mientras que en la forma de sal el átomo de nitrógeno de la sulfonamida en el puente está desprotonado (es decir, -S(O)<sub>2</sub>N<sup>-</sup>C(O)NH(R)-), y un catión
- 45 está presente, de forma típica de un metal alcalino o de un metal alcalinotérreo, más comúnmente sodio o potasio. Además, determinadas formas cristalinas de sulfonilureas pueden adecuar la inclusión de moléculas de agua (es decir, formando un hidrato) u otras moléculas pequeñas tales como alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) inferiores y éteres tales como 1,4-dioxano. Las moléculas pequeñas tienen pesos moleculares, de forma típica menores que 200, más típicamente menores que 150. Dichas formas cristalinas de sulfonilurea que contienen agua u otras moléculas son útiles en la
- 50 presente invención, y las sulfonilureas de las composiciones que se reivindican en el presente documento incluyen

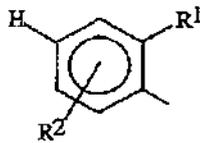
dichas formas cristalinas. Cabe destacar particularmente para la composición herbicida de una sola fase líquida la forma cristalina hidratada de nicosulfurón.

Las sulfonilureas representativas útiles en la presente invención son las de la fórmula I y sus sales.

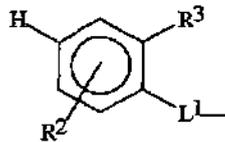


5 en la que:

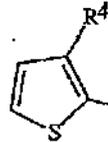
J se selecciona del grupo que consiste en



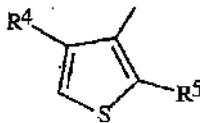
J-1



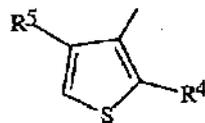
J-2



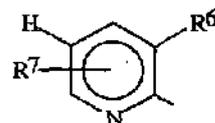
J-3



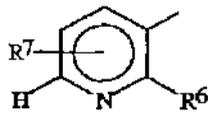
J-4



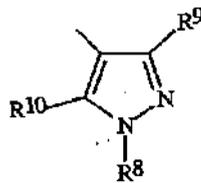
J-5



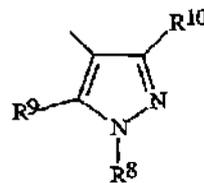
J-6



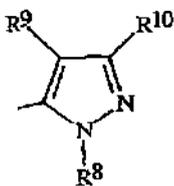
J-7



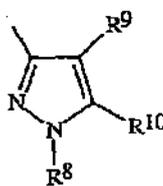
J-8



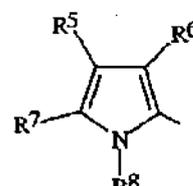
J-9



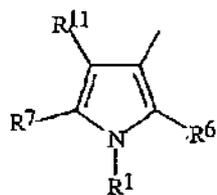
J-10



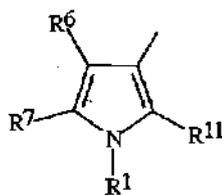
J-11



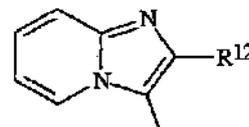
J-12



J-13



J-14



J-15

y ; o

J es  $R^{13}SO_2N(CH_3)-$ ;R es H o  $CH_3$ ;

5  $R^1$  es F, Cl, Br,  $NO_2$ , alquilo  $C_1-C_4$ , haloalquilo  $C_1-C_4$ , cicloalquilo  $C_3-C_4$ , haloalqueno  $C_2-C_4$ , alcoxi  $C_1-C_4$ , haloalcoxi  $C_1-C_4$ , alcoxialcoxi  $C_2-C_4$ ,  $CO_2R^{14}$ ,  $C(O)NR^{15}R^{16}$ ,  $SO_2NR^{17}R^{18}$ ,  $S(O)_nR^{19}$ ,  $C(O)R^{20}$ ,  $CH_2CN$  o L;

 $R^2$  es H, F, Cl, Br, I, CN,  $CH_3$ ,  $OCH_3$ ,  $SCH_3$ ,  $CF_3$  o  $OCF_2H$ ; $R^3$  es Cl,  $NO_2$ ,  $CO_2CH_3$ ,  $CO_2CH_2CH_3$ ,  $C(O)CH_3$ ,  $C(O)CH_2CH_3$ ,  $C(O)$ -ciclopropilo,  $SO_2N(CH_3)_2$ ,  $SO_2CH_3$ ,  $SO_2CH_2CH_3$ ,  $OCH_3$  o  $OCH_2CH_3$ ;

10  $R^4$  es alquilo  $C_1-C_3$ , haloalquilo  $C_1-C_2$ , alcoxi  $C_1-C_2$ , haloalqueno  $C_2-C_4$ , F, Cl, Br,  $NO_2$ ,  $CO_2R^{14}$ ,  $C(O)NR^{15}R^{16}$ ,  $SO_2NR^{17}R^{18}$ ,  $S(O)_nR^{19}$ ,  $C(O)R^{20}$  o L;

 $R^5$  es H, F, Cl, Br o  $CH_3$ ; $R^6$  es alquilo  $C_1-C_3$  opcionalmente sustituido con 0-3 F, 0-1 Cl y 0-1 alcoxiaacetiloxi  $C_3-C_4$ , o  $R^6$  es alcoxi  $C_1-C_2$ , haloalqueno  $C_2-C_4$ , F, Cl, Br,  $CO_2R^{14}$ ,  $C(O)NR^{15}R^{16}$ ,  $SO_2NR^{17}R^{18}$ ,  $S(O)_nR^{19}$ ,  $C(O)R^{20}$  o L; $R^7$  es H, F, Cl,  $CH_3$  o  $CF_3$ ;

15  $R^8$  es H, alquilo  $C_1-C_3$  o piridilo;

 $R^9$  es alquilo  $C_1-C_3$ , alcoxi  $C_1-C_2$ , F, Cl, Br,  $NO_2$ ,  $CO_2R^{14}$ ,  $SO_2NR^{17}R^{18}$ ,  $S(O)_nR^{19}$ ,  $OCF_2H$ ,  $C(O)R^{20}$ , haloalqueno  $C_2-C_4$  o L; $R^{10}$  es H, Cl, F, Br, alquilo  $C_1-C_3$  o alcoxi  $C_1-C_2$ ;

20  $R^{11}$  es H, alquilo  $C_1-C_3$ , alcoxi  $C_1-C_2$ , haloalqueno  $C_2-C_4$ , F, Cl, Br,  $CO_2R^{14}$ ,  $C(O)NR^{15}R^{16}$ ,  $SO_2NR^{17}R^{18}$ ,  $S(O)_nR^{19}$ ,  $C(O)R^{20}$  o L;

 $R^{12}$  es halógeno, alquilo  $C_1-C_4$  o alquilsulfonilo  $C_1-C_3$ ; $R^{13}$  es alquilo  $C_1-C_4$ ; $R^{14}$  se selecciona del grupo que consiste en alilo, propargilo, oxetan-3-ilo y alquilo  $C_1-C_3$  opcionalmente sustituido con al menos un miembro seleccionado independientemente de halógeno, alcoxi  $C_1-C_2$  y CN;

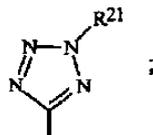
25  $R^{15}$  es H, alquilo  $C_1-C_3$  o alcoxi  $C_1-C_2$ ;

 $R^{16}$  es alquilo  $C_1-C_2$ ; $R^{17}$  es H, alquilo  $C_1-C_3$ , alcoxi  $C_1-C_2$ , alilo o ciclopropilo; $R^{18}$  es H o alquilo  $C_1-C_3$ ; $R^{19}$  es alquilo  $C_1-C_3$ , haloalquilo  $C_1-C_3$ , alilo o propargilo;

30  $R^{20}$  es alquilo  $C_1-C_4$ , haloalquilo  $C_1-C_4$  o cicloalquilo  $C_3-C_5$  opcionalmente sustituido con halógeno;

n es 0, 1 ó 2;

L es



L<sup>1</sup> es CH<sub>2</sub>, NH u O;

R<sup>21</sup> se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>;

5 X se selecciona del grupo que consiste en H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, haloalcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, haloalquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, haloalquilitio C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alquilitio C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, halógeno, alcoxialquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, alcoxialcoxi C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, amino, alquilamino C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> y di(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>)amino;

10 Y se selecciona del grupo que consiste en H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, haloalcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alquilitio C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, haloalquilitio C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxialquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, alcoxialcoxi C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, amino, alquilamino C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, di(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>)amino, alquinioloxi C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, alquinioloxi C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, alquilitioalquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, alquilsulfonilalquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, alquilsulfonilalquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>, haloalquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alquinioloxi C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub>, azido y ciano; y

Z se selecciona del grupo que consiste en CH y N;

15 siempre que (i) cuando uno o ambos de X e Y sea haloalcoxi C<sub>1</sub>, entonces Z es CH; y (ii) cuando X sea halógeno, entonces Z es CH e Y es OCH<sub>3</sub>, OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, NHCH<sub>3</sub>, N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> o OCF<sub>2</sub>H. Cabe destacar la composición herbicida de una sola fase líquida del presente documento que comprende una o varias sulfonilureas de fórmula I en la que cuando R<sup>6</sup> es alquilo, dicho alquilo no está sustituido.

20 En las definiciones anteriores, los términos "alquil" y "alquilo", usados tanto solos como incluidos en la denominación de un compuesto tal como "alquilitio" o "haloalquilo" incluyen alquilos de cadena lineal o ramificada tales como metilo, etilo, *n*-propilo, *i*-propilo o los diferentes isómeros del butilo. "Cicloalquilo" incluye, por ejemplo, ciclopropilo, ciclobutilo y ciclopentilo. "Alquenioloxi" incluye alquenioloxi de cadena lineal o ramificada tales como etenilo, 1-propenioloxi, 2-propenioloxi y los diferentes isómeros de butenioloxi. "Alquenioloxi" también incluye polienos tales como 1,2-propadienioloxi y 2,4-butadienioloxi. "Alquinioloxi" incluye alquinioloxi de cadena lineal o ramificada tales como etinilo, 1-propinilo, 2-propinilo y los diferentes isómeros de butinilo. "Alquinioloxi" también puede incluir restos que comprenden varios enlaces triples tales como 2,5-hexadiinilo. "Alcoxi" incluye, por ejemplo, metoxi, etoxi, *n*-propiloxi, isopropiloxi y los diferentes isómeros de butoxi. "Alcoxialquilo" denota una sustitución alcoxi en un alquilo. Los ejemplos de "alcoxialquilo" incluyen CH<sub>3</sub>OCH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>. "Alcoxialcoxi" denota una sustitución alcoxi en un alcoxi. "Alquenioloxi" incluye restos alquenioloxi de cadena lineal o ramificada. Los ejemplos de "alquenioloxi" incluyen H<sub>2</sub>C=CHCH<sub>2</sub>O, (CH<sub>3</sub>)CH=CHCH<sub>2</sub>O y CH<sub>2</sub>=CHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O. "Alquinioloxi" incluye restos alquinioloxi de cadena lineal o ramificada. Los ejemplos de "alquinioloxi" incluyen H<sub>2</sub>C≡CCH<sub>2</sub>O y CH<sub>3</sub>C≡CCH<sub>2</sub>O. "Alquilitio" incluye restos alquilitio de cadena ramificada o lineal tales como metilitio, etilitio y los diferentes isómeros de propilitio. "Alquilitioalquilo" denota una sustitución alquilitio en un alquilo. Los ejemplos de "alquilitioalquilo" incluyen CH<sub>3</sub>SCH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>; "alquilsulfonilalquilo" y "alquilsulfonilalquilo" incluyen respectivamente los correspondientes sulfóxidos y sulfonas. Otros sustituyentes tales como "alquilamino", "dialquilamino" se definen de forma análoga.

35 El número total de átomos de carbono en un grupo sustituido se indica por el sufijo "C<sub>1</sub>-C<sub>j</sub>", en el que i y j son números de 1 a 5. Por ejemplo, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> designa de metilo a butilo, incluidos los distintos isómeros. Como ejemplos adicionales, alcoxialquilo C<sub>2</sub> designa CH<sub>3</sub>OCH<sub>2</sub>; alcoxialquilo C<sub>3</sub> designa, por ejemplo, CH<sub>3</sub>CH(OCH<sub>3</sub>), CH<sub>3</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> o CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>; y alcoxialquilo C<sub>4</sub> designa los distintos isómeros de un grupo alquilo sustituido con un grupo alcoxi que contiene un total de cuatro átomos de carbono, incluyendo los ejemplos CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>.

40 El término "halógeno", tanto solo como incluido en la denominación de un compuesto, tal como "haloalquilo", incluye flúor, cloro, bromo o yodo. Además, cuando se usa incluido en la denominación de un compuesto tal como "haloalquilo" dicho alquilo puede estar parcial o totalmente sustituido con átomos de halógeno que pueden ser iguales o diferentes. Los ejemplos de "haloalquilo" incluyen F<sub>3</sub>C, ClCH<sub>2</sub>, CF<sub>3</sub>CH<sub>2</sub> y CF<sub>3</sub>CCl<sub>2</sub>. Los términos "haloalcoxi", "haloalquilitio" y similares se definen de forma análoga al término "haloalquilo". Los ejemplos de "haloalcoxi" incluyen F<sub>3</sub>COCF<sub>3</sub>O, CCl<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O, HCF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O y CF<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O. Los ejemplos de "haloalquilitio" incluyen CCl<sub>3</sub>S, CF<sub>3</sub>S, CCl<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>S y ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>S.

50 Los siguientes herbicidas de sulfonilurea ilustran sulfonilureas útiles para la presente invención: amidosulfurón (N-[[[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)amino]carbonil]amino]sulfonil]-N-metilmetanosulfonamida), azimsulfurón (N-[[[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)amino]carbonil]-1-metil-4-(2-metil-2H-tetrazol-5-il)-1H-pirazol-5-sulfonamida], bensulfurón-metilo (2-[[[[[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)amino]carbonil]amino]sulfonil]metil]benzoato de metilo), clorimurón-etilo (2-[[[[[(4-cloro-6-metoxi-2-pirimidinil)amino]carbonil]amino]sulfonil]benzoato de etilo), clorsulfurón (2-cloro-N-[[[(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino]carbonil]bencenosulfonamida), cinosulfurón (N-[[[(4,6-dimetoxi-1,3,5-triazin-2-il)amino]carbonil]-2-(2-metoxietoxi)-bencenosulfonamida), ciclosulfamurón (N-[[[2-(ciclopropilcarbonil)fenil]amino]-

sulfonil]-N<sup>1</sup>-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)urea), etametsulfurón-metilo (2-[[[[4-etoxi-6-(metilamino)-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]amino]-sulfonil]benzoato de metilo), etoxisulfurón ([[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]-amino]carbonil]sulfamato de 2-etoifenilo), flupirsulfurón-metilo (2-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-6-(trifluorometil)-3-piridinacarboxilato de metilo), flazasulfurón (N-[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]-3-(trifluorometil)-2-piridinasulfonamida), flucetosulfurón (metoxiacetato de 1-[3-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]-amino]carbonil]amino]sulfonil]-2-piridinil]-2-fluoropropilo), foramsulfurón (2-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-4-(formilamino)-N,N-dimetilbenzamida), halosulfurón-metilo (3-cloro-5-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-1-metil-1H-pirazol-4-carboxilato de metilo), imazosulfurón (2-cloro-N-[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]-carbonil]imidazo[1,2- $\alpha$ ]piridina-3-sulfonamida), yodosulfurón-metilo (4-yodo-2-[[[[4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]amino]sulfonil]benzoato de metilo), mesosulfurón-metilo (2-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]-sulfonil]-4-[[[metilsulfonil]amino]metil]benzoato de metilo), metsulfurón-metilo (2-[[[[4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]amino]sulfonil]benzoato de metilo), nicosulfurón (2-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-N,N-dimetil-3-piridinacarboxamida), oxasulfurón (2-[[[[4,6-dimetil-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]benzoato de 3-oxetanilo), primisulfurón-metilo (2-[[[[4,6-bis(trifluorometoxi)-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]benzoato de metilo), prosulfurón (N-[[4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]-2-(3,3,3-trifluoropropil)bencenosulfonamida), pirazosulfurón-etilo (5-[[[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-1-metil-1H-pirazol-4-carboxilato de etilo), rimsulfurón (N-[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]-3-(etilsulfonil)-2-piridinasulfonamida), sulfometurón-metilo (2-[[[[4,6-dimetil-2-pirimidinil]amino]carbonil]amino]sulfonil]-benzoato de metilo), sulfosulfurón (N-[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]-2-(etilsulfonil)imidazo[1,2- $\alpha$ ]piridina-3-sulfonamida), tifensulfurón-metilo (3-[[[[4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]amino]sulfonil]-2-tiofenocarboxilato de metilo), triasulfurón (2-(2-cloroetoxi)-N-[[4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]bencenosulfonamida), tribenurón-metilo (2-[[[[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metilamino]carbonil]amino]-sulfonil]benzoato de metilo), trifloxisulfurón (N-[[4,6-dimetoxi-2-pirimidinil]amino]carbonil]-3-(2,2,2-trifluoroetoxi)-2-piridinasulfonamida), triflusulfurón-metilo (2-[[[[4-dimetilamino]-6-(2,2,2-trifluoroetoxi)-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]amino]-sulfonil]-3-metilbenzoato de metilo) y tritosulfurón (N-[[4-metoxi-6-(trifluorometil)-1,3,5-triazin-2-il]amino]carbonil]-2-(trifluorometil)bencenosulfonamida) y sus sales.

Se conoce una amplia diversidad de procedimientos de preparación de sulfonilureas en la vasta técnica de los herbicidas de sulfonilurea. Las sulfonilureas anteriormente citadas son ingredientes activos en productos herbicidas disponibles comercialmente y se describen en *The Pesticide Manual*, decimotercera edición, C. D. S. Tomlin, ed., BCPC, Hampshire, Reino Unido, 2003. Las sales de sulfonilureas pueden incluir sales de adición de ácidos con ácidos inorgánicos u orgánicos tales como ácidos bromhídrico, clorhídrico, nítrico, fosfórico, sulfúrico, acético, butírico, fumárico, láctico, maleico, malónico, oxálico, propiónico, salicílico, tartárico, 4-toluenosulfónico o valeriano. Son de gran importancia las sales de sulfonilureas formadas con bases orgánicas (por ejemplo, piridina, amoniaco o trietilamina) o bases inorgánicas (por ejemplo, hidruros, hidróxidos o carbonatos de sodio, potasio, litio, calcio, magnesio o bario). Las sales preferentes de sulfonilureas incluyen sales de litio, sodio, potasio, trietilamonio y amonio cuaternario. Las sales de sulfonilureas se pueden preparar mediante una serie de rutas conocidas en la técnica, que incluyen poner en contacto una sulfonilurea con un ácido o una base, o que usan intercambio iónico con una sal de sulfonilurea.

Tal como se ha mencionado ya, determinadas formas cristalinas de sulfonilureas pueden incluir agua y otras moléculas pequeñas dentro de la red cristalina. Estas formas cristalinas pueden prepararse típicamente por cristalización de la sulfonilurea en un medio líquido que contiene el agua u otra molécula pequeña o poniendo en contacto un sólido cristalino de sulfonilurea con agua u otra molécula pequeña. Cabe destacar una composición de la presente invención que comprende una forma cristalina hidratada de nicosulfurón en la que el nicosulfurón es el ácido libre. Esta forma hidratada de nicosulfurón puede prepararse calentando una suspensión de nicosulfurón en una mezcla de agua y acetato de etilo tal como se describe en la patente de Estados Unidos n° 5 202 439. El nicosulfurón que se usa en las composiciones de los Ejemplos 1 a 11 y del Ejemplo comparativo 1 estaba en la forma cristalina hidratada preparada mediante este procedimiento.

Las composiciones de una sola fase líquida de la presente invención pueden comprender además de herbicidas de sulfonilurea hasta aproximadamente 40% en peso de uno o más de otros agentes biológicamente activos. Otros agentes biológicamente activos pueden incluir herbicidas distintos de las sulfonilureas y también pueden incluir reguladores del crecimiento de las plantas, protectores de herbicidas, insecticidas, agentes con efecto antialimentario en insectos, acaricidas, nematocidas, bactericidas y fungicidas, incluidos tanto agentes químicos como agentes biológicos. Más comúnmente, los otros agentes activos biológicamente activos son herbicidas y/o protectores de herbicidas. Los otros herbicidas incluyen compuestos que inhiben la acetolactato sintasa. Los ejemplos de herbicidas incluyen acetoclor, acifluorfen, aclonifeno, alaclor, aloxidim, ametrina, amicarbazona, aminopirralida, amitrol, anilofos, asulam, atrazina, beflubutamida, benazolina, bencarbazona, benfluralina, benfuresato, bensulida, bentazona, benzobencilona, benzofenap, bifenox, bilanafos, bispiribac, bromacilo, bromobutida, bromoxinilo, butaclor, butafenacilo, butamifos, butralina, butroxidim, butilato, cafenstrol, carbetamida, carfentrazona-etilo, cloramben, clorbromurón, clorfloreol-metilo, cloridazón, clorotolurón, clorprofam, clortal-dimetilo, clortiamida, cinidón-etilo, cinmetilina, cletodim, clodinafop-propargilo, clomazona, clomeprop, clopiralida, cloransulam-metilo, cumilurón, cianazina, cicloato, cicloxidim, cihalofop-butilo, 2,4-D, daimurón, 2,4-DB, dazomet, desmedifam, dicamba, diclobenilo, diclorprop, diclofop-metilo, diclosulam, sulfato metílico de difenzoquat,

diflufenicán, diflufenzopir, dimefurón, dimepiperato, dimetaclor, dimetametrina, dimetenamida, dimetipina, dinitramina, dinoterb, difenamida, dibromuro de diquat, ditiopir, diurón, endotal, EPTC, esprocarb, etalfuralina, etofumesato, etobenzanida, fenoxaprop-P-etilo, fentrazamida, fenurón, flamprop-M, florasulam, fluazifop-butilo, fluazifop-P-butilo, fluazolato, flucarbazona, flucloralina, flufenacet, flufenpir, flufenpir-etilo, flumetsulam, flumiclorac-pentilo, flumioxazina, fluometurón, fluoroglicofeno-etilo, fluridona, fluorocloridona, fluoxipir, flurtamona, flutiacetmetilo, fomesafeno, glufosinato, glifosato, haloxifop, hexazinona, imazametabenz-metilo, imazamox, imazapic, imazapir, imazaquina, imazetapir, indanofán, ioxinilo, isoproturón, isourón, isoxabeno, isoxaflutol, isoxaclortol, lactofeno, lenacilo, linurón, MCPA, MCPB, mecoprop, mecoprop-P, mefenacet, mefluidida, metamifop, mesotriona, metamitrón, metazaclor, metabenztiiazurón, metildimrón, metobenzurón, metobromurón, metolaclor, S-metolaclor, metosulam, metoxurón, metribuzina, molinato, monolinurón, naproanilida, npropamida, naptalam, neburón, norflurazon, orbencarb, orizalina, oxadiargilo, oxadiazon, oxaziclomefona, oxifluorfenol, dicloruro de paraquat, pebulato, pendimetalina, penoxsulam, pentanoclor, pentoxazona, fenmedifam, picloram, picolinafeno, pinoxaden, piperofos, pretilaclor, prodiamina, profoxidim, prometon, prometrina, propaclor, propanilo, propaquizafop, propazina, profam, propisoclor, propizamida, prosulfocarb, piraflufen-etilo, pirasulfotol, pirazolinato, pirazoxifeno, piribenzoxim, piributicarb, piridato, piriftalida, piriminobac-metilo, pirimisulfan, piritiobac, piroxulam, quinclorac, quinmerac, quizalofop, quizalofop-P, setoxidim, sidurón, simazina, simetrina, sulcotriona, sulfentrazona, 2,3,6-TBA, tebutam, tebutiurón, tefuriltriona (AVH-301; 2-[2-cloro-4-(metilsulfonil)-3-[[tetrahydro-2-furanil]metoxi]metil]benzoil]-1,3-ciclohexanodiona), tembotriona, tepraloxidim, terbacilo, terbumeton, terbutilazina, terbutrina, tenilclor, tiazopir, tiencarbazona, tiobencarb, tiocarbazilo, topamezona, tralcoxidim, tri-alato, triaziflam, triclopir, trietazina, trifluralina y vernolato. Los protectores de herbicidas ilustrativos incluyen benoxacor, BCS (1-bromo-4-[(clorometil)sulfonil]benceno), cloquintocet-mexilo, ciometrinilo, diclormida, 2-(diclorometil)-2-metil-1,3-dioxolano (MG 191), fenclorazol-etilo, fenclorim, flurazol, fluxofenim, furilazol, isoxadifeno-etilo, mafenpiretilo, metoxifenona ((4-metoxi-3-metilfenil)(3-metilfenil)metanona), anhídrido naftálico y oxabetrinilo. Cabe destacar las composiciones en las que la relación en peso de los otros agentes biológicamente activos con respecto a los herbicidas de sulfonilurea varía de aproximadamente 1:100 a aproximadamente 100:1.

El vehículo líquido de la composición de una sola fase líquida de la presente invención comprende uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$  de tal modo que los uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$  representan de aproximadamente 40 a aproximadamente 99,8% en peso de la composición. El vehículo líquido puede comprender además uno o más ingredientes de formulación adicionales tales como otras sustancias que se usan como vehículos líquidos. En mezclas con ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$  las sulfonilureas, así como los lignosulfonatos, permanecen en su mayor parte no disueltas y, por ello, las composiciones de una sola fase líquida de la presente invención están generalmente en forma de concentrados en suspensión.

Las porciones derivadas de alcohol  $C_1-C_4$  de los ésteres de ácidos grasos pueden ser no ramificadas (es decir, de cadena lineal) o ramificadas, pero son típicamente no ramificadas. Por razones que incluyen propiedades físicas favorables, la disponibilidad comercial y el coste, los ésteres de ácidos grasos son preferentemente ácidos grasos esterificados con alcanos  $C_1-C_2$  y más preferentemente con alcohol  $C_1$  (es decir, metanol). Los ésteres alcanólicos de ácidos grasos en una composición de la presente invención pueden derivar de una mezcla de alcoholes (por ejemplo, metanol y etanol).

Las porciones de ácido graso de los ésteres de ácidos grasos consisten en un resto carboxilato unido a una cadena hidrocarbonada, que puede ser no ramificada o ramificada, pero que es típicamente no ramificada de fuentes naturales. La cadena hidrocarbonada puede ser saturada o no saturada, típicamente la cadena hidrocarbonada es saturada (es decir, alquilo) o contiene 1 ó 2 enlaces dobles carbono-carbono (es decir, alqueno). Los ésteres de ácidos grasos formados a partir de ácidos grasos que contienen un número impar de átomos de carbono (es decir, un número par de átomos de carbono en la cadena hidrocarbonada) son útiles en las composiciones de la presente invención, así como los ésteres de ácidos grasos formados a partir de ácidos grasos que contienen un número par de átomos de carbono (es decir, un número impar de átomos de carbono en la cadena hidrocarbonada). No obstante, los ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales contienen típicamente un número par de átomos de carbono y, por tanto, los ésteres de ácidos grasos que contienen un número par de átomos de carbono se prefieren por razones de disponibilidad comercial y de coste. Las composiciones de ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales (por ejemplo, aceites de semillas) consisten típicamente en ácidos grasos que varían en un intervalo de longitudes de cadena y tienen distintos grados de insaturación. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos derivados de mezclas de dichos ácidos grasos son generalmente útiles en las composiciones de la presente invención sin necesidad de separar primero los ésteres de ácidos grasos.

Los ácidos grasos de fuentes naturales contienen al menos 4 átomos de carbono y están limitados a aproximadamente 22 átomos de carbono. Aunque los ésteres de ácidos grasos inferiores (por ejemplo, que contienen sólo 4 átomos de carbono) son útiles para las presentes composiciones, los ésteres de ácidos grasos que tienen al menos 8, más preferentemente al menos 10, átomos de carbono son preferentes debido a sus propiedades físicas favorables (por ejemplo, volatilidad reducida). Los ésteres de ácidos grasos inferiores pueden mezclarse con ésteres de ácidos grasos superiores para disminuir la polaridad, la solubilidad en agua y la volatilidad. Como los ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales contienen típicamente de 8 a 22 átomos de carbono, más típicamente de 10 a 22 átomos de carbono, se prefieren los ésteres de estos ácidos grasos por razones de disponibilidad comercial y de coste. Los ésteres de ácidos grasos  $C_{10}-C_{22}$  con un número par de átomos de carbono son, por ejemplo, ácido erúico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linoléico.

Preferentemente, los uno o más ésteres de ácidos grasos en las composiciones de la presente invención comprenden al menos aproximadamente 80%, más preferentemente al menos 90%, en peso de ésteres de ácidos grasos que contienen de 8 a 22 átomos de carbono, preferentemente de 12 a 20 átomos de carbono y más preferentemente de 16 a 18 átomos de carbono.

- 5 Las composiciones de ácidos grasos obtenidos de fuentes naturales (por ejemplo, aceites de semillas) constan típicamente de ácidos grasos que varían en un intervalo de longitudes de cadena y tienen distintos grados de insaturación. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos derivadas de mezclas de dichos ácidos grasos pueden ser útiles en las composiciones de la presente invención sin necesidad de separar primero los ésteres de ácidos grasos. Las composiciones de ésteres de ácidos grasos obtenidos a partir de plantas incluyen aceites de semillas y
- 10 frutos de girasol, colza, olivo, maíz, soja, algodón y lino. Cabe destacar una composición de la invención en la que los uno o más ésteres de ácidos grasos comprenden ésteres metílicos de ácidos grasos derivados de aceites de semillas de girasol, soja, algodón o lino. Cabe destacar una composición de la invención en la que los uno o más ésteres de ácidos grasos comprenden ésteres metílicos de ácidos grasos derivados de aceites de semillas de soja (también conocidos como aceite de soja metilado o soyato de metilo).
- 15 Los ésteres de ácidos grasos de alcanoles y los procedimientos para su preparación son bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, "biodiésel" comprende típicamente ésteres de ácidos grasos de etanol o más comúnmente de metanol. Las dos rutas principales que se usan para preparar ésteres alcanólicos de ácidos grasos son transesterificación partiendo de otro éster de ácido graso (a menudo un éster de origen natural con glicerol) y la esterificación directa partiendo del ácido graso. Se conocen una diversidad de procedimientos para estas rutas. Por
- 20 ejemplo, la esterificación directa puede realizarse poniendo en contacto un ácido graso con un alcohol en presencia de un catalizador de ácido fuerte tal como ácido sulfúrico. La transesterificación puede realizarse poniendo en contacto un éster de ácido graso con el alcohol en presencia de un catalizador de ácido fuerte tal como ácido sulfúrico pero más comúnmente una base fuerte tal como hidróxido de sodio.

25 Los aceites de semillas alquilados son los productos de transesterificación de aceites de semillas con un alcohol. Por ejemplo, el aceite de soja metilado, también conocido como soyato de metilo, comprende ésteres metílicos producidos mediante la transesterificación de aceite de soja con metanol. El soyato de metilo, por lo tanto, comprende ésteres metílicos de ácidos grasos en la relación molar aproximada que los ácidos grasos están presentes esterificados con glicerol en el aceite de semillas de soja. Los aceites de semillas alquilados tales como el soyato de metilo pueden destilarse para modificar la proporción de ésteres metílicos de ácidos grasos.

- 30 Se ha descubierto que los lignosulfonatos aumentan considerablemente la estabilidad química de herbicidas de sulfonilurea en mezclas con ésteres alcanólicos de ácidos grasos en las composiciones de la presente invención. La cantidad del uno o más lignosulfonatos en las composiciones de la presente invención puede variar de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20% en peso, pero por razones de coste la cantidad, típicamente, no es superior a aproximadamente 10%, preferentemente no es superior a aproximadamente 8%, más preferentemente no es superior a aproximadamente 6% y de modo más preferente no es superior a aproximadamente 5% en peso de la
- 35 composición. Típicamente, el uno o más lignosulfonatos están presentes en al menos aproximadamente 0,5% en peso de la composición, aunque pueden usarse cantidades inferiores de hasta aproximadamente 0,1%. Más típicamente, el uno o más lignosulfonatos están presentes en al menos aproximadamente 1% de la composición e incluso más típicamente en al menos aproximadamente 2% en peso de la composición. La cantidad de lignosulfonatos necesarios para proporcionar un grado deseado de estabilidad depende del herbicida de sulfonilurea y otros ingredientes de la composición y puede determinarse mediante un experimento sencillo. Las composiciones que comprenden metsulfurón-metilo, rimsulfurón, tifsulfurón-metilo o particularmente nicosulfurón a menudo requieren sólo una cantidad relativamente pequeña de lignosulfonatos (por ejemplo 1% en peso de la composición) para reducir el porcentaje de descomposición relativa a menos de un 10% durante el envejecimiento acelerado de 1
- 40 semana a 40 °C, e incluso esta pequeña cantidad de lignosulfonatos es a menudo suficiente para reducir el porcentaje relativo de descomposición de composiciones que comprenden nicosulfurón a menos de un 3% en estas condiciones.

45 La lignina, el bloque de formación básico de los lignosulfonatos de la presente invención se forma en plantas leñosas y es un polímero natural complejo con respecto a su estructura y homogeneidad. Los lignosulfonatos son ligninas vegetales sulfonadas y son coproductos bien conocidos comercialmente de la industria papelera. Los lignosulfonatos de la presente invención se pueden preparar mediante una modificación química del bloque de formación de lignina básico usando un procedimiento de producción de pasta al sulfito o un procedimiento de producción de pasta kraft (también conocida como pasta al sulfato) que incluye la posterior sulfonación. Estos procedimientos de producción de pasta son bien conocidos en la industria papelera. El procedimiento de producción de pasta al sulfito y el

50 procedimiento de producción de pasta kraft se describen en la bibliografía publicada por Lignotech (por ejemplo, "Specialty Chemicals for Pesticide Formulations", octubre, 1998) y MeadWestvaco Corp (por ejemplo, "From the Forests to the Fields", junio, 1998). Las preparaciones en bruto de lignosulfonatos contienen típicamente además de lignina sulfonada otros productos químicos derivados de plantas tales como azúcares, ácidos de azúcares y resinas, así como productos químicos inorgánicos. Aunque dichas preparaciones en bruto de lignosulfonatos se pueden usar para las composiciones de la presente invención, preferentemente las preparaciones brutas se refinan primeramente

60 para proporcionar una pureza superior del lignosulfonato. Los lignosulfonatos dentro del contexto de la presente descripción y reivindicaciones también incluyen lignosulfonatos que han sido modificados químicamente de forma

amplia. Ejemplos de lignosulfonatos que han sido modificados químicamente de forma amplia son oxiligninas en las que la lignina se ha oxidado en un procedimiento que reduce el número de grupos de ácido sulfónico y metoxilo y que provocan reordenamientos que aumentan el número de grupos de ácido fenólico y carboxílico. Un ejemplo de una oxilignina es VANISPERSE A comercializada por Borregaard LignoTech.

5 Los lignosulfonatos varían de acuerdo con el catión, el grado de sulfonación y el peso molecular promedio. Los lignosulfonatos de la presente invención pueden contener cationes sodio, calcio, magnesio, cinc, potasio o amonio o mezclas de los mismos, pero preferentemente contienen sodio. El grado de sulfonación se define como el número de grupos sulfonato por 1000 unidades de peso molecular de lignosulfonato y en productos disponibles comercialmente varía típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 4,7. Los lignosulfonatos de las  
10 composiciones de la presente invención contienen preferentemente un grado de sulfonación que varía de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0. Los lignosulfonatos que contienen un grado de sulfonación de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0 se pueden preparar por sulfonación controlada en el procedimiento de producción de pasta kraft. Por ejemplo, el grado de sulfonación usando el procedimiento de producción de pasta kraft es 2,9 para REAX 88A, 0,8 para REAX 85A y 1,2 para REAX 907, que se describen más adelante. El peso  
15 molecular promedio de lignosulfonatos disponibles comercialmente varía típicamente de aproximadamente 2000 a aproximadamente 15 100. Los lignosulfonatos de la presente invención tienen preferentemente un peso molecular promedio superior a aproximadamente 2900.

Los ejemplos de productos de lignosulfonato refinados disponibles comercialmente útiles en las composiciones de la presente invención incluyen, pero no están limitados a, REAX 88A (sal sódica de un polímero de lignina kraft de peso molecular bajo modificado químicamente solubilizado con cinco grupos sulfonato, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 85A (sal sódica de un polímero de lignina kraft de peso molecular alto modificado químicamente, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 907 (sal sódica de un polímero de lignina kraft de peso molecular alto modificado químicamente, comercializado por MeadWestvaco Corp.), REAX 100M (sal sódica de un polímero de lignina kraft de peso molecular bajo modificado químicamente, comercializado por MeadWestvaco Corp.) y Kraftspearse DD-5 (sal sódica de un polímero de lignina kraft de peso molecular alto modificado químicamente, comercializado por MeadWestvaco Corp.).

Las composiciones de la presente invención pueden contener uno o más ingredientes de formulación adicionales en una cantidad total en peso de 0 a aproximadamente 50%. Los ingredientes de formulación adicionales pueden incluir diluyentes líquidos además de uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$  que forman los vehículos líquidos de las presentes composiciones. Los diluyentes líquidos típicos se describen en Marsden, *Solvents Guide*, 2ª edición, Interscience, Nueva York, Estados Unidos, 1950. Los diluyentes líquidos incluyen, por ejemplo, *N,N*-dimetilformamida, dimetil sulfóxido, *N*-alquilpirrolidona, etileno glicol, polipropileno glicol, carbonato de propileno, ésteres dibásicos, parafinas, alquilbencenos, alquilnaftalenos, glicerina, triacetina, aceites de oliva, ricino, lino, tung, sésamo, maíz, cacahuete, semilla de algodón, soja, semillas de colza y coco, cetonas tales como ciclohexanona, 2-heptanona, isoforona y 4-hidroxi-4-metil-2-pentanona, acetatos tales como acetato de hexilo, acetato de heptilo y acetato de octilo, y alcoholes tales como metanol, ciclohexanol, decanol, alcohol bencílico y tetrahidrofurfurílico. Para mantener sulfonilureas en las presentes composiciones no disueltas como dispersiones de partículas sólidas, lo mejor es evitar cantidades sustanciales de disolventes polares como vehículos líquidos. Típicamente, el vehículo líquido de la presente composición no incluye cantidades sustanciales de diluyentes líquidos distintos del uno o más ésteres de ácidos grasos de alcanos  $C_1-C_4$ .

Las composiciones de la presente invención pueden incluir como uno o más ingredientes de formulación adicionales tensioactivos adicionales aparte de los lignosulfonatos. Las propiedades de estos tensioactivos adicionales incluyen dispersantes y agentes humectantes. Los tensioactivos pueden ser no iónicos o iónicos (por ejemplo, aniónicos) y pueden incluir restos poliméricos como polioxietilación. En *McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual*, Allured Publ. Corp., Ridgewood, Nueva Jersey, Estados Unidos y en Sisely and Wood, *Encyclopedia of Surface Active Agents*, Chemical Publ. Co., Inc., Nueva York, 1964, Estados Unidos, se describen tensioactivos típicos.

Los ejemplos de tensioactivos incluyen alcoholes polietoxilados, alquilfenoles polietoxilados, ésteres de ácidos grasos de sorbitán polietoxilados, ésteres de ácidos grasos de sorbitol polietoxilados, sulfonsuccinatos de dialquilo, sulfatos de alquilo, sulfonatos de alquilbenceno, siliconas orgánicas, tauratos de *N,N*-dialquilo, sulfonatos de lignina, condensados de sulfonato de naftaleno y formaldehído, policarboxilatos, ésteres de glicerol, copolímeros de bloque de polioxietileno/polioxipropileno y poliglucósidos de alquilo en los que el número de unidades de glucosa, con referencia al grado de polimerización (G.P.), puede variar de 1 a 3 y las unidades de alquilo pueden variar de  $C_6$  a  $C_{14}$  (véase *Pure and Applied Chemistry* 72, 1255-1264).

Típicamente, las composiciones de la presente invención incluyen uno o más tensioactivos que posibilitan la formación de una emulsión cuando las composiciones se añaden al agua en un depósito de pulverización. Estos tensioactivos pueden ser catiónicos, aniónicos o no iónicos, pero más típicamente son aniónicos o no iónicos. Ejemplos de tensioactivos aniónicos particularmente adecuados para este fin son sulfonatos tales como dodecilsulfonato de calcio. Ejemplos de tensioactivos no iónicos particularmente adecuados son ésteres de sorbitán polioxietilados (POE) tales como trioleato de sorbitán POE (20) y ésteres de sorbitol polioxietilados (POE) tales como hexaoleato de sorbitol POE (40). El trioleato de sorbitán POE (20) está disponible comercialmente con la denominación comercial TWEEN 85, comercializado por Uniqema. El hexaoleato de sorbitol POE (40) está

disponible comercialmente con las denominaciones comerciales ATLAS G1086 y CIRRASOL G1086, comercializados por Uniqema. La combinación de un éster de sorbitán POE con un éster de sorbitol POE permite la optimización del valor del HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) del tensioactivo para obtener una emulsión de la más alta calidad (las gotículas suspendidas más pequeñas) cuando la composición se añade al agua. La alta calidad de las emulsiones da como resultado típicamente una acción herbicida óptima. Por lo tanto, cabe destacar para la acción herbicida óptima una composición de la presente invención que comprende uno o más tensioactivos no iónicos seleccionados de ésteres de sorbitán polioxitilados (POE) tales como trioleato de sorbitán POE (20) y ésteres de sorbitol polioxitilados (POE) tales como hexaoleato de sorbitol POE (40) y sus mezclas.

Las presentes composiciones también pueden contener uno o más diluyentes sólidos en suspensión en el vehículo líquido. Los diluyentes sólidos pueden ser solubles en agua o insolubles en agua. En Watkins y col., *Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers*, 2ª edición, Dorland Books, Caldwell, Nueva Jersey, Estados Unidos, se describen diluyentes sólidos típicos. Los ejemplos de diluyentes sólidos hidrosolubles incluyen sales tales como fosfonatos de metal alcalino (por ejemplo dihidrogenofosfato de sodio), fosfatos de metales alcalinotérreos, sulfatos de sodio, potasio, magnesio y cinc, cloruro de sodio y potasio y benzoato de sodio y azúcares y derivados de azúcares tales como sorbitol, lactosa y sacarosa. Ejemplos de diluyentes sólidos insolubles en agua incluyen, pero no están limitados a, arcillas, sílices sintéticas y de diatomeas, silicatos de sodio y magnesio, dióxido de titanio, óxidos de aluminio, calcio y cinc, carbonato de calcio y magnesio, sulfato de sodio, potasio, calcio y bario y carbón.

Se ha descubierto que determinados diluyentes sólidos tales como arcillas proporcionan una resistencia significativa a la separación de partículas sólidas suspendidas o dispersas en la presente composición, que de otro modo daría como resultado la formación de una capa de purga (es decir, una capa que no contiene partículas sólidas suspendidas o dispersadas). Además, se ha descubierto que estos diluyentes sólidos pueden impartir una estructura de gel reversible a la composición. Un gel reversible proporciona una alta viscosidad a la composición con bajo cizallamiento (por ejemplo, cuando la composición se almacena en un recipiente), pero la baja viscosidad facilita unos resultados de vertido cuando se aplica alto cizallamiento (por ejemplo, cuando se agita un recipiente que contiene la composición). Un beneficio de la estructura de gel reversible es que la formación de una capa de purga y la sedimentación de partículas en el fondo del recipiente se reduce significativamente. Típicamente, una composición de la presente invención que contiene al menos aproximadamente 0,1% de arcilla en peso formará un gel reversible. Puede usarse más de 10% de arcilla, pero por razones de coste, es preferente no más de aproximadamente 10%. Más preferente es un intervalo de 0,1 a 5%, y más preferente es un intervalo de 0,5 a 3%. Los ejemplos de arcillas útiles para la presente composición incluyen silicatos de aluminio tales como atapulgita (por ejemplo, ATTAGEL 50 de BASF Corp.) y otros silicatos de aluminio tales como montmorilonita (por ejemplo, arcilla BARDEN de Kentucky-Tennessee Clay Co. y arcilla BENTONE de Elementis Specialties). En Watkins y col., *Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers*, 2ª edición, Dorland Books, Caldwell, Nueva Jersey, Estados Unidos, se describen arcillas sólidas típicas útiles como diluyentes.

Pueden usarse otros ingredientes de formulación en la presente invención tales como modificadores de la reología, agentes humectantes, pigmentos, antiespumantes, desecantes y similares. Estos ingredientes son conocidos para un experto en la técnica y pueden encontrarse descritos, por ejemplo, en *McCutcheon's 2001, volumen 2: Functional Materials* publicado por MC Publishing Company.

Los procedimientos para preparar las suspensiones y dispersiones de partículas de sulfonilurea útiles para las composiciones de la presente invención son bien conocidos e incluyen molienda en molino de bolas, molino de perlas, molino de arena, molino coloidal y molino de aire combinados con mezclado a alta velocidad. Los ejemplos de la presente descripción usan un procedimiento de molienda en molino de perlas.

Sin elaboración adicional, se cree que alguien experto en la técnica puede, usando la descripción precedente, usar la presente invención en su extensión más completa. Los ejemplos siguientes deben, por lo tanto, tomarse como meramente ilustrativos, y no limitan la descripción de ninguna de las maneras.

Los ejemplos 1-17 describen la preparación y el ensayo de estabilidad de composiciones de la presente invención. El ejemplo comparativo 1 describe la preparación y el ensayo de estabilidad de una composición correspondiente que carece de lignosulfonato. La estabilidad de las sulfonilureas en las presentes composiciones se determinó envejeciendo muestras en hornos calentados y después se comparó el contenido en sulfonilurea antes y después del envejecimiento para determinar el porcentaje (%) de descomposición relativa. El porcentaje de descomposición relativa se calculó sustrayendo el porcentaje en peso final de sulfonilurea desde un porcentaje en peso inicial de sulfonilurea, dividiendo después la diferencia resultante por el porcentaje en peso inicial de sulfonilurea y multiplicando después el cociente resultante por el 100%. El contenido en sulfonilurea se determinó analizando las composiciones mediante cromatografía líquida de alta presión (HPLC) usando columnas de fase inversa y eluyentes.

#### 55 Ejemplo 1

A un recipiente de vidrio de 250 ml equipado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (Cognis Corp. AGNIQUE ME 18SDU, 43,9 g), un lignosulfonato (MeadWestvaco Corp. REAX 88 A, 3,0 g), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (Uniqema TWEEN 85, 12,0 g), un tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (Uniqema ATLAS G1086, 6,0 g), atrazina (34,0 g), nicosulfurón (0,55 g) y

rimsulfurón (0,55 g). La mezcla agitada se homogeneizó usando un molino Dyno de 0,6 litros (modelo KDL, un molino de perlas horizontal fabricado por W.A Bachofen de Basilea, Suiza) y la suspensión resultante se embotelló. Se envejeció una muestra en un horno calentado a 40 °C durante 1 semana y después se analizó el contenido en herbicidas de sulfonilurea mediante HPLC. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 1 y en la Tabla 2.

**Ejemplo 2**

A un recipiente de vidrio de 250 ml equipado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (AGNIQUE ME 18SDU, 43,9 g), un lignosulfonato (REAX 88 A, 3,0 g), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (TWEEN 85, 9,0 g), un tensioactivo registrado mezcla de dodecylbencenosulfonato de calcio y aceite de ricino etoxilado (Stepan Corp. TOXIMUL 3463F, 9,0 g), atrazina (34,0 g), nicosulfurón (0,55 g) y rimsulfurón (0,55 g). La mezcla agitada se homogeneizó usando un molino Dyno de 0,6 litros y el concentrado de suspensión resultante se embotelló. Se envejeció una muestra de 10 g en un horno calentado a 40 °C durante 1 semana y después se analizó el contenido en herbicidas de sulfonilurea mediante HPLC. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 1 y en la Tabla 2.

**Ejemplo 3**

A un recipiente de acero inoxidable de 1 litro equipado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (AGNIQUE ME 18SDU, 432,6 g), un lignosulfonato (REAX 907 A, 45,0 g), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (TWEEN 85, 45,0 g), un tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (ATLAS G1086, 45,0 g) y nicosulfurón (92,5%, 32,4 g). La mezcla agitada se homogeneizó usando un molino Dyno de 0,6 litros y el concentrado de suspensión resultante se embotelló. Se envejecieron tres muestras de 10 g en hornos calentados. Una muestra se calentó en un horno a 40 °C durante 1 semana y después se analizó por HPLC el contenido en nicosulfurón. La segunda muestra se calentó en un horno a 40 °C durante 2 semanas y después se analizó por HPLC el contenido en nicosulfurón. La tercera muestra se calentó en un horno a 54 °C durante 2 semanas y después se analizó por HPLC el contenido en nicosulfurón. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 1.

**Ejemplo comparativo 1**

A un recipiente de vidrio de 250 ml equipado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (AGNIQUE ME 18SDU, 49,9 g), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (TWEEN 85, 7,5 g), un tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (ATLAS G1086, 7,5 g), atrazina (34,0 g), nicosulfurón (0,55 g) y rimsulfurón (0,55 g). La mezcla agitada se homogeneizó usando un molino Dyno de 0,6 litros y el concentrado de suspensión resultante se embotelló. Una muestra se envejeció en un horno calentado a 35 °C durante 1 semana y después se analizó el contenido en herbicidas de sulfonilurea por HPLC. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 1 y en la Tabla 2.

Tabla 1 – Estabilidad química de nicosulfurón durante el envejecimiento de formulaciones líquidas

Muestra	% en peso de nicosulfurón	Condiciones de envejecimiento	% de descomposición relativa
Ejemplo 1	0,55	1 semana a 40 °C	0
Ejemplo 2	0,55	1 semana a 40 °C	2,0
Ejemplo 3	5,0	1 semana a 40 °C	1,2
		2 semanas a 40 °C	1,8
		2 semanas a 54 °C	11,2
Ejemplo comparativo 1	0,55	1 semana a 35 °C	18,2

Tabla 2 – Estabilidad química de rimsulfurón durante el envejecimiento de formulaciones líquidas

Muestra	% en peso de rimsulfurón	Condiciones de envejecimiento	% de descomposición relativa
Ejemplo 1	0,55	1 semana a 40 °C	4,4

## ES 2 380 232 T3

Ejemplo 2	0,55	1 semana a 40 °C	11,6
Ejemplo comparativo 1	0,55	1 semana a 35 °C	27,3

### Ejemplos 4-10

Los Ejemplos de composición 4-10 también ejemplifican la presente invención. Los ingredientes de formulación se combinaron en las cantidades que se muestran en la Tabla 3A de acuerdo con el siguiente procedimiento general. A un recipiente de vidrio de 250 ml agitado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (AGNIQUE ME 18SDU), un lignosulfonato (REAX 907), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (TWEEN 85), un tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (Uniqema CIRRASOL G1086), opcionalmente otros ingredientes tales como copolímeros de bloque EO PO (SURFONIC L68-28X, PLURONIC P103 o PLURONIC L35) y los diluyentes sólidos arcilla atapulgita (Engelhard ATTAGEL 50) o dióxido de silicio coloidal (Degussa AEROSIL 200) y el ingrediente activo nicosulfurón (material técnico que contiene el 93,2% de nicosulfurón). La mezcla se homogeneizó después usando un molino Eiger de 0,2 litros y el concentrado de suspensión resultante, una composición de la presente invención, se embotelló.

Tabla 3A – Cantidades de ingredientes usadas en composiciones de nicosulfurón de los ejemplos 4 a 10\*

Ingrediente	Ejemplo							
	4	5	6	7	8	9	10	
Nicosulfurón (93,2%)	4,3	4,3	4,3	4,3	4,3	4,3	4,3	
AGNIQUE ME 18SDU	64,7	64,7	64,7	64,7	57,7	62,7	62,7	
REAX 907	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	
TWEEN 85	15,0	7,5	7,5	7,5	15,0	15,0	15,0	
CIRRASOL G1086	15,0	7,5	7,5	7,5	15,0	15,0	15,0	
SURFONIC L68-28X	0	15,0	0	0	0	0	0	
PLURONIC P103	0	0	15,0	0	0	0	0	
PLURONIC L35	0	0	0	15,0	5,0	0	0	
ATTAGEL 50	0	0	0	0	2,0	2,0	0	
AEROSIL 200	0	0	0	0	0	0	2,0	

\* las cantidades se enumeran en unidades de gramos.

Se envejeció una muestra de 10 g de cada uno de los ejemplos de composiciones en un horno a 40 °C durante 8 semanas. Para algunos de los ejemplos de composiciones se envejeció otra muestra de 10 g en un horno a 40 °C durante 2 semanas. Las muestras envejecidas se analizaron por HPLC para determinar el contenido de nicosulfurón. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 3B. Un guión “-” significa que no hay resultados de ensayo.

Tabla 3B – Estabilidad química de nicosulfurón (% de descomposición relativa) durante el envejecimiento de composiciones de los ejemplos 4 a 10 a 40 °C.

Periodo de tiempo	Ejemplo							
	4	5	6	7	8	9	10	
2 semanas	-	-	-	0,5	0,8	2,2	-	
8 semanas	2,2	3,2	1,0	1,5	2,5	2,0	1,5	

Tal como se puede observar en la Tabla 3B, todos los ejemplos de composiciones que contienen nicosulfurón mostraron una estabilidad excelente en este ensayo.

**Ejemplos 11-17**

5 Los Ejemplos de composición 11-17 ejemplifican la presente invención con una diversidad de ingredientes activos de sulfonilurea. Los ingredientes de formulación se combinaron en las cantidades que se muestran en la Tabla 4A de acuerdo con el procedimiento general siguiente. A un recipiente de vidrio de 250 ml agitado con un agitador vertical se añadió un éster metílico de ácido graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> (AGNIQUE ME 18SDU), un lignosulfonato (REAX 907), un tensioactivo no iónico de trioleato de sorbitán POE (20) (TWEEN 85 o el TWEEN 85 LM de humedad reducida), un tensioactivo no iónico de hexaoleato de sorbitol POE (40) (CIRRASOL G1086), un diluyente sólido (ATTAGEL 50) y un ingrediente activo de sulfonilurea seleccionado de entre nicosulfurón, tifensulfurón-metilo, tribenurón-metilo, clorsulfurón, clorimurón-etilo, rimsulfurón y metsulfurón-metilo. La mezcla se homogeneizó después usando un molino Eiger de 0,2 litros y el concentrado de suspensión resultante, una composición de la presente invención, se embotelló.

Tabla 4A – Cantidades de ingredientes usadas en composiciones de los ejemplos 11 a 17\*

Ingrediente	Ejemplo						
	11	12	13	14	15	16	17
Nicosulfurón	4,3	0	0	0	0	0	0
Tifensulfurón-metilo	0	4,3	0	0	0	0	0
Clorsulfurón	0	0	4,3	0	0	0	0
Clorimurón-etilo	0	0	0	4,3	0	0	0
Rimsulfurón	0	0	0	0	4,3	0	0
Metsulfurón-metilo	0	0	0	0	0	4,3	0
AGNIQUE ME 18SDU	62,7	62,7	62,7	62,7	62,7	62,7	62,7
REAX 907	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
TWEEN 85	0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
TWEEN 85 LM	15,0	0	0	0	0	0	0
CIRRASOL G1086	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0

15 \* las cantidades se enumeran en unidades de gramos.

Una muestra de 10 g de cada uno de los ejemplos de composiciones se envejeció en un horno a 40 °C durante 1 semanas. Las muestras envejecidas se analizaron por HPLC para determinar el contenido de ingrediente activo sulfonilurea. Los resultados de estabilidad química se enumeran en la Tabla 4B.

20 Tabla 4B – Estabilidad química del ingrediente activo sulfonilurea (% de descomposición relativa) durante el envejecimiento de los ejemplos de composiciones 11 a 17 a 40 °C

Periodo de tiempo	Ejemplo						
	11	12	13	14	15	16	17
2 semanas	2,78	4,77	66,48	28,22	23,91	9,07	6,23

Los resultados de la Tabla 4B muestran que para las composiciones particulares de los ejemplos 11-17, la estabilidad observada varía con la sulfonilurea. Las composiciones que comprenden metsulfurón-metilo, nicosulfurón, rimsulfurón o tifensulfurón-metilo sufrieron menos del 10% de descomposición y las composiciones que

comprenden nicosulfurón fueron las más estables. Las composiciones de los Ejemplos 11-17 contenían todas solo el 1% de lignosulfonato, y los resultados indican que grandes cantidades de lignosulfonato son deseables para composiciones que contienen sulfonilureas que tienen una mayor susceptibilidad a la descomposición.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición herbicida de una sola fase líquida que comprende, en peso:
    - (a) de 0,1 a 20% de uno o más herbicidas de sulfonilurea;
    - (b) de 0 a 40% de uno o más agentes biológicamente activos distintos de herbicidas de sulfonilurea;
  - 5 (c) de 0,1 a 20% de uno o más lignosulfonatos;
  - (d) de 40 a 99,8% de uno o más ésteres de ácidos grasos de alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y
  - (e) de 0 a 50% de uno o más ingredientes de formulación adicionales;
- en la que el vehículo líquido de la composición de una sola fase líquida comprende el componente (d).
- 10 2. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (a) se selecciona de amidosulfurón, azimsulfurón, bensulfurón-metilo, clorimurón-etilo, clorsulfurón, cinosulfurón, ciclosulfamurón, etametsulfurón-metilo, etoxisulfurón, flupirsulfurón-metilo, flazasulfurón, flucetosulfurón, foramsulfurón, halosulfurón-metilo, imazosulfurón, yodosulfurón-metilo, mesosulfurón-metilo, metsulfurón-metilo, nicosulfurón, oxasulfurón, primisulfurón-metilo, prosulfurón, pirazosulfurón-etilo, rimsulfurón, sulfometurón-metilo, sulfosulfurón, tifensulfurón-metilo, triasulfurón, tribenurón-metilo, trifloxisulfurón, triflusulfurón-metilo y tritosulfurón y sus sales.
  - 15 3. La composición de la reivindicación 2, en la que el componente (a) se selecciona de nicosulfurón y rimsulfurón y sus sales.
  4. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (b) comprende uno o más herbicidas y/o protectores de herbicidas que no son de sulfonilurea.
  5. La composición de la reivindicación 4, en la que el componente (b) comprende atrazina.
  - 20 6. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (c) comprende una o más sales de lignosulfonato de amonio, de metal alcalino o de metal alcalinotérreo.
  7. La composición de la reivindicación 6, en la que el componente (c) comprende lignosulfonato de sodio.
  8. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (d) comprende ésteres metílicos de uno o más ácidos grasos.
  - 25 9. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (e) comprende un tensioactivo de éster de sorbitán polietoxilado y un tensioactivo de éster de sorbitol polietoxilado.
  10. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (e) comprende una arcilla.
  11. La composición de la reivindicación 1, en la que el componente (c) representa de 0,1 a 10% en peso de la composición y el componente (e) representa de 0 a 20% en peso de la composición.
  - 30 12. La composición de la reivindicación 1 que contiene no más de 1% en peso de agua.