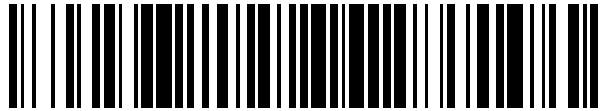


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 626 905**

21 Número de solicitud: 201730088

51 Int. Cl.:

A01N 47/36 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

25.01.2017

30 Prioridad:

26.01.2016 PT PT109118

43 Fecha de publicación de la solicitud:

26.07.2017

Fecha de modificación de las reivindicaciones:

06.04.2018

Fecha de la concesión:

09.04.2018

45 Fecha de publicación de la concesión:

16.04.2018

73 Titular/es:

**SAPEC AGRO, S.A. (100.0%)
Alameda dos Oceanos, lote 1.06.1.1 D - 3º
1990-207 Lisboa PT**

72 Inventor/es:

**VASCONCELOS DUARTE, Antonio Manuel y
DUARTE MARTINS, Joao Manuel Evaristo**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **Mezcla herbicida que comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón**

57 Resumen:

Mezcla herbicida que comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón.

La presente invención se refiere a una mezcla herbicida que comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón y a un procedimiento de control de las especies infestantes en los cultivos de olivar o de viña.

ES 2 626 905 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP 11/1986.

DESCRIPCIÓN

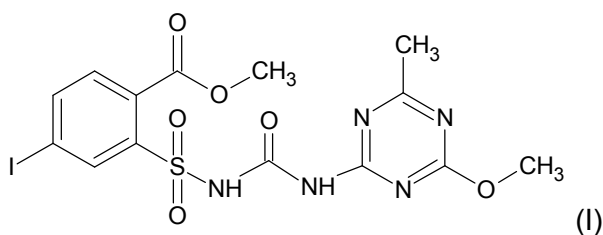
Mezcla herbicida que comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una mezcla herbicida, que comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón, y a su uso en la protección de los cultivos.

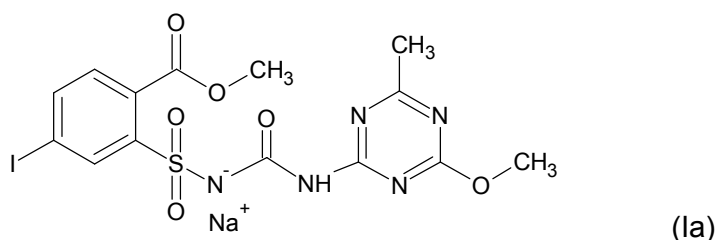
10 **Antecedentes de la invención**

El compuesto (I), yodosulfurón-metilo (IUPAC: 4-yodo-2-[3-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)ureidosulfonil]benzoato de metilo), cuya fórmula estructural es:



15 es una sustancia herbicida descrita en la patente europea EP 0574418.

Se usa preferiblemente la sal de sodio del yodosulfurón-metilo (yodosulfurón-metilo-sodio), que tiene la fórmula estructural (Ia):

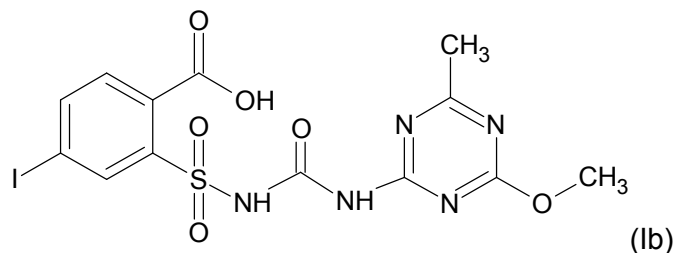


20

El yodosulfurón-metilo-sodio es una sulfonilurea que actúa inhibiendo la biosíntesis de los aminoácidos esenciales de plantas susceptibles, a través de la inhibición de la enzima acetolactato sintasa (ALS).

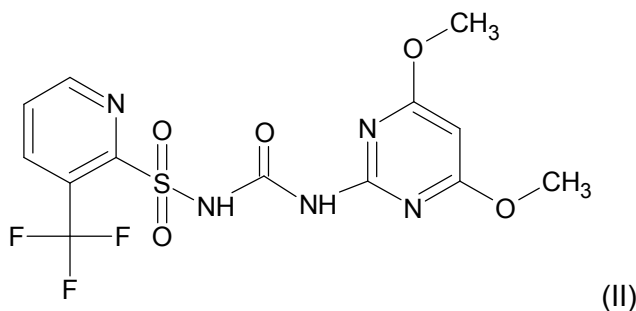
25

En esta solicitud, la dosis del principio activo yodosulfurón-metilo (I) o de su sal de sodio (Ia) se expresa, a efectos del cálculo de las razones entre los principios activos en la mezcla y a efectos de la cantidad que va a usarse por hectárea como yodosulfurón (Ib),



5 teniendo en cuenta que 493,2 g de yodosulfurón corresponden a 507,2 g de yodosulfurón-metilo o 529,2 g de yodosulfurón-metilo-sodio.

El compuesto (II), flazasulfurón [IUPAC: (1-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-3-(3-trifluorometil-2-piridilsulfonil)urea)], tiene la siguiente fórmula estructural:



10

El flazasulfurón es también una sulfonilurea que actúa inhibiendo la biosíntesis de los aminoácidos esenciales de plantas susceptibles, a través de la inhibición de la enzima acetolactato sintasa (ALS), implicado en la síntesis de los aminoácidos leucina, isoleucina y valina. Se describió por primera vez por Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd. en 1985 (documento EP0184385).

15

Hay algunas patentes referentes a formulaciones de sulfonilureas.

20 La solicitud WO2002017718 se refiere a un método de producción de una formulación sólida que contiene una sulfonilurea o una sal de la misma, opcionalmente otro herbicida y al menos un adyuvante, que comprende las etapas de formar una suspensión en agua que contiene los componentes de formulación, ajustar el pH de esa suspensión a un valor de entre 6,5 y 8 y secar la suspensión para obtener la formulación sólida.

25

La solicitud WO2006098156 da a conocer una suspensión que comprende una sulfonilurea

o una sal de la misma, al menos un tensioactivo seleccionado de entre ésteres de sorbitol de ácidos grasos alcoxilados y ésteres de sorbitano de ácidos grasos alcoxilados y un material inerte inmiscible con el agua.

5 La solicitud WO2007027863 se refiere a formulaciones líquidas que comprenden del 0,1 al 20% de sulfonilureas, del 0 al 40% de otros agentes activos distintos de sulfonilureas, del 0,1 al 10% de lignosulfonatos, del 0 al 99,8% de ésteres de ácidos grasos de alcoholes en C₁-C₄, y del 0 al 20% de otros componentes de formulación.

10 La solicitud WO2007119435 se refiere a la incorporación de un alquil éter-fosfato polialcoxilado o de una sal del mismo para mejorar la eficacia biológica y la reducción de la dosis de sulfonilurea que va a usarse.

Sin embargo, ninguno de los documentos del estado de la técnica contiene ninguna
15 referencia o sugerencia relativa a la mezcla de yodosulfurón con flazasulfurón.

Descripción detallada de la invención

Es práctica común en el área de la protección de los cultivos el desarrollo de formulaciones
20 que contienen varios principios activos, con finalidades bastante diversas como la gestión de fenómenos de desarrollo de biotipos resistentes, la ampliación del espectro de acción biológica, evitar sucesivas aplicaciones de productos fitofarmacéuticos, etc. Los usuarios prefieren, en general, las formulaciones líquidas, debido a la facilidad en las operaciones de medición, preparación del caldo, dilución y pulverización.

25 Sorprendentemente, se verificó que aplicando en postemergencia temprana en los cultivos de olivar o de viña una mezcla de yodosulfurón-metilo-sodio y flazasulfurón, se obtuvieron resultados de eficacia en el control de las especies infestantes superiores a lo que sería de esperar teniendo en cuenta la eficacia observada para cada uno de los principios activos, lo
30 que indica un comportamiento sinérgico de la mezcla en relación con cada uno de los principios activos.

Se entiende por “aplicación en postemergencia temprana” la aplicación del herbicida en
35 cultivos permanentes tras la germinación de las especies infestantes hasta el estado de 2 a 3 hojas.

Las especies infestantes a las que se refiere la presente invención son, por ejemplo:

Amaranthaceae como moco de pavo (*Amaranthus retroflexus* L.), bledo rojo (*Amaranthus hybridus* L.);

Caryophyllaceae como hierba gallinera (*Stellaria media* (L.) Will.);

- 5 Compositae como hierba carnícera (*Conyza albida* Sprengel), rama negra (*Conyza bonariensis* (L.) Cronq), hierba vaquera (*Calendula arvensis* L.), cimarrona (*Matricaria chamomilla* L.), cerraja blanda (*Sonchus oleraceus* L.);

Cruciferae como bolsa de pastor (*Capsella bursa-pastoris* L.), pan y quesito amarillo (*Diplotaxis catholica* (L.) DC.), mostaza de los campos (*Sinapis arvensis* L.), jaramago
10 (*Raphanus raphanistrum* L.);

Chenopodiaceae como quihuilla (*Chenopodium album* L.);

Geraniaceae como filamaría (*Erodium malacoides* (L.) L'Her.);

Labiatae como lamio púrpura (*Lamium purpureum* L.);

Leguminosae como mielga negra (*Medicago lupulina* L.);

- 15 Malvaceae como malva (*Malva parviflora* L.), malva silvestre (*Malva silvestris* L.);

Papaveraceae como amapola (*Papaver rhoeas* L.);

Polygonaceae como hierba menuda (*Polygonum aviculare* L.), hierba pejiquera (*Polygonum persicaria* L.);

Rubiaceae como amor de hortelano (*Galium aparine* L.);

- 20 Gramineae como raigrás (*Lolium spp.*), carretilla (*Setaria verticillata* (L.) P. Beauv.), millán (*Digitaria sanguinalis* (L.) Scop), pata de gallina (*Echinochloa crus galli* (L.) P.).

La mezcla según la invención es particularmente útil en el control de las especies infestantes hierba carnícera (*Conyza albida* Sprengel), rama negra (*Conyza bonariensis* (L.) Cronq) y
25 raigrás (*Lolium spp.*).

Un objetivo de la presente invención es proporcionar una nueva mezcla sinérgica herbicida, que comprende los principios activos yodosulfurón-metilo (I) o sus sales y flazasulfurón (II).

- 30 En una realización preferida de la invención, la razón, en masa, entre flazasulfurón y yodosulfurón en la mezcla está comprendida en el intervalo de entre 2:1 y 7:1.

En una realización más preferida de la invención, la razón, en masa, entre flazasulfurón y yodosulfurón en la mezcla está comprendida en el intervalo de entre 3:1 y 4:1.

35

En una realización aún más preferida de la invención, la razón, en masa, entre flazasulfurón

y yodosulfurón en la mezcla es de 4:1.

La mezcla según la invención puede obtenerse por mezcla en el tanque, realizada inmediatamente antes de la aplicación, de formulaciones comercialmente disponibles de
5 ambos principios activos o, alternativamente, puede usarse una formulación que comprende los dos principios activos y los adyuvantes habituales, presentada en forma de gránulos dispersables en agua (ahora en adelante designada en esta solicitud mediante la designación adoptada internacionalmente: formulación WG) o en forma de una suspensión
10 de partículas en aceite (ahora en adelante designada en esta solicitud mediante la designación adoptada internacionalmente: formulación OD).

Las formulaciones WG se preparan según procedimientos conocidos por el experto en la técnica, pudiendo obtenerse, por ejemplo, por un procedimiento de extrusión que comprende las etapas de:

15

- mezclar los principios activos (I) o (Ia) y (II) y, posteriormente, moler la mezcla en un molino de chorro de aire, hasta obtener un tamaño de partícula suficientemente fino (cerca del 95% de las partículas por debajo de 10 μm);

20

- añadir la mezcla anterior a los componentes restantes de la formulación (dispersantes, humectantes, agentes antiespumantes, disgregantes, estabilizantes, reguladores del pH y materiales inertes), y mezclar en una mezcladora adecuada (ej. mezcladora Nautamix);

25

- añadir agua a la mezcla anterior de modo que se forme una "pasta" homogénea, que posteriormente se alimenta a una extrusora (por ejemplo del tipo "canasta"), en la que se fuerza el material a través de una tela perforada (de 0,8 mm a 1 mm de diámetro) debido a la acción de láminas de extrusión;

30

- alimentar los gránulos húmedos que salen de la extrusora a un esferonizador, en el que una placa rotativa promueve las colisiones de los gránulos contra las paredes del equipo y contra otros gránulos, dando como resultado su deformación plástica, proporcionando la formación de esferas, y

35

- secar el producto resultante con un flujo de aire caliente en una secadora de lecho fluidizado.

Las formulaciones OD se preparan según procedimientos conocidos por el experto en la técnica pudiendo obtenerse, por ejemplo, por un procedimiento de molienda en vía húmeda que comprende las etapas de:

- 5 - añadir, bajo agitación, a un aceite vegetal o mineral, un conjunto de aditivos (dispersantes, humectantes, estabilizantes, reguladores del pH);
- añadir a la disolución obtenida en la etapa anterior los principios activos (I) o (Ia) y (II), hasta obtener una dispersión en aceite homogénea;
- bombear la dispersión en aceite resultante de la etapa anterior a través de un molino de 10 esferas refrigerado de modo que se obtenga una distribución granulométrica con $D_{0,95} \leq 8 \mu\text{m}$; y,
- añadir a la suspensión anterior un agente estructurante y mantener la agitación hasta que se obtenga una dispersión en aceite homogénea.

15 De un modo preferido, la formulación que contiene los principios activos según la invención se presenta en forma de una formulación OD.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento de control de las especies infestantes en los cultivos de olivar o de viña que comprende aplicar, en 20 postemergencia temprana, la mezcla según la invención diluida en una cantidad suficiente de agua (normalmente de 150 a 600 litros por hectárea en aplicación terrestre por tractor) de modo que se garantice la aplicación homogénea sobre el suelo o las especies infestantes de 25 a 35 g de flazasulfurón y de 5 a 12,5 g de yodosulfurón por hectárea.

25 En una realización preferida, el procedimiento de tratamiento comprende aplicar 30 g de flazasulfurón y de 7,5 a 10 g de yodosulfurón por hectárea.

En un modo más preferido, el procedimiento de tratamiento comprende aplicar 30 g de flazasulfurón y 7,5 g de yodosulfurón por hectárea.

30

Eficacia biológica

Se aplicó una mezcla que comprendía yodosulfurón-metilo-sodio y flazasulfurón en postemergencia temprana en el cultivo de olivar, usando una dosis de 30 g/ha de 35 flazasulfurón y 7,5 g/ha de yodosulfurón (en forma de yodosulfurón-metilo-sodio).

En paralelo también se aplicaron:

- una formulación que contiene flazasulfurón, en la que la dosis aplicada fue de 50 g/ha;
- una formulación que contiene yodosulfurón y diflufenicán, en la que la dosis aplicada fue de 10 g/ha de yodosulfurón (en forma de yodosulfurón-metilo-sodio) y 150 g/ha de diflufenicán.

Las pruebas se realizaron en Portugal, y se llevaron a cabo según las Buenas Prácticas Experimentales definidas por el Reglamento 1107/2009 de la Unión Europea.

10

Los ensayos se realizaron en bloques casualizados, con 4 repeticiones, existiendo junto a cada área tratada una franja sin tratar.

Se hizo una evaluación de la eficacia 28 días tras la aplicación de la mezcla según la invención y se obtuvieron los siguientes resultados:

15

Cultivo: Olivar Especie infestante: <i>Conyza spp.</i>	gramos de principio activo/ha	% eficacia 28 días tras la aplicación
Yodosulfurón + diflufenicán	10 + 150	39,9%
Flazasulfurón	50	29,5%
Yodosulfurón + Flazasulfurón	7,5 + 30	58,9%

Tabla 1. Resultados de eficacia

Puede constatarse que el valor de la eficacia obtenido para la mezcla es bastante superior al de uno cualquiera de los principios activos aplicados de manera aislada, incluso si las dosis de los principios activos aplicados de manera aislada son significativamente más elevadas que las dosis en la mezcla.

Para cuantificar el efecto sinérgico resultante de la asociación de principios activos se usa la metodología descrita por Colby (Colby, S.R., "Calculating synergistic and antagonistic response of herbicide compositions", Weeds 15, págs. 20-22, 1967), según la cual se

25

compara la eficacia esperada (EE) para la mezcla de los principios activos determinada usando la fórmula de Colby:

$$EE = x + y - (xy)/100$$

5

en la que:

- EE es la eficacia esperada, en %, usando la mezcla de compuestos activos A y B en las concentraciones a y b.

- x es la eficacia, en %, usando el compuesto activo A en la concentración a;

10

- y es la eficacia, en %, usando el compuesto activo B en la concentración b;

con la eficacia observada experimentalmente (E).

Si la eficacia observada (E) supera la calculada (EE), hay un efecto sinérgico.

15

Aunque los resultados de la tabla 1 no permitan usar con todo el rigor la fórmula de Colby, dado que las dosis de los principios activos aplicados individualmente no son las mismas que las dosis en la mezcla y porque el yodosulfurón no se ha sometido a ensayo de manera aislada sino mezclado con diflufenicán, pudo utilizarse la fórmula de Colby para obtener una estimación de la eficacia esperada para la mezcla según la invención.

20

Esta estimación corresponderá a una aproximación por exceso del valor teórico, dado que la dosis del flazasulfurón puro es superior a la del flazasulfurón en la mezcla binaria y también porque, al utilizar una mezcla de yodosulfurón con diflufenicán en lugar de yodosulfurón puro, no sólo la dosis de yodosulfurón es superior a la dosis en la mezcla como aún se está considerando que la eficacia del diflufenicán es cero.

25

Sustituyendo los valores de la tabla 1 en la fórmula de Colby se obtiene un valor esperado para la eficacia del 57,6%, inferior al observado experimentalmente (58,9%).

30

Teniendo en cuenta que los cálculos se realizaron considerando un caso muy desfavorable para la mezcla según la invención, resulta claro que hay un efecto sinérgico sorprendente que se deriva de la mezcla de los dos principios activos.

REIVINDICACIONES

1. Mezcla sinérgica herbicida, caracterizada porque comprende yodosulfurón-metilo o sus sales y flazasulfurón y porque la razón, en masa, entre flazasulfurón y yodosulfurón en la mezcla está comprendida en el intervalo de entre 2:1 y 7:1.
5
2. Mezcla según la reivindicación 1, caracterizada porque la razón, en masa, entre flazasulfurón y yodosulfurón en la mezcla está comprendida en el intervalo de entre 3:1 y 4:1.
10
3. Mezcla según la reivindicación 2, caracterizada porque la razón, en masa, entre flazasulfurón y yodosulfurón en la mezcla es de 4:1.
4. Procedimiento de control de las especies infestantes de los cultivos de olivar o de viña, caracterizado porque comprende una etapa de aplicar, en postemergencia temprana, de 25 a 35 g de flazasulfurón y de 5 a 12,5 g de yodosulfurón por hectárea.
15
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se aplican 30 g de flazasulfurón y de 7,5 a 10 g de yodosulfurón por hectárea.
20
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque se aplican 30 g de flazasulfurón y 7,5 g de yodosulfurón por hectárea.

25



②¹ N.º solicitud: 201730088

②² Fecha de presentación de la solicitud: 25.01.2017

③² Fecha de prioridad: **26-01-2016**

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **A01N47/36** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 2007010399 A1 (ROSINGER CHRISTOPHER et al.) 11/01/2007, resumen; párrafos 36 , 52 y 64; tabla 4;	1
A	WO 2015004087 A1 (BAYER CROPSCIENCE AG) 15/01/2015, resumen; página 6, lin.20-25;	1-7
A	US 2015105259 A1 (ROECHLING ANDREAS et al.) 16/04/2015, resumen; párrafo 37; tabla 1 a 9	1-7

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
03.04.2017

Examinador
M. Ojanguren Fernández

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

A01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, CAS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 03.04.2017

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 2-7	SI
	Reivindicaciones 1	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-7	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 2007010399 A1 (ROSINGER CHRISTOPHER et al.)	11.01.2007

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es una mezcla herbicida que comprende iodosulfuron-metilo y flazasulfuron.

El documento D1 divulga una mezcla que comprende iodosulfuron metilo (denominado compuesto B 1.3) y flazasulfuron (denominado compuesto B1.14). (Ver tabla 4). El efecto sinérgico de la mezcla no ha sido eficazmente probado dado que el iodosulfuron metilo no se ha sometido al ensayo de eficacia de forma aislada sino mezclado con diflufenican.

Por lo tanto, a la vista del documento citado la reivindicación 1 de la presente invención carece de novedad y de actividad inventiva. (Art. 6.1 y 8.1 LP).

Por otro lado, la selección de las proporciones específicas de los componentes de la mezcla en ausencia de un efecto técnico sorprendente o mejorado frente al estado de la técnica no puede ser considerada inventiva y, por consiguiente, las reivindicaciones dependientes 2 a 7 de la presente solicitud carecen de actividad inventiva. (Art. 8.1 LP).