

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 433**

51 Int. Cl.:

A01N 25/04 (2006.01)

A01N 25/28 (2006.01)

A01N 25/30 (2006.01)

A01N 43/80 (2006.01)

A01P 13/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.02.2007 PCT/US2007/062456**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.09.2007 WO07101019**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2007 E 07757238 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.01.2017 EP 1986494**

54 Título: **Mezclas estables de plaguicidas microencapsulados y no encapsulados**

30 Prioridad:

23.02.2006 US 776126 P

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

28.06.2017

73 Titular/es:

**FMC CORPORATION (100.0%)
1735 MARKET STREET
PHILADELPHIA, PENNSYLVANIA 19103, US**

72 Inventor/es:

**LIU, HONG y
DEXTER, ROBIN, W.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 620 433 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

Mezclas estables de plaguicidas microencapsulados y no encapsulados

Campo de la invención

La presente invención pertenece al campo de composiciones y formulaciones agroquímicas.

5 **Antecedentes de la invención**

Para permitir la eliminación o represión eficiente de plagas y plantas no deseadas, es deseable usar formulaciones químicas eficaces de plaguicidas. En agricultura, especialidades y campos relacionados son deseables composiciones que contengan varios plaguicidas debido a ensanchar el espectro o gama de especies de plagas y plantas no deseadas destruidas o reprimidas.

- 10 Debido al deseo de tener una composición con las propiedades antes mencionadas, es útil usar combinaciones de plaguicidas o combinaciones de un herbicida con otro herbicida, insecticida, fungicida, etc., para obtener con una única aplicación una mejor represión de las numerosas malezas y plagas. Se conocen y hay disponibles combinaciones de plaguicidas, métodos de formulación y productos comerciales de ciertas combinaciones de herbicidas. Dichas combinaciones se conocen y están disponibles en forma de soluciones mixtas de los ingredientes
- 15 activos en formulaciones de concentrados emulsionantes (CE), pero con frecuencia se requieren formulaciones más complejas para combinar ingredientes activos con propiedades físicas muy diferentes para evitar problemas de estabilidad física o química.

- 20 La clomazona, nombre común de la 2-[(2-clorofenil)metil]-4,4-dimetil-3-isoxazolidinona, un herbicida muy eficaz, es también muy volátil. La clomazona aplicada al terreno en una superficie determinada puede desplazarse a superficies adyacentes originando blanqueamiento o decoloración de plantas cercanas a terrenos tratados. Se usa clomazona microencapsulada para reducir su volatilidad un 50% o menos, con lo que se reducen daños de plantas situadas lejos del sitio de aplicación, manteniendo al mismo tiempo un nivel satisfactorio de actividad herbicida en la superficie tratada.

- 25 Aunque las formulaciones microencapsuladas de plaguicidas insolubles en agua controlan la volatilidad de los plaguicidas, por ejemplo Command 3ME, que es la formulación microencapsulada de clomazona disponible comercialmente (FMC Corporation), se ha encontrado que cuando se mezcla con una segunda sustancia activa, externa a las microcápsulas, la mezcla no es estable. Se ha demostrado que si la sustancia externa es una sustancia lipófila atrayente de sustancias insolubles en agua, entonces el contenido de la microcápsula puede ser
- 30 extraído rápidamente de las cápsulas a la fase lipófila dispersa. Los intentos de preparar combinaciones líquidas estables de microcápsulas de plaguicidas insolubles en agua, como la clomazona, con otros ingredientes en el mismo envase no han tenido éxito, porque el desplazamiento desde el interior de la microcápsula hacia la fase lipófila dispersa afecta a la volatilidad del plaguicida o porque la composición no es estable.

Resumen de la invención

- 35 La presente invención proporciona nuevas composiciones de plaguicidas que tienen efectos retenidos de control de la volatilidad y amplio espectro.

- Específicamente, la presente invención está dirigida a una composición que consiste en (i) clomazona microencapsulada, (ii) un dispersante seleccionado del grupo que consiste en (a) una lignina, (b) una sal lignosulfonato y (c) una sal lignosulfonato combinada con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftalenosulfonato sustituido, (iii) por lo menos una sal seleccionada del grupo que consiste en sulfato magnésico, cloruro sódico, nitrato sódico y cloruro cálcico, (iv) un plaguicida no encapsulado seleccionado del grupo que
- 40 consiste en napropamida, linurón y metribuzina, (v) opcionalmente por lo menos un agente seleccionado de un agente antiespumante, un agente equilibrador del pH, un agente espesante y un agente antimicrobiano, y (vi) agua. La presente invención también está dirigida a métodos de preparar y usar las composiciones de la presente invención.

45 **Descripción detallada de la invención**

- La presente invención se refiere a una composición que consiste en: (i) clomazona microencapsulada, (ii) un dispersante seleccionado del grupo que consiste en (a) una lignina, (b) una sal lignosulfonato y (c) una sal lignosulfonato combinada con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftalenosulfonato sódico sustituido, (iii) por lo menos una sal seleccionada del grupo que consiste en sulfato magnésico, cloruro sódico, nitrato cálcico y
- 50 cloruro cálcico, (iv) un plaguicida no encapsulado seleccionado del grupo que consiste en napropamida, linurón y metribuzina, (v) opcionalmente por lo menos un agente seleccionado de un agente antiespumante, un agente equilibrador del pH, un agente espesante y un agente antimicrobiano, y (vi) agua.

La microencapsulación es un proceso en el que el compuesto herbicida puede ser encapsulado en una envoltura de poliurea, poliamida o copolímero de amida-urea, como se describe en el documento EP 0792100B1 y en la patente

- de los Estados Unidos 5.583.090, cuyas descripciones se incorporan como referencia en la presente memoria. Se describen plaguicidas microencapsulados seleccionados del grupo que consiste en bifentrino, cipermetrino, permetrino, zeta-cipermetrino, clomazona, cadusafos, carbosulfano, pendimetalino y dimetenamido. La clomazona encapsulada puede estar presente en una cantidad de 1 a 10% en peso de todos los componentes de la composición total, preferiblemente en una cantidad de 1 a 6% en peso de todos los componentes de la composición total. El plaguicida no encapsulado se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en napropamida, linurón y metribuzina. Más preferiblemente, el plaguicida no encapsulado es linurón o metribuzina. El plaguicida no encapsulado puede estar presente en una cantidad de 20 a 35% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 5 El dispersante puede estar presente en una cantidad de 0,5 a 10% en peso de todos los componentes de la composición total, preferiblemente en una cantidad de 1 a 4% en peso de todos los componentes de la composición total. Una lignina es un polímero complejo natural presente en la madera. Se obtienen ligninas modificadas por tratamiento con un álcali o por sulfonación. Dichas ligninas modificadas se obtienen como subproductos obtenidos del proceso de cocción de la madera. Preferiblemente, el dispersante es una sal lignosulfonato, por ejemplo, sales lignosulfonatos sódicos, como Reax 88, Reax 100M, Polyfon H, Polyfon O, Polyfon T y Polyfon F, disponibles de MeadWestvaco Corporation, y Ufoxane 3A, disponible de LignoTech USA Inc., o una sal lignosulfonato cálcico, por ejemplo, Norlig BD, disponible de LignoTech USA Inc. La sal lignosulfonato se puede usar en combinación con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftaleno sulfonato sustituido. Un ejemplo de sal sódica de un polímero de formaldehído-naftalenosulfonato sustituido es polvo de Morwet D-425, disponible de Akzo Nobel.
- 10 La sal puede estar presente en una cantidad de 4 a 20% en peso de todos los componentes de la composición total, preferiblemente en una cantidad de 7 a 15% en peso de todos los componentes de la composición total. La sal puede estar presente como una única sal o como una mezcla de sales, por ejemplo, cloruro sódico en una cantidad de 4 a 20%, nitrato sódico en una cantidad de 4 a 20% o nitrato sódico y cloruro cálcico en una cantidad combinada de 4 a 20%.
- 15 La composición puede contener opcionalmente un agente antiespumante, un agente equilibrador del pH, un agente espesante y un agente antimicrobiano. Preferiblemente, el agente antiespumante es una emulsión de siliconas, por ejemplo, Dow Corning AF Emulsion, disponible de Dow Corning Corporation, presente en una cantidad de 0,001 a 0,5% en peso de todos los componentes de la composición total. Preferiblemente, el agente equilibrador del pH es ácido acético presente en una cantidad de 0,001 a 0,5% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 20 Preferiblemente, el agente espesante es goma de xantano, por ejemplo, Kelzan S, disponible de CP Kelco, presente en una cantidad de 0,02 a 0,35% en peso de todos los componentes de la composición total. Preferiblemente, el agente antimicrobiano es Proxel GXL disponible de Avecia, o Legend MK disponible de Rohm and Haas Corporation, y está presente en una cantidad de 0,001 a 0,5% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 25 Una realización preferida de la presente invención es (i) una composición que consiste en clomazona microencapsulada, (ii) un dispersante seleccionado del grupo que consiste en (a) una lignina, (b) una sal lignosulfonato y (c) una sal lignosulfonato combinada con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftalenosulfonato sustituido, (iii) por lo menos una sal seleccionada del grupo que consiste en sulfato magnésico, cloruro sódico, nitrato sódico y cloruro cálcico, (iv) un plaguicida no encapsulado seleccionado del grupo que consiste en linurón y metribuzina, (v) opcionalmente por lo menos un agente seleccionado de un agente antiespumante, un agente equilibrador del pH, un agente espesante y un agente antibacteriano, y (vi) agua.
- 30 También se describe una composición adecuada para uso para preparar una mezcla de un plaguicida microencapsulado y un plaguicida no encapsulado y que comprende (i) un plaguicida microencapsulado, (ii) un dispersante seleccionado del grupo que consiste en (a) una lignina, (b) una sal lignosulfonato y (c) una sal lignosulfonato combinada con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftalenosulfonato sustituido, y (iii) una sal seleccionada del grupo que consiste en sulfato magnésico, cloruro sódico, nitrato sódico y cloruro cálcico.
- 35 Otra realización de la presente invención es un método para la represión de plantas no deseadas, que comprende aplicar una cantidad plaguicidamente eficaz de la composición de la presente invención a una superficie en la que se desee dicha represión.
- 40 También otra realización de la presente invención es un proceso para preparar la composición, que comprende combinar el plaguicida no encapsulado con un dispersante y agua, triturar la mezcla resultante y combinar la mezcla triturada con la clomazona encapsulada y una sal.
- 45 En esta memoria y salvo que se indique lo contrario, el término "plaguicida" se refiere a una molécula o combinación de moléculas que repele, inhibe o mata insectos y/o plantas no deseadas y que se puede usar para protección de cosechas, protección de edificios, protección de céspedes o protección de personas. El término "insecticida" se refiere a una molécula o combinación de moléculas que repele, inhibe o mata insectos y que se puede usar para protección de cosechas, protección de edificios, protección de céspedes o protección de personas. El término "herbicida" se refiere a una molécula o combinación de moléculas que inhibe o mata plantas no deseadas como, pero sin carácter limitativo, maleza perjudicial o molesta, plantas de hojas anchas, hierbas y juncia, y que se puede
- 50
- 55

5 usar para protecciónn de cosechas, protección de edificios o protección de céspedes. El término “cantidad plaguicidamente eficaz” significa una cantidad necesaria para producir un efecto plaguicida observable sobre plantas no deseadas y/o crecimiento de plantas, incluidos los efectos de necrosis, muerte, inhibición de crecimiento, inhibición de reproducción e inhibición de proliferación, y la eliminación, destrucción o disminución de la presencia y actividad de plagas y/o plantas no deseadas.

10 En la presente memoria, el término “temperatura ambiente” significa en general cualquier temperatura adecuada presente en un laboratorio o en cualquier centro de trabajo y en general no es menor que aproximadamente 15°C ni mayor que aproximadamente 30°C. El término “linurón” significa N’-(3,4-diclorofenil)-N-metoxi-N-metilurea. El término “metribuzina” significa 4-amino-6-(1,1-dimetiletil)-3-(metiltio)-1,2,4-triazin-5(4H)-ona. El término napropamida significa N,N-dietil-(1-naftaleniloxi)propanamida. El término “clomazona” significa 2-[(2-clorofenil)metil]-4,4-dimetil-3-isoxazolidinona. El término “Command-3ME” significa una formulación microencapsulada comercial de clomazona, disponible de FMC Corporation.

En la presente memoria, “% en peso de componentes en la composición total” incluye el porcentaje en peso de todos los componentes sólidos y líquidos presentes en la composición.

15 Los siguientes ejemplos ilustran más las composiciones de la presente invención. Salvo que se especifique lo contrario en los ejemplos, el linurón usado en los ejemplos contenía 97% de ingrediente activo, la metribuzina usada contenía 90% de ingrediente activo, el Command 3ME usado contenía 31,4% de ingrediente activo y la napropamida usada contenía 94,2% de ingrediente activo.

Ejemplos

20 Ejemplo 1

Composición de linurón y Command 3ME con nitrato sódico y cloruro cálcico

25 Se trituró una mezcla de 30,92 partes de linurón, 2,3 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC) y 0,035 partes de antiespumante Dow AF en 36,49 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

A 69,745 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 11,75 partes de cloruro cálcico, 0,02 partes de nitrato sódico, 10,5 partes de cloruro cálcico, 0,02 partes de un conservante (Proxel GXL, disponible de Avecia Inc., Wilmington, DE), 0,2 partes de ácido acético, 0,035 partes de antiespumante Dow y 8,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan N, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

30 Finalmente, a 68,3 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 11,75 partes de Command 3ME, 9,54 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE) y 10,41 partes de una solución que contenía 70% de agua, 15% de cloruro cálcico y 15% de nitrato sódico.

La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,21 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a linurón fue aproximadamente 45 g/l : 248 g/l.

35 Ejemplo 2

Composición de metribuzina y Command 3ME con cloruro sódico

40 Se trituró una mezcla de 38,9 partes de metribuzina, 2,7 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC), 0,4 partes de ácido acético y 0,2 partes de antiespumante Dow AF en 57,8 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

A 70,0 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 15,0 partes de cloruro sódico, 0,02 partes de un conservante (Proxel GXL, disponible de Avecia Inc., Wilmington, DE), 6,98 partes de agua y 8,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan N, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

45 Finalmente, a 83,0 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 17,0 partes de Command 3ME. La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,17 igramos por mililitro. La proporción de clomazona a metribuzina fue aproximadamente 62 g/l : 238 g/l.

Ejemplo 3

Composición de linurón y Command 3ME con nitrato sódico y cloruro cálcico

5 Se trituró una mezcla de 30,92 partes de linurón, 2,3 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC) y 0,035 partes de antiespumante Dow AF en 36,49 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

10 A 69,745 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 11,5 partes de nitrato sódico, 10,5 partes de cloruro sódico, 0,02 partes de un conservante (Proxel GXL, disponible de Avecia Inc., Wilmington, DE), 0,2 partes de ácido acético, 0,035 partes de antiespumante Dow y 8,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan N, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

Finalmente, a 83,0 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 7,9 partes de Command 3ME y 9,1 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,22 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a linurón fue aproximadamente 30,2 g/l : 303 g/l.

15 Ejemplo 4

Composición de napropamida y Command 3ME con nitrato sódico y cloruro cálcico

20 Se trituró una mezcla de 28,93 partes de napropamida, 2,0 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC), 0,15 partes de ácido acético y 0,125 partes de antiespumante Dow AF en 68,80 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

A 77,56 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 4,43 partes de nitrato sódico, 4,43 partes de cloruro cálcico, 5,82 partes de Command 3ME, 3,88 partes de agua y 3,88 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

25 La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,10 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a napropamida fue aproximadamente 1,98 g/l : 230,6 g/l.

Ejemplo 5

Composición de linurón y Command 3ME con nitrato sódico y cloruro cálcico

30 Se trituró una mezcla de 30,92 partes de linurón, 2,3 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC) y 0,035 partes de antiespumante Dow AF en 36,49 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

35 A 69,745 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 11,5 partes de nitrato sódico, 10,5 partes de cloruro sódico, 0,02 partes de un conservante (Proxel GXL, disponible de Avecia Inc., Wilmington, DE), 0,2 partes de ácido acético, 0,035 partes de antiespumante Dow y 8,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan N, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

Finalmente, a 68,28 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 11,75 partes de Command 3ME, 8,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE) y 11,98 partes de agua.

La proporción de clomazona a linurón fue aproximadamente 452 g/l : 250 g/l.

40 Ejemplo 6

Composición de napropamida y Command 3ME con nitrato sódico

45 Se trituró una mezcla de 23,36 partes de napropamida, 1,55 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC), 0,19 partes de ácido acético, 0,04 partes de agente antibacteriano (Legend MK) y 0,10 partes de antiespumante Dow PL97-1517 en 44,00 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

A 71,88 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 8,80 partes de nitrato sódico, 6,25 partes de Command 3ME, 1,31 partes de agua y 14,00 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,13 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a napropamida fue aproximadamente 23 g/l : 250 g/l.

Ejemplo 7

Composición de metribuzina y Command 3ME con cloruro cálcico y nitrato sódico

5 Se trituró una mezcla de 40,00 partes de metribuzina, 2,7 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC), 0,86 partes de ácido acético y 0,6 partes de antiespumante Dow AF en 55,85 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

10 A 78,0 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 10,0 partes de nitrato sódico, 10,0 partes de cloruro cálcico, y 2,0 partes de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

Finalmente, a 77,6 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 20,0 partes de Command 3ME. La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,07 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a metribuzina fue aproximadamente 60 g/l : 233 g/l.

15 Ejemplo 8

Composición de metribuzina y Command 3ME con sulfato magnésico

20 Se trituró una mezcla de 40,00 partes de metribuzina, 2,7 partes de sal lignosulfonato sódico (Reax 88B, disponible de MeadWestcaco, Charleston, SC), 0,86 partes de ácido acético y 0,6 partes de antiespumante Dow AF en 55,85 partes de agua, hasta una distribución del tamaño de partículas en la que el 90% de las partículas era menor que aproximadamente 6 micrómetros.

A 84,0 partes de esta base triturada se añadieron, agitando, 15,0 partes de sulfato magnésico y 1,0 parte de una solución acuosa de 1% de goma de xantano (Kelzan S, disponible de CP Kelco, Wilmington, DE).

25 Finalmente, a 72,0 partes de la mezcla antes preparada se añadieron, agitando, 20,0 partes de Command 3ME. La densidad resultante de la mezcla final fue aproximadamente 1,13 gramos por mililitro. La proporción de clomazona a metribuzina fue aproximadamente 60 g/l : 233 g/l.

Ejemplo comparativo 9

Composición de metribuzina y Command 3ME

30 Se añadió una mezcla de 254,0 gramos de metribuzina disponible comercialmente (Sencor 4, herbicida fluyente disponible de Bayer Crop Science) a 100,0 gramos de Command 3ME y se agitó durante 30 minutos. La formulación resultante se almacenó a 50°C durante una semana y después se examinó. La formulación había gelificado y se determinó que no era utilizable.

Ejemplo 10

Ensayo de volatilidad

35 Se realizaron de la siguiente manera ensayos de laboratorio de la volatilidad de clomazona a partir de las composiciones de ensayo. Se pasó dos veces a través de un tamiz de malla 14 para eliminar partículas gruesas y escombros una cantidad de capa superficial no esterilizada del terreno suficiente para realizar el ensayo. Se separaron después las partículas finas a través de un tamiz de malla 30, dejando encima la capa superficial de tamaño de partículas intermedio. Se extendió uniformemente 240 gramos de capa superficial del terreno de partículas de tamaño intermedio a un espesor de aproximadamente uno a dos milímetros sobre una superficie de
40 aproximadamente 27,9 x 41,3 cm en una cubeta que medía 32,4 x 45,7 x 1,9 cm. Se roció después la capa superficial del terreno desde un equipo de rociado calibrado para suministrar 187 litros de agua por hectárea. La mezcla de rociado contenía composición de ensayo suficiente para proporcionar 0,0712 gramos de ingrediente activo de clomazona en 20 mililitros de agua. De esta manera, se aplicó al terreno la composición de ensayo en una proporción de 1,0 kg de ingrediente activo de clomazona por hectárea. Inmediatamente después del tratamiento, se
45 guardó el terreno en una jarra de vidrio, en la que permaneció brevemente hasta el momento de su uso.

En cada composición de ensayo, se conectaron por sus extremos del fondo cuatro columnas de cromatografía, de vidrio, de 22 x 300 mm, que contenían cada una en el fondo una barrera de vidrio sinterizado, a un colector de aire de varias aberturas, que suministró simultáneamente igual presión de aire a una serie de columnas. En cada una de las cuatro columnas se colocaron 59 gramos de la capa superficial tratada del terreno, que llenaron
50 aproximadamente 200 mm de la longitud de la columna. En la parte superior de cada columna se colocó un tapón de espuma de poliuretano diseñado para insertar en su interior un tubo de 21 a 26 mm de diámetro. Tan pronto como estuvieron preparadas las columnas después del tratamiento del terreno, se pasó en cada columna a través del

terreno una corriente lenta de aire (0,75 a 1,00 litro por minuto y por columna) desde el colector de aire de varias aberturas, que originó que la clomazona volatilizada se recogiera sobre el tapón de espuma de poliuretano. El tiempo entre el tratamiento del terreno y el inicio del flujo de aire fue aproximadamente una hora. Se continuó el flujo de aire durante aproximadamente 18 horas.

- 5 Después del período de recogida de 18 horas, se colocó el tapón de espuma de poliuretano de cada columna en una jeringa de plástico de 20 ml. El tapón de espuma de poliuretano se extrajo a fondo aspirando en la jeringa y a través del tapón 15 ml de metanol, forzando al extracto en metanol a un vaso y repitiendo el proceso varias veces. Se diluyó una parte alícuota de 0,04 ml de la muestra de 15 ml con 0,96 ml de metanol y 1,0 ml de agua. En una parte alícuota de 0,1 ml de esta solución se analizó el contenido de clomazona usando un ensayo inmunoenzimático (ELISA), un método publicado por R. V. Darger et al. (J. Agr. and Food Chem., 1991, 39, 813-819). Se anotó el contenido total de clomazona en el tapón de espuma, expresado en miligramos (mg), de cada muestra y se comparó con el contenido de clomazona en la muestra patrón, herbicida Command 4 EC (FMC Corporation). El porcentaje de volatilidad se calculó por la siguiente fórmula y se resume en la siguiente tabla:

$$\text{Volatilidad (\%)} = \left(\frac{\text{mg de clomazona en el extracto de la composición de ensayo}}{\text{mg de clomazona en el extracto patrón}} \right) \times 100$$

- 15 Se prefiere un valor del porcentaje de volatilidad menor que 50% a temperatura ambiente. Más preferidas son composiciones que tienen un porcentaje de volatilidad menor que 50% después de almacenarlas a temperaturas más altas.

Volatilidad (%) de clomazona

Composición del ejemplo número	Tiempo y temperatura de almacenamiento de la composición	Volatilidad (%) comparada con el patrón
2	1 mes a temperatura ambiente	23%
3	1 mes a temperatura ambiente	16%
5	1 mes a temperatura ambiente	18%
6	1 mes a 40°C	26%
7	1 mes a temperatura ambiente	14%
8	1 mes a temperatura ambiente	18%
8	1 mes a 40°C	52%
Control*	1 mes a 40°C	20%
Gamit Top / Command Top**	1 mes a temperatura ambiente	>57%

20 * Control = formulación comercial de Command 3ME, disponible de FMC Corporation

** Una mezcla de napropamida técnica, triturada con tensioactivos y agua, combinada con Command 3ME (nombres comerciales registrados: Gamit Top / Command Top), adquiridas de United Phosphorus Limited

REIVINDICACIONES

1. Una composición que consiste en:
- (i) clomazona microencapsulada,
 - 5 (ii) un dispersante seleccionado del grupo que consiste en (a) una lignina, (b) una sal lignosulfonato y (c) una sal lignosulfonato combinada con la sal sódica de un polímero de formaldehído-naftaleno sulfonato sustituido,
 - (iii) por lo menos una sal seleccionada del grupo que consiste en sulfato magnésico, cloruro sódico, nitrato sódico y cloruro cálcico,
 - 10 (iv) un plaguicida no encapsulado seleccionado del grupo que consiste en napropamida, linurón y metribuzina,
 - (v) opcionalmente, por lo menos un agente seleccionado del grupo que consiste en un agente antiespumante, un agente equilibrador del pH, un agente espesante y un agente antibacteriano, y
 - (vi) agua.
2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el agua se añade a la composición junto con el dispersante y el plaguicida no encapsulado.
3. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el plaguicida no encapsulado es linurón o metribuzina.
4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el dispersante está presente en una cantidad de 0,5 a 10% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 20 5. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que el dispersante está presente en una cantidad de 1 a 4% en peso de todos los componentes de la composición total.
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la sal está presente en una cantidad de 4 a 20% en peso de todos los componentes de la composición total.
7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que la sal está presente en una cantidad de 7 a 15% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 25 8. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la clomazona microencapsulada está presente en una cantidad de 1 a 10% en peso de todos los componentes de la composición total.
9. La composición de acuerdo con la reivindicación 8, en la que la clomazona microencapsulada está presente en una cantidad de 1 a 6% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 30 10. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el plaguicida no encapsulado está presente en una cantidad de 20 a 35% en peso de todos los componentes de la composición total.
11. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el agente equilibrador del pH es ácido acético presente en una cantidad de 0,001 a 0,5% en peso de todos los componentes de la composición total.
- 35 12. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el agente espesante es goma de xantano presente en una cantidad de 0,02 a 0,25% en peso de todos los componentes de la composición total.
13. Un método para la represión de plantas no deseadas, que comprende aplicar una cantidad plaguicidamente eficaz de la composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12 a una superficie en la que se desee dicha represión.
- 40 14. Un proceso para preparar una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, que comprende:
- (a) combinar el plaguicida no encapsulado con un dispersante y agua,
 - (b) triturar la mezcla de la etapa (a), y
 - (c) combinar la mezcla triturada de la etapa (b) con el plaguicida encapsulado y una sal.