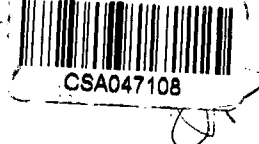


Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA



Organización y
Digitalización CSA Ltda



Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

PCT

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

01-144388

21. EXPEDIENTE No.

54. TÍTULO

METODO PARA MODULAR LA TASA DE LIBERACION DE INGREDIENTES ACTIVOS
MICROENCAPSULADOS

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

A01N 25/28

71. SOLICITANTE

SIPCAM S.p.A. y ENDURA S.p.A.

DOMICILIO

Milán, Italia - Bologna, Italia

74. APODERADO

LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE

22. BOGOTÁ, D.C.,

17 DIC. 2009

(FORMA P-10)

Titulo, Cons. No para Exce. Cap 10 II
28-01-2010



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. 09 144.388

54. TÍTULO METODO PARA MODULAR LA TASA DE LIBERACION DE INGREDIENTES ACTIVOS
MICROENCAPSULADOS USADO PARA LA PROTECCION DE CULTIVOS

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL A01N 25/28

71. SOLICITANTE SIPCAM S.p.A y ENDURA S.p.A

DOMICILIO Milán, Italia - Bologna, Italia

74. APODERADO LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE

22. BOGOTÁ, D.C.,

PETITORIO



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-144388- -00000-0000

Fecha: 2009-12-17 11:16:50 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYI Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 60

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

1

SOLICITUD DE:

☒ X

Patente de Invención



Patente de Modelo de Utilidad

☒ X

Capítulo I



Capítulo II

(Folio 75)

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: SIPCAM S.p.A. y ENDURA S.p.A.

(Folio 65)

Dirección: Via Carroccio, 8 - Viale Pietramellara
5

Nacionalidad o domicilio: Milán, Italia - Bologna,
Italia

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

3

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE

Dirección: Carrera 13 No. 37-43 Piso 12

Teléfono: 285 74 60 Fax: 285 92 67

E-mail info@castillograu.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ X NIT ☐

C.E. ☐ OTRO ☐

Cual _____

Número 79.397.879 de TP 68.995 del
Bogotá C.S.J.

4

INVENTOR(ES)
(72)

Nombre: Carlota GOBBI - Lucio BASSETTI - Valerio BORZATTA - Marco BERNARDINI -
Francesca BORGIO - Luigi CAPUZZI

Dirección: Via Ravegnana 42 - Via Torri 321 - Via Belletini 20 - Via Albaron 16 - Viale Rimem-
branze 21 - Via della Noce 63

Nacionalidad o Domicilio: Ravenna - Ravenna - Bologna - Casalpusterlengo - Lainate -
Novara (Italia)

5

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/EP2008/005271

Fecha: 27/06/2008

Publicación Internacional No. WO 2009/000545 A2

Fecha: 31/12/2008

6

Título (54)

METODO PARA MODULAR LA TASA DE LIBERACION DE INGREDIENTES ACTIVOS
MICROENCAPSULADOS

(Folio 75)

7

Clasificación Internacional (51)

A01N 25/28

25/04; 25/30; 33/18; 33/22; 33/16

8

Prioridad

Si



No



(33) País de origen

ITALIA

(32) Fecha

28.06.2007

(31) Número de Solicitud

MI2007A001289

9

Comprobante de pago N°:

94382

Fecha:

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

1917-18-19

1917-18-19

1917-18-19

1917-18-19

1917-18-19



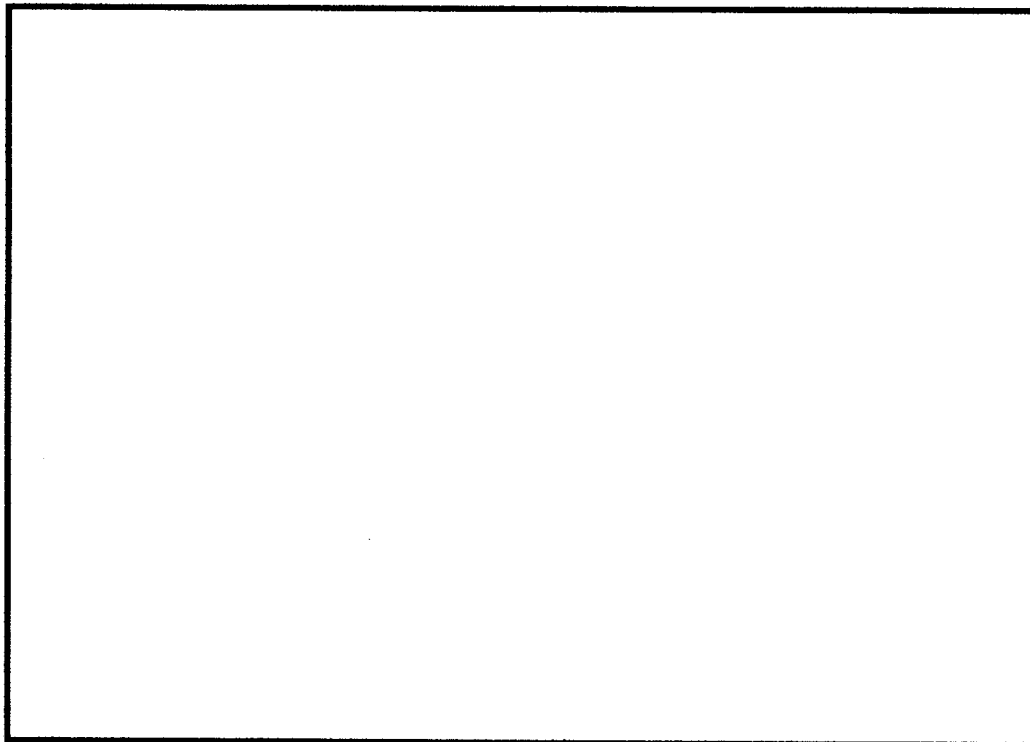
10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso **Sipcam S.p.A.**
- ☒ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☐ Documento de Cesión del inventor al solicitante o a su acusante
- ☐ Declaraciones
- ☐ Copia de la solicitud Internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito de material biológico.
- ☐ Arte final 12 x 12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ Otros

11

FIGURA CARACTERISTICA



12

Solicito la concesión de patente,

NOMBRE: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONEFIRMA: C.C. 79397.879
de BogotáT.P. 68.995
del C.S.J.

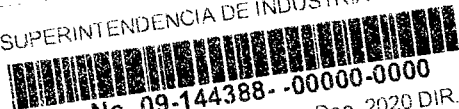
Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 74.382
FECHA : DICIEMBRE 15 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-144388-00000-0000

Fecha: 2009-12-17 11:16:50 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 60

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CASTILLO BRAU Y ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	307662596	15/12/2009	6,073,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	540,000.00
	TOTAL :	540,000.00

SON: QUINIENTOS CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Castillo Grau & Associates

LAW OFFICES
P.O. BOX 251473
BOGOTA, COLOMBIA

FOR PATENTS AND TRADE MARKS IN

COLOMBIA

PODER GENERAL

GENERAL POWER OF ATTORNEY

(1) SIPCAM S.p.A.

(1) SIPCAM S.p.A.

domicilio en (2) Via Carrocio 8 - MILANO, Italia.

domiciled in (2) Via Carrocio 8 - MILANO, Italy

nombramos al Dr. (3) German Castillo Grau y/o Adriana Castillo Gibsone y/o Luis Felipe Castillo Gibsone.

hereby appoint Dr. (3) German Castillo Grau and/or Adriana Castillo Gibsone and/or Luis Felipe Castillo Gibsone

con oficinas en la Carrera 13 No. 37 -43 Piso 12 en Bogotá, Colombia como sus representantes con poder especial amplio y suficiente, para recabar de las oficinas y autoridades Colombianas, administrativas, judiciales o de policía, en primera o segunda instancia, la obtención de Patentes de Invención, Registro de Marcas, de Modelos y de Dibujos Industriales, de Nombres Comerciales y Enseñas, lo mismo que trasposos, extensiones, renovaciones, cambios de nombre, registro de licencias de explotación y registro de licencias de uso referentes a tales actuaciones, a cuyo efecto les faculta para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado, elevar solicitudes, formular descripciones, enmiendas, protestas, declaraciones, apelaciones y reclamos, solicitar la aplicación de medidas cautelares, aceptar en nuestro nombre y representación la Cesión de derechos de invención y de patente de invención que se nos haga por cualquier persona, abonar todos los impuestos, cuotas y pagos determinados por la ley, recibir todos los documentos y valores dando el descargo respectivo, llenar cualesquiera otros requisitos, desistir y tomar en fin todas las medidas que creyeren conducentes al resguardo de nuestros intereses y en caso de presentarse oposiciones para que intervengan como demandantes o como demandados, con todas las demás facultades legales necesarias. Este poder comprende además las facultades de recibir, desistir, transigir, comprometer, sustituir, revocar sustituciones, recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extra-judiciales.

offices at Carrera 13 No. 37 -43 Piso 12 en Bogotá, Colombia as our representatives with special, ample and sufficient power to obtain from the offices and Colombian authorities, administrative, judicial and police, in first or in second instance, Patents of Invention, registration of trade Marks, of Models and Industrial Drawings, of Commercial Names and ensigns, as well as assignments, extensions, renewals, changes of name, registration of licences of exploitation and of licences of use referring to said actions who are empowered to take before said authorities all of the necessary steps for the purposes indicated, to file applications, to formulate descriptions, corrections, protests, declarations, appeals and claims, apply for precautionary measures, to accept on our behalf and representation the assignment of rights of invention and titles of invention that may be done to us by any person, to pay all taxes, quotas and payments prescribed by law, to receive all the documents and proceeds giving the respective acquittance or receipt; to fulfill any other requisites to desist and take in fact any other measures that may be deemed conducive to the safeguard of our interests, and in case oppositions are presented to intervene as complainant and defendant, with all necessary legal faculties. This power of attorney includes the faculties to receive, desist, compromise, transact, substitute it in all or in part, to revoke substitutions, to receive notifications and to appoint extra-judicial or judicial attorneys.

Dado y firmado en (4)

Given and signed in (4)

(5) Giovanni Affaba - Managing Director

Corporate Seal to be affixed SIPCAM S.p.A.

La declaración Notarial a la vuelta.
Notarial acknowledgement on other side.

DECLARACION NOTARIAL

(Individual)

A los. días del mes. de 19.
comparecí. personalmente ante mí, No-
tario Público.

a quien(es) doy fé de conocer y me consta que
es (son) la(s) persona(s) descritas y fir-
mante(s) del documento que precede, decla-
rando ante mí que otorga(n) el mismo para los
fines y propósitos que en él se expresan.

El Notario Público,

NOTARIAL CERTIFICATE

(Individual)

On this. day of. 19. personally
appeared before me, a Notary Public

to me known, and known to me be the
person(s) described in and who executed the
foregoing document, and he (they) duly ack-
nowledged to me that he (they) executed same
for the uses and purposes therein expressed.

Notary Public

(Sociedades)

El infrascrito Notario Certifica: que la firma
que antecede y dice.

GIOVANNI AFFABA

es auténtica; que el signatario desempeña
actualmente el cargo de Director Ejecutivo

SIPCAM S.p.A.

de

que tiene facultad para otorgar este poder; y
que dicha compañía está domiciliada en

Milano, Via Carroccio 8

y actualmete existe y está organizada de
acuerdo a las leyes de

Italia

Todos los hechos anteriores le constan por
haber examinado los documentos respectivos
y de todo ello da fé.

Dado y firmado en



(Con legalización Consular)

(Corporations)

The undersigned Notary Public certifies; that
the preceding signature reading

GIOVANNI AFFABA

is authentic; that the signor at present fills the
post of . Managing Director

of . . . SIPCAM S.p.A.

and that he is empowered to grant this power;
and that said company is domiciled in

Milano, Via Carroccio 8

and actually exists and is organized in accor-
dance with the laws of . . Italy

all the foregoing facts are known to the No-
tary due to his having examined the respetive
documents to which he, the Notary attests

Granted and signed in

Notary Public

(With Consular legalization)

PER BREVETTI E MARCHI IN

COLOMBIA

PROCURA GENERALE

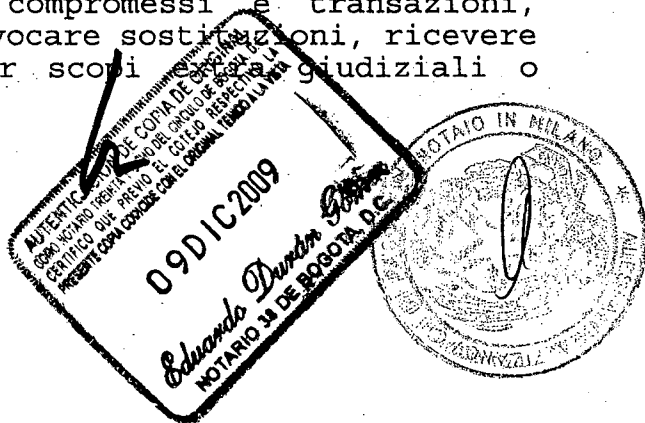
S I P C A M S.p.A.

domiciliata in MILANO, Via Carroccio 8

nomina con la presente Dr. German Castillo Grau e/o Adriana Castillo Gibsone e/o Luis Felipe Castillo Gibson con uffici situati in Carrera 13 No. 37-43 piano 12 - Bogotá, Colombia suoi rappresentanti con la facoltà speciale ampia e sufficiente ad ottenere dagli uffici e dalle autorità Colombiane, amministrative, giudiziarie e di polizia, in prima o seconda istanza, brevetti di invenzione, registrazione di marchi, di modelli e disegni industriali, di nomi commerciali ed insegne, come pure cessioni, estinzioni, rinnovi, cambiamenti di nome, registrazione di licenze di sfruttamento e di licenze di uso riferentesi a quanto sopra, dando facoltà di compiere di fronte a dette autorità tutti i passi necessari per gli scopi indicati, depositare domande, presentare descrizioni, correzioni, proteste, dichiarazioni, appelli e reclami, richiedere l'applicazione di misure precauzionali, di accettare in sua vece e rappresentanza la cessione di diritti di invenzione e titoli di invenzione che possa essergli fatta da qualunque persona, di pagare tutte le tasse, quote e pagamenti prescritti dalla legge, di ricevere tutti i documenti e titoli e di accusarne ricevuta, di compiere quanto altro necessario, rinunciare e compiere in fatto ogni altra azione che sia giudicata necessaria per la salvaguardia dei nostri interessi, e qualora vengano presentate opposizioni interpersi come attore e convenuto, con tutte le facoltà legalmente richieste. Questa procura comprende le facoltà di accettare, rinunciare, ottenere compromessi e transazioni, sostituire in tutto o in parte, revocare sostituzioni, ricevere notifiche e nominare avvocati per scopi giudiziari o giudiziali.

Fatto e firmato a

Giovanni Affab



6

Autentica Notarile

Il sottoscritto Notaio attesta che la firma che precede

GIOVANNI AFFABA

è autentica, che il firmatario ha attualmente la carica di
Amministratore Delegato

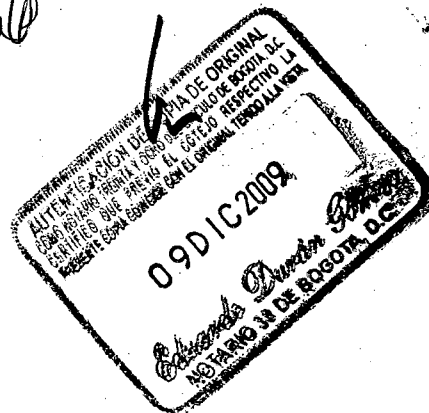
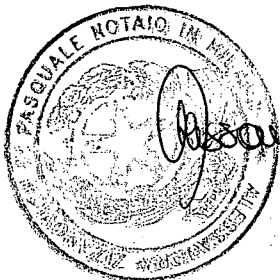
della SIPCAM S.P.A.

che è autorizzato a rilasciare la presente procura e che la detta
società è domiciliata a Milano, Via Carroccio 8

e attualmente esiste ed è costituita conformemente alle leggi
italiane.

Tutti i fatti di cui sopra sono noti al Notaio per avere
esaminato i rispettivi documenti e di tutto egli fa fede.

Fatto e sottoscritto a Milano Corso Magenta n.2, il 6 settembre 2005



10826

AGOSTINELLI

[Convention de la Haye du 5 octobre 1961]

1. Paese

ITALIA

Il presente atto pubblico

2.

è stato sottoscritto da

3.

agente in qualità di

4.

è segnato del suo disegno/timbro

Attestato

5.

a MILANO

6.

il

10 SET. 2005

7.

dall'ufficio del pubblico ministero

8.

sotto il numero

9.

contressino/timbro

Adalberto

La Sala...
...
...



X

TRADUCCIÓN OFICIAL DEL ITALIANO AL ESPAÑOL DE DOCUMENTO:
PODER GENERAL DE SIPCAM SPA. AL DR. GERMÁN CASTILLO GRAU Y/O
ADRIANA CASTILLO GIBSONE Y/O LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE.

Primera página:

Texto del Poder general en dos columnas, redactado en español e inglés.

Dos sellos circulares: Alessandra Zizanovich – Notaria en Milán. Firma ilegible.

Dos estampillas oficiales.

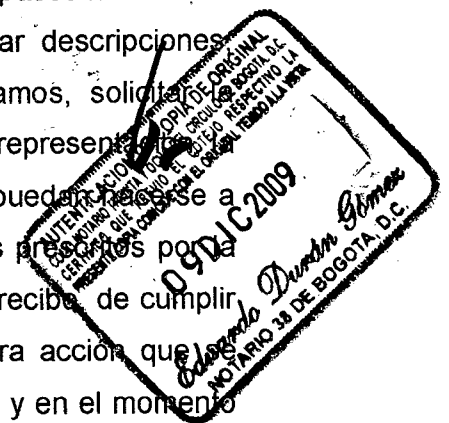
Segunda página:

PODER GENERAL PARA PATENTES Y MARCAS EN COLOMBIA.

SIPCAM S.P.A.

Domiciliada en Milán, Via Carroccio 8,

Con la presente nombra al Dr. Germán Castillo Grau y/o Adriana Castillo Gibsone y/o Luis Felipe Castillo Gibsone, con oficina ubicada en la Carrera 13 No. 37-43, piso 12, Bogotá – Colombia, como sus representantes, con las facultades especiales, amplias y suficientes, para obtener de las oficinas y las autoridades colombianas, administrativas, judiciales y de policía, en primera o segunda instancia, patentes de invención, registro de marcas, de modelos y de diseños industriales, con nombres e insignias comerciales, así como cesiones, extinciones, renovaciones, cambios de nombre, registro de licencias de aprovechamiento y de licencias de uso referidas a lo anterior, dándoles facultades para cumplir frente a dichas autoridades todos los pasos necesarios para los objetivos indicados, depositar demandas, presentar descripciones, correcciones, protestas, declaraciones, apelaciones y reclamos, solicitar aplicación de medidas preventivas, de aceptar a su vez en la representación, cesión de derechos de invención y títulos de invención que puedan cesarse a cualquier persona, de pagar todas las tasas, cuotas y pagos por honorarios por ley, de recibir todos los documentos y títulos y de acusar su recibo de cumplir con lo que sea necesario, renunciar y cumplir cualquier otra acción que juzgue necesaria para la salvaguardia de nuestros intereses, y en el momento en que se presenten oposiciones interpuestas como demandante y demandado, con todas las facultades legalmente solicitadas. Este poder comprende las facultades de aceptar, renunciar, obtener compromisos y



Sandra Cardona Mejía

SANDRA PATRICIA CARDONA MEJIA
TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION No. 0368 MINJUSTICIA 1997

CARDONA MEJIA
INTERPRETE OFICIAL
168 MINJUSTIA 1997

8

transacciones, sustituir en todo o en parte, revocar sustituciones, recibir notificaciones y nombrar abogados para fines extrajudiciales o judiciales.

Suscrito y firmado

Firma ilegible.

Sello circular: Alessandra Zizanovich – Notaria en Milán. Firma ilegible.

Tercera página:

AUTENTICACIÓN NOTARIAL

El suscrito Notario certifica que la firma anterior de GIOVANNI AFFABA, es auténtica, quién actualmente ejerce el cargo de Administrador Delegado de la SIPCAM S.P.A.,

Que está autorizado para expedir el presente poder y que dicha sociedad tiene domicilio en Milán, Via Carroccio 8, y que actualmente existe y se encuentra constituida conforme con las leyes italianas.

Todos los hechos mencionados anteriormente le constan al Notario por haber examinado los documentos respectivos, y da fe de todo ello.

Suscrito en Milán, Corso Magenta No. 2, el 6 de septiembre de 2005.

Sello circular: Alessandra Zizanovich – Notaria en Milán. Firma ilegible.

Cuarta página:

“APOSTILLE”

(Convención de la Haya del 5 de octubre de 1961)

1. PAIS: ITALIA

El presente acto público

2. Ha sido transcrito por el Señor: A. Zizanovich

3. Agente en calidad de: Notario en Milán

4. Tiene el sello /timbre de: Sello notarial

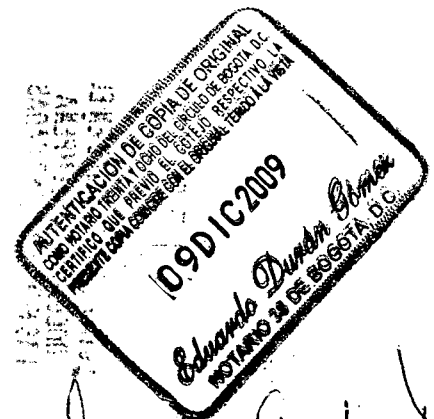
CERTIFICADO

5. En Milán

6. El 16 de septiembre de 2005

7 Por: La oficina del Ministerio Público.

8. Con el número: 10826 AP.



Sandra Patricia Cardona Mejia
SANDRA PATRICIA CARDONA MEJIA
TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION No. 0068 MINJUSTIA 1997

SANDRA PATRICIA C
TRADUCTORA E INTERPRETE
RESOLUCION No. 0368

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2005 OCT 19 P 12:23

JEFE DE ASISTENTES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

170475
Candrea G. Gons

COPIA DE ORIGINAL
RECEBIDA EN EL
DEPARTAMENTO DE
NOTARIAL
0901C2089
Eduardo Duran Gomez
NOTARIO 38 DE BOGOTA, D.C.

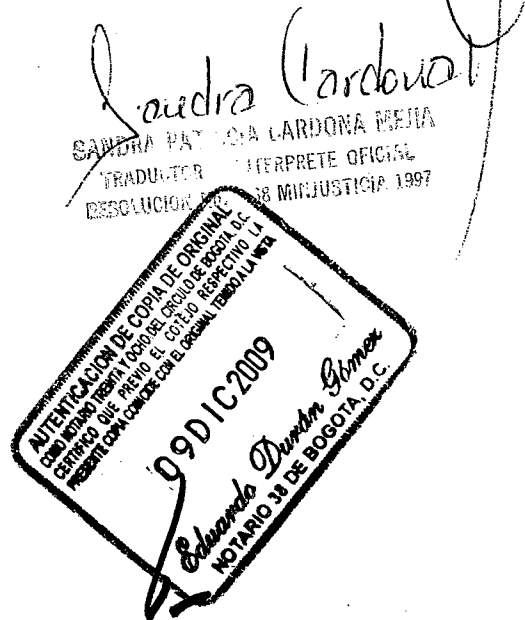
CARDONA MEJIA
INTERPRETE OFICIAL
MINISTERIO DE JUSTICIA 1997

9. Sello /timbre: Sello de Estado

10. Firma: El Procurador sustituto de la República, Doctora Ada Rizzi
Firma ilegible.

Sello circular de la Procuraduría de la República.- Tribunal Ordinario de
Milán.

FIN DEL DOCUMENTO



UN MÉTODO PARA MODULAR LA TASA DE LIBERACIÓN DE INGREDIENTES ACTIVOS MICROENCAPSULADOS

La presente invención se refiere a un método para modular la tasa de liberación de ingredientes activos (i.a.) microencapsulados y composiciones de los mismos.

Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para liberar ingredientes activos agrofarmacéuticos.

Los sistemas de principios activos con liberación controlada son ampliamente difundidos en varias aplicaciones, en particular en agricultura. En este campo, se requiere especialmente reducir la cantidad de sustancia activa usada y, en el caso específico, de principios activos volátiles, es decir, del producto liberado al aire. Estos sistemas de liberación controlada también permiten un perfil ecotoxicológico mejorado y un blanqueamiento reducido de los principios activos en el lecho del agua. Este último es un fenómeno típico de las formulaciones líquidas, por ejemplo, emulsiones concentradas y suspensiones.

Sobre esta base, las formulaciones que comprenden microcápsulas y microesferas son más y más difundidas.

Se han desarrollado numerosas técnicas de encapsulamiento y composiciones microencapsuladas para aplicaciones en diferentes campos, como por ejemplo, en la industria farmacéutica, artes gráficas, etc.

En agricultura, las composiciones microencapsuladas son formadas en su mayoría por microcápsulas de poliúrea obtenidas por polimerización interfacial de un isocianato aromático adecuado junto con las diaminas apropiadas. Las diaminas también pueden producirse *in situ* por hidrólisis parcial del isocianato. Ver por ejemplo, USP 4,280,833, USP 4,643,764. En estas composiciones, la liberación del ingrediente activo de la cápsula tiene lugar mediante la difusión del ingrediente activo (i.a.) a través de las cáscaras de la cápsula o por la ruptura de la cápsula. Con el fin de modificar la liberación del ingrediente activo se requiere modificar el espesor de la cáscara y/o la porosidad y/o tamaños de la cápsula. Estos métodos muestran los siguientes inconvenientes. Las cáscaras delgadas de la cápsula se pueden romper, por ejemplo por motivos mecánicos, causando la liberación completa y repentina del principio activo de la cápsula. Las cáscaras delgadas y/o demasiado porosas no garantizan un aislamiento eficiente del principio activo del medio donde se suspenden las cápsulas. Esto lleva a una alta

11

probabilidad de cristalización del i.a.. de modo que pueden surgir numerosos problemas durante el uso y el inconveniente es que se requiere detener la aplicación para la limpieza de los equipos y boquillas de aspersión.

Por lo tanto, estas formulaciones microencapsuladas son comparables con emulsiones estabilizadas contra coalescencia y cuando son asperjadas, demuestran un perfil de liberación tan rápido que se compara con un líquido emulsificable convencional.

Si se aumenta el espesor de la cáscara con el fin de retardar la liberación del i.a.. de las cápsulas, eso es insignificante y por lo tanto no se observa ninguna eficacia del activo.

Una variación del tamaño de la microcápsula para modificar la liberación del ingrediente activo de la cápsula tiene los mismos inconvenientes que se indican arriba para la variación del espesor. Dichos métodos no permiten cambiar el perfil de la liberación una vez se haya formado la cápsula. Por lo tanto, es imposible la modulación de la liberación del principio activo.

Otro método conocido para controlar la tasa de liberación de los ingredientes activos como por ejemplo insecticidas y fungicidas encapsulados, consiste en incorporar un fluido adecuado dentro de la microcápsula. Un ejemplo es el método conocido como Mobisolv y descrito en *"Modification of release rate of encapsulated I.A.. through fluid selection"*, por R.A. Verbelen y S. Lemoine en *"Pesticide Formulations and application system"*, vol. 19, página 65. En este caso también, la liberación no se puede modular una vez esté formada la microcápsula. En realidad, una vez se haya fijado el espesor, la porosidad y la composición de la microcápsula, ya no es posible modular la tasa de liberación del ingrediente activo con el fin de cambiar el perfil de tasa de la misma.

Otro método para controlar la liberación de los ingredientes activos en el campo agroquímico es usar polímeros de la cáscara de la cápsula cuya permeabilidad pueda variarse por la temperatura de utilización de la microcápsula, según se describe, por ejemplo, en USP 5,120,349. Este método muestra varios inconvenientes puesto que el número de polímeros que se dice son característicos es más bien limitado y el mecanismo de liberación depende de parámetros difícilmente controlables. Debido a que la liberación del activo depende de la temperatura de uso y de la permeabilidad del polímero, la regulación de la liberación resulta en una operación compleja y difícil de llevarse a cabo a nivel industrial.

Otro método conocido en la técnica anterior se describe en USP 6,544,540 en donde el control de la liberación del ingrediente activo de las cápsulas tiene lugar usando, como material que forma la cápsula, un polímero susceptible de ruptura en ambiente alcalino como el del tracto digestivo de algunos artrópodos. Sin embargo, este método se limita solo a insecticidas efectivos por deglución. En otros casos, el método no es usable.

En términos generales, los procedimientos de microencapsulamiento que se describen arriba son adecuados para producir liberaciones muy rápidas o muy lentas y sin embargo, no son modificables. Una vez se haya fijado el espesor, el ancho, la porosidad (o permeabilidad) y la composición de la microcápsula, ya no será posible modular la tasa de liberación del ingrediente activo con el fin de cambiar el perfil de eficacia del mismo teniendo en cuenta la aplicación final.

Este requisito es altamente deseable, en particular por los usuarios finales ya que se requiere modificar el perfil de liberación de un principio activo microencapsulado dependiendo de la aplicación. Por ejemplo, un herbicida que vaya a usarse en la pre-siembra o en aplicaciones de pre-emergencia al suelo, típicamente requiere una liberación lenta. Por el contrario, se requiere una liberación rápida en caso de aplicaciones post-emergencia a la hoja. También, en el campo de insecticidas se siente la necesidad de tener composiciones insecticidas que tengan una liberación que pueda ser modulada, puesto que por ejemplo, en aplicaciones contra insectos de tierra, la liberación debe ser lenta, mientras que para aplicaciones en hoja la liberación del mismo insecticida debe ser rápida.

En la técnica anterior para obtener una combinación de efectos (liberación inmediata y retardada), para efecto inmediato se usa un principio activo libre (no encapsulado), en suspensión o en emulsión, y un principio activo encapsulado para el efecto retardado. Ver por ejemplo, USP 5,223,477 y USP 5,049,182 que describen formulaciones de dobles empaques o mezclas de microcápsulas con dispersiones o emulsiones, de ingredientes activos. Estos sistemas no muestran ninguna modulación de la liberación del ingrediente activo.

Estos sistemas también pueden usarse sustituyendo el principio activo libre con un modificador de efecto libre, por ejemplo un antídoto en el caso de herbicidas, o con un agente sinergizante en el caso de insecticidas. Ver por ejemplo las formulaciones que se describen en WO 2006/111,553 y WO 2006/111,839. También en este caso, una vez se haya preparado la formulación,

no será posible cambiar la tasa de liberación del principio activo de la microcápsula.

Otro método conocido en la técnica anterior para cambiar la tasa de liberación de un ingrediente activo microencapsulado ofrece el uso de sustancias ácidas capaces de romper los polímeros que constituyen las cápsulas según se reporta en WO 00/05,952. El inconveniente de este método reside en la ruptura completa de las cápsulas lo cual da una liberación inmediata del ingrediente activo. Otro inconveniente es que no es posible tener una liberación gradual y por lo tanto, tener una liberación que pueda ser modulada.

Se sintió entonces la necesidad de contar con un método para modificar la tasa de liberación de ingredientes activos microencapsulados y su eficacia biológica regulando la liberación dependiendo del tipo de aplicación.

El Solicitante ha encontrado en forma inesperada y sorprendente un método capaz de resolver el anterior problema técnico.

Un objeto de la presente invención es un método para modular la tasa de liberación de ingredientes activos (i.a.) microencapsulados, que comprende los siguientes pasos:

- (I) preparación de una suspensión acuosa (A) que comprende microcápsulas de al menos un ingrediente activo,
- (II) preparación de un líquido emulsificable en agua, componente (B), que comprende un solvente del ingrediente activo y al menos un surfactante,
- (III) agua, componente (C) para diluir el ingrediente activo a la tasa de aplicación,

y mezclar (A), (B) y (C).

Con el método de la invención, la tasa de liberación de un ingrediente activo de la microcápsula de una suspensión (A) se cambia agregando el componente (B). Realmente, la tasa de liberación del i.a. se modifica cambiando la relación (por peso) solvente del componente (B) i.a. del componente (A). De hecho, al aumentar esta relación se aumenta la tasa de liberación del i.a.

Una realización de la invención se representa por la adición de (A) a (B) o viceversa, y la subsiguiente adición de agua del paso (III). El agua del paso (III)

14
puede agregarse al componente (A) sola y/o al componente (B) solo antes de mezclar los tres componentes.

Se ha encontrado de manera sorprendente e inesperada que con el método de la presente invención, la tasa de liberación del ingrediente activo microencapsulado depende del tipo y de la cantidad del solvente del paso (II).

Para modular la tasa de liberación del ingrediente activo de las microcápsulas de las composiciones de la invención, es suficiente cambiar la relación solvente de componente (B)/ingrediente activo del componente (A). Esto puede hacerse además agregando el componente (B) a las composiciones (A)+(B)+(C).

La mezcla de (A)+(B) puede ser en forma de suspensión-emulsión acuosa, es decir, una suspensión del ingrediente activo en forma micronizada en una emulsión. Por lo general, estas mezclas muestran buena estabilidad.

La mezcla de (A)+(B) también puede ser en la forma de suspensión-emulsión acuosa, es decir, una suspensión del ingrediente activo en forma micronizada en una dispersión. Otra realización de las mezclas (A)+(B) puede ser una suspensión-emulsión acuosa, es decir, una suspensión del ingrediente activo en forma micronizada en una microemulsión. La persona versada en este campo puede preparar fácilmente emulsiones, dispersiones, microemulsiones de dichas suspensiones haciendo uso de sus conocimientos generales. Normalmente, para obtener estas varias realizaciones preferiblemente se usa más de un surfactante.

En el paso (II), el componente (B) también puede ser en la forma de una emulsión acuosa.

La relación entre el solvente en el componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) se selecciona sobre la base de la tasa de liberación deseada del ingrediente activo. Como ya se dijo, entre más grande sea esta relación, más alta será la tasa de liberación del ingrediente activo; las demás condiciones son las mismas. Estas últimas son por ejemplo, la composición del Componente (A), el espesor, la porosidad de las cápsulas y la concentración de ingrediente activo.

Por lo tanto, es posible obtener formulaciones que tengan tiempos/tasas de liberación de los ingredientes activos que puedan regularse dependiendo de la cantidad de solvente del componente (B).

Preferiblemente, dicha relación (por peso) comprende generalmente entre 0,1/1 y 40/1, preferiblemente 0,2/1 y 30/1, más preferiblemente 0,5/1 y 20/1.

La elección del solvente depende principalmente de la naturaleza del ingrediente activo y del material polimérico que forme la cápsula. Preferiblemente, el solvente es seleccionado entre los que no contengan anillos heterocíclicos con al menos un átomo de oxígeno, los que demuestren una actividad agroquímica con una eficacia menor del 70% en especies objetivo, en particular como actividad insecticida y/o herbicida y/o acaricida y/o fungicida.

Preferiblemente, los solventes de la presente invención son seleccionados de los que tengan las siguientes características:

- capacidad de solubilizar el ingrediente activo a temperatura ambiente (25°C) por al menos 5% peso/peso, preferiblemente 10%, más preferiblemente al menos 20%
- inercia con respecto a las cáscaras de la cápsula, por ejemplo que no causen ruptura o hinchazón de la cápsula,
- sustancial miscibilidad con agua.

Generalmente, la inercia con respecto a las cáscaras de la cápsula se estima según la siguiente prueba: se deja que el solvente entre en contacto con el principio activo encapsulado durante 48 horas a temperatura ambiente (25°C): no se debe presentar demasiada ruptura ni hinchazón.

Por lo general, el solvente no es muy volátil, por ejemplo, volatilidad < 0,10 según ASTM D3539 (butilacetato = 1); o volatilidad > 100 según DIN 53170, siendo etil éter = 1.

Como solventes, se pueden mencionar los siguientes:

- alquilbencenos C₉-C₂₀, preferiblemente C₁₀-C₁₆, y sus mezclas, en donde el alquilo puede ser lineal o ramificado. Por ejemplo Solvesso® 150, Solvesso® 200, Solvesso® 150 ND, Solvesso® 200 ND, preferiblemente en las versiones libres de residuos de naftaleno se pueden mencionar Solvesso® 150 ND, Solvesso® ND;
- alquil ésteres C₁-C₄ de ácidos dicarboxílicos C₃-C₁₄, como por ejemplo dimetil glutarato, dimetil succinato, dimetil adipato, dimetil sebacato, diisopropil miristato o sus mezclas, preferiblemente DBE (una mezcla que contiene 55-65% peso/peso de dimetil glutarato, 15-25% de dimetil succinato y 10-25% de dimetil adipato);

- 16
- alquil ésteres C_3-C_{10} de ácidos carboxílicos C_3-C_{10} o hidroxiácidos, como por ejemplo Purasolv® EHL (etilhexil lactato);
 - metil ésteres de ácidos grasos $C_{12}-C_{22}$ saturados o insaturados o sus mezclas, preferiblemente ácido oléico y ácido linoléico o sus mezclas, por ejemplo biodiesel;
 - alquil ésteres C_7-C_9 de ácido acético, por ejemplo heptilacetato (Exxate® 700, Exxate® 900)

Estas clases de solventes son particularmente apropiadas en caso de cápsulas de poliúrea, poliamida, o poliuretano.

El líquido emulsificable, componente (B), es una mezcla, preferiblemente homogénea, que comprende el solvente para al menos 50% peso/peso, preferiblemente al menos 70%, aún más preferiblemente para al menos 80%, y surfactantes no iónicos para las partes restantes a 100, preferiblemente en mezcla con surfactantes aniónicos.

Ejemplos de surfactantes no iónicos son alquilarilfenoles, preferiblemente etoxilados, como por ejemplo tristirilfenoles etoxilados, alcoholes grasos etoxilados, aceite de castor etoxilado, oleato de sorbitan etoxilado, en donde las unidades etoxiladas pueden ser de 1 a 60, preferiblemente de 5 a 40.

Como ejemplos de surfactantes aniónicos, sulfonatos, sulfosuccinatos, etc. en particular, dodecylbencenosulfonatos, por ejemplo Geronol® 60 BE; o dioctilsulfosuccinato, preferiblemente como sales, por ejemplo sales Ca, Na o sales aminas.

La liberación del ingrediente activo comienza cuando se aplica la formulación. La tasa de liberación del ingrediente activo se determina por el método que se reporta en la caracterización.

Tasa de aplicación del ingrediente activo de las composiciones de la invención significa una cantidad agronómicamente efectiva de ingrediente activo diluido en agua. Por lo general, la cantidad de agua oscila entre 50 y 2.000 l/ha dependiendo del equipo que se utilice para la aplicación; en caso de insecticidas, preferiblemente entre 600 y 1.200 l/ha; en el caso de herbicidas, preferiblemente entre 200 y 600 l/ha.

Generalmente, las suspensiones (A) contienen microcápsulas suspendidas en agua con una concentración de ingrediente activo que oscila de 1% a 60% peso/peso, preferiblemente 2,5% a 55%, más preferiblemente de 5% a 45%

Las suspensiones (A) del paso (I) pueden prepararse de acuerdo con técnicas conocidas o que estén disponibles comercialmente. Usualmente comprenden microcápsulas poliméricas con un diámetro promedio de 1 a 30 micrones, preferiblemente de 2 a 20 micrones. Las microcápsulas comprenden un núcleo de al menos un ingrediente activo y una cáscara de material polimérico.

La cáscara está formada de una membrana polimérica insoluble en agua obtenible generalmente por polimerización interfacial *in situ*. Preferiblemente, los polímeros son los que se obtienen por policondensación. Se pueden mencionar poliamidas, poliésteres, poliuretanos, poliúreas, más preferiblemente poliureas.

Típicamente el ingrediente activo es un producto de protección de cultivos y puede seleccionarse de herbicidas, acaricidas, insecticidas, fungicidas, biocidas, plantas y reguladores del crecimiento de insectos, antídotos.

Entre los herbicidas, se pueden mencionar aquellos que pertenezcan a las clases de dinitroanilinas, cloroacetamidas, carbamatos y difeniléteres. En particular se pueden mencionar:

- entre dinitroanilinas, por ejemplo, pendimetalina y trifluralina;
- entre cloroacetamidas, por ejemplo, alaclor, acetoclor, dimetenamida, metolaclor, petoxamida, pretilaclor;
- entre carbamatos, por ejemplo, molinatos, trialatos, EPTC;
- entre difeniléteres, por ejemplo, oxifluorfenó.

Otros herbicidas que se pueden usar son fluorocloridona, clomazona, diclobenil. Se prefiere particularmente oxifluorfenó.

Entre acaricidas, los de la clase METI, se puede mencionar como ejemplo, fenazaquin y piridabeno.

Entre insecticidas, se pueden mencionar los que pertenezcan a las clases de piretroides, neonicotinoides, carbamatos y organo-fosfatos. En particular, se pueden citar:

- 18
- entre piretroides, por ejemplo bifentrina, α -cipermetrina, cipermetrina, deltametrina, imiprotrina, λ -cihalotrina, praletrina, tetrametrina, preferiblemente bifentrina, α -cipermetrina, deltametrina y λ -cihalotrina;
 - entre los organofosfatos, por ejemplo, fosmet, clorpirifos, naled, fenitrothion;
 - entre neonicotinoides, por ejemplo, imidacloprid;
 - entre carbamatos, por ejemplo, carbosulfano, pirimicarb, aldicarb, tiodicarb, carbofurano y propoxur, preferiblemente, carbosulfano.

Entre los fungicidas, los de la clase imidazol, se pueden mencionar como por ejemplo imazalil, de la clase triazol, como por ejemplo tetraconazol, tebuconazol, propiconazol y los de la clase de anilino pirimidina, como por ejemplo pirimetanil.

Entre los reguladores de crecimiento, se puede mencionar piriproxifeno.

El ingrediente activo en las microcápsulas también puede ser en una mezcla con otro ingrediente activo de la misma clase o diferente.

Otros componentes del núcleo de la microcápsula son por ejemplo, solventes, modificadores de actividad, etc. Preferiblemente, los solventes son los que se describen previamente en el componente (B) o los que se contienen en las microcápsulas comerciales. Los modificadores de actividad son los que se describen a continuación.

Las suspensiones (A) pueden contener, además de las microcápsulas, otros componentes, como por ejemplo, dispersantes y excipientes como agentes espesantes, antiespuma, anticongelación, antimoho y modificadores de actividad, etc.

Entre los dispersantes se pueden mencionar lignisulfonatos, por ejemplo ligninsulfonatos sódicos, por ejemplo Reax® 100M, Reax® 88 B y Ultrazine® NA y ligninsulfonatos cálcicos, por ejemplo Borrement® CA, polímeros de bloque que contengan bloques de etilenóxido y/o propilenóxido, por ejemplo Pluronic® 10400, policarboxilatos, por ejemplo policarboxilatos sódicos, por ejemplo Geropon® TA 72.

Entre los espesantes, se puede mencionar goma de xantán (Rhodopol®); entre antiespumantes, compuestos de silicona, como por ejemplo Defomex® 1510; entre los anticongelantes, se pueden mencionar sales inorgánicas como nitrato de calcio, carbonato de sodio; como agentes anti-moho se pueden mencionar

triazinas sustituidas, como por ejemplo Amebact® C y benzoisotiazolinonas, como por ejemplo Proxel® GXL.

Modificadores de actividad significan compuestos capaces de modificar la actividad del ingrediente activo encapsulado. Se pueden mencionar, por ejemplo:

- "safener" (antídoto), por ejemplo furilazol, cloquintocet-mexilo, en el caso de herbicidas;
- agentes sinergizantes del ingrediente activo, como por ejemplo PBO (piperonilbutóxido), en particular en el caso de insecticidas y fungicidas, o en el caso de herbicidas;
- feromonas sexuales, caïromonas, en el caso de insecticidas.

Las suspensiones (A) que se utilizan en el método de la presente invención pueden prepararse de acuerdo con técnicas conocidas en la técnica anterior. Ver por ejemplo, solicitudes de patente WO 2006/111,553 y WO 2007/039,055.

El componente (B) se prepara, por ejemplo, mezclando el solvente con surfactantes, por ejemplo los que se describen en el componente (A), obteniendo un líquido emulsificable estable. Preferiblemente, los surfactantes son no catiónicos. El componente (B) es un líquido emulsificable en agua según la presente invención si, luego de ponerse en agua, forma una emulsión estable según el método CIPAC MT 36.

El componente (B) puede contener opcionalmente modificadores de actividad según se describe arriba.

Como ya se dijo, el método de la presente invención permite modificar la tasa de liberación de los ingredientes activos microencapsulados dependiendo de la aplicación final. Esto es útil ya que es posible cambiar el perfil de la eficacia biológica de la formulación inicial (A) por adiciones de solvente en la forma de emulsión acuosa o líquido emulsificable. Por lo tanto, con el método de la presente invención, la tasa de liberación de una formulación microencapsulada determinada es ajustable y fácilmente modificable mediante la adición del componente (B).

Como se dijo, los componentes (A), (B) y (C) pueden mezclarse de varias formas. Una consiste en agregar por separado el componente (B) y el componente (A) al componente (C). Preferiblemente, el componente (C) es mantenido bajo agitación, por ejemplo mediante una bomba de reciclado o un agitador. Preferiblemente, la agitación es lenta. Los componentes (A) y (B) pueden

agregarse al mismo tiempo o en secuencia. El orden de adición no es importante. Preferiblemente (C) se contiene en el equipo de aspersión del usuario final. En la mezcla final, la concentración del ingrediente activo corresponde a la tasa agronómicamente efectiva. Las composiciones de la invención (A)+(B)+(C) se definen como composiciones diluidas fáciles de usar. Las composiciones muestran una estabilidad suficiente de la aplicación. Generalmente, esta estabilidad es de entre 1 a 3 días.

Una segunda realización comprende agregar (B) a la suspensión (A), o viceversa, preferiblemente bajo agitación, más preferiblemente bajo agitación baja para evitar la ruptura de la microcápsula, por ejemplo por agitador de cuchillas, más preferiblemente con una tasa de rotación por debajo de 1.000 rpm. Según la presente, invención, la mezcla obtenida se considera no diluida. Esta composición (A)+(B) demuestra una alta estabilidad, de hecho pasa la prueba CIPAC MT 46. Esto corresponde a una estabilidad, a temperatura ambiente (25°C), de al menos 2 años. De hecho, las mezclas no diluidas (A)+(B) demuestran sustancialmente la misma estabilidad de las suspensiones (A).

La composición (A)+(B) es luego diluida por el usuario final con agua (adición del componente (C)) hasta la tasa de aplicación del ingrediente activo (dosis agronómicamente efectiva).

Como ya se dijo, estas composiciones (A)+(B)+(C) demuestran una liberación de modulación cuando se cambia la relación del solvente del componente (B)/ingrediente activo. Por ejemplo, si se aumenta la relación, se aumenta la liberación del ingrediente activo.

El Solicitante ha encontrado de manera sorprendente e inesperada que las mezclas no diluidas (A)+(B) no muestran ninguna liberación del ingrediente activo. Este hecho es inesperado y sorprendente debido a que el solvente está presente fuera de las microcápsulas. La liberación del ingrediente activo ocurre solo después de la distribución en el campo de la mezcla (A)+(B) diluida con (C).

Como ya se dijo, los componentes (A) y (B) están presentes en las composiciones no diluidas en cantidades tales para obtener el grado de liberación deseado cuando se agrega el componente (C). En esta composición (A)+(B), la relación del solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) se selecciona dependiendo de la tasa de liberación deseada. Al aumentar la relación del solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) aumenta la liberación del ingrediente activo.

En particular, las composiciones preferidas (A)+(B) son las siguientes:

(A) suspensión de microcápsulas en poliurea que comprende un herbicida, preferiblemente oxifluorfenol,

(B) una mezcla que contiene:

- 90% peso/peso de Solvesso® 200,
- 10% peso/peso de una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónicos, preferiblemente Geronol® FF6 y Geronol® FF475,

la relación por peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es entre 0,1:1 y 1:1, preferiblemente entre 0,2:1 y 0,8:1

En el caso de insecticidas, ejemplos de composiciones preferidas (A)+(B) son:

(A) suspensión de microcápsulas en poliurea que comprende un insecticida, preferiblemente λ -cihalotrina,

(B) una mezcla que contenga:

- 90% peso/peso de Solvesso® 200,
- 10% peso/peso de una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónicos, preferiblemente Geronol® FF6 y Geronol® FF475,

o una mezcla que contenga:

- 90% peso/peso de biodiesel, preferiblemente Phytobor® 926,65,
- 10% peso/peso de una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónicos, preferiblemente 1:1 mezcla de Geronol® TE 777 (mezcla de surfactante aniónico no aniónico) y Geronol® 60 BE (surfactante aniónico),

la relación por peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) está comprendido entre 0,2:1 y 6:1, preferiblemente 0,5:1 y 4:1, más preferiblemente 0,8:1 y 2:1

Las composiciones (A)+(B) también pueden comercializarse en contenedores separados y mezclarse cuando se desee.

Las composiciones diluidas a la dosis de aplicación del ingrediente activo de la invención están listas para usar como herbicidas, acaricidas, insecticidas, fungicidas, biocidas, reguladores del crecimiento, antídotos, etc.

Otro objeto de la presente invención es el uso de las composiciones de la invención en aplicaciones herbicidas, insecticidas, fungicidas que comprenden el uso de una composición (A)+(B) diluida con (C).

Típicamente, la aplicación de dichas composiciones está en el campo o en la planta.

Se ha encontrado de manera sorprendente e inesperada que las composiciones de la invención diluidas a la dosis de aplicación muestran una mejor eficacia biológica. De hecho, se ha encontrado que la adición del componente (B) permite aumentar la actividad biológica del ingrediente activo. En el caso de herbicidas, esto implica un aumento de la actividad biológica en post-emergencia, es decir cuando ya han emergido las malezas y el cultivo.

En el caso de insecticidas, reguladores del crecimiento, fungicidas, herbicidas, la modulación de la liberación del ingrediente activo implica una actividad biológica mejorada dependiendo de la aplicación y/o del nivel de las características del patógeno.

Por lo tanto, la composición de la invención puede usarse exitosamente para evitar fenómenos de resistencia.

Los siguientes son algunos ejemplos ilustrativos, más no limitantes de la presente invención.

EJEMPLOS

CARACTERIZACIÓN

Método para la determinación cinética analítica de la liberación del ingrediente activo de las microcápsulas.

El método consiste en colocar una cantidad conocida de una formulación, previamente diluida en agua hasta la dosis de aplicación, sobre láminas de Teflón y en la medida del ingrediente activo fuera de la microcápsula, a un tiempo predeterminado (1, 2, 4, 6, 18, 28 horas) extrayendo cada vez el ingrediente activo liberado de las cápsulas con un solvente de extracción adecuado, tal como por ejemplo, n-hexano.

El procedimiento que se siguió para las cápsulas de poliurea fue el siguiente:

- 1) La formulación obtenida según el procedimiento que se describe en los ejemplos se diluye en agua destilada hasta obtener una suspensión que contenga de 5 a 100 g de ingrediente activo/1.000 litros de agua (preferiblemente 10-20 g/1.000 l).
- 2) 1 ml de la suspensión diluida preparada en el paso (1) se coloca sobre una lámina de Teflón de tamaño 6,5 x 5 x 0,02 cm
- 3) En tiempos fijos, la lámina de Teflón es transferida dentro de un vaso de 300 ml junto con 50 ml de un solvente capaz de solubilizar el ingrediente activo, pero que no afecte la estabilidad de las microcápsulas. El solvente se reporta en los ejemplos.
- 4) El principio activo liberado de las cápsulas se extrae luego por agitación durante 5 minutos.
- 5) Se filtra la solución orgánica en un filtro de 0,45 μ m.
- 6) El % de ingrediente activo en el solvente de extracción se determina por el método analítico que se reporta en los ejemplos.

El procedimiento se repite diferentes veces, por ejemplo, 1, 2, 4, 6, 18 y 24 horas, usando una lámina de Teflón nueva cada vez. Sobre la base de los resultados analíticos se elabora la cinética de liberación reportando el porcentaje relativo del ingrediente activo liberado de la cápsula con el tiempo. Porcentaje relativo significa la cantidad de ingrediente activo liberado de la cápsula, referente a la concentración inicial del mismo en la formulación de inicio. El porcentaje relativo puede calcularse según la siguiente fórmula

$$\% \text{ relativo} = C/C_F \times 100$$

en donde:

C = concentración de ingrediente activo liberado de las cápsulas según se determina en el punto (6)

C_F = concentración de ingrediente activo microencapsulado en la formulación.

Estabilidad de la formulación en la dilución

La estabilidad en la dilución se evalúa por mediciones de suspensibilidad (sedimentación) determinadas por el método CIPAC MT 161. Entre mayor sea la suspensibilidad (<sedimentación), más alta será la estabilidad de la composición.

Prueba de estabilidad acelerada de la suspensión

La prueba se usa para evaluar el comportamiento de las suspensiones a temperatura ambiente (25°C) para tiempos de más de 1 año. Se asume que un día a 54°C corresponde a 1 mes a temperatura ambiente.

Según la prueba estándar CIPAC MT 46, luego de 14 días de almacenamiento de la formulación a 54°C (prueba de envejecimiento) se vuelven a medir las características de la formulación (contenido, eficiencia de la encapsulación).

Método Bioensayo

La actividad biológica de las formulaciones se evalúa en laboratorio en una especie adecuada de insecto usando un método conocido y ampliamente utilizado, denominado "método del bioensayo *"dip-leaf"*". Este se describe, por ejemplo por Cahill, M. *et al.*, Bull. Entomol. Res. 85, 181-187, 1995. Las plantas de algodón, cultivadas sin ser expuestas a insecticidas, son cortadas en forma de discos de 4 cm de diámetro. Estos discos se bañan en la solución de agua del insecticida que contiene también 0,01% de Agral® (surfactante no iónico) y luego se secan a temperatura ambiente. Las soluciones insecticidas son seleccionadas y preparadas para obtener un rango de mortalidad entre 0 y 100%. Las hojas de control se bañan en una solución hecha de Agral 0,01% en agua destilada. Una vez secos, los discos se colocan en agar (0,5%) en un plato Petri (3 cm de diámetro, 1,5 cm de profundidad). Cerca de 20 insectos adultos son colocados en los discos de algodón tratados y se dejan a 25°C durante 24 horas. Los insectos vivos se contabilizan en la hora cero, luego de 24 y 48 horas con el fin de verificar el porcentaje de mortalidad.

Torre Potter de precisión de aspersión de laboratorio (*Potter Precision Laboratory Spray Tower*)

También se probó la eficacia de las formulaciones usando una torre Potter de precisión de aspersión de laboratorio (según se describe en "*Laboratory apparatus for applying direct sprays and residual Films*" *The Annual of Applied Biology*, Vol. 39 No. 1, 1 de marzo de 1952).

27

Se colocaron los organismos de prueba en un plato Petri (1-15 adultos/réplica). Antes de la aplicación se calibró la torre de aspersión con agua desionizada ajustando la presión de aspersión, velocidad de la aplicación y tipo de boquilla para proveer una salida de $2 \text{ mg/cm}^2 \pm 10\%$ (200 l/ha). La cantidad aplicada se determinó pesando los platos de vidrio como referencia antes e inmediatamente después del tratamiento. Luego del paso de calibración se asperjaron los platos Petri con agua desionizada (para el control no tratado) y luego con las soluciones de los elementos de prueba (comenzando desde la concentración baja). El equipo asperjador se enjuagó varias veces con agua desionizada entre la diferente aplicación de los productos. Se observó varias veces la condición de organismos de prueba, por ejemplo, 30', 1 hora, 3 horas, 24 horas después del tratamiento.

EJEMPLO 1

Composiciones que comprenden microcápsulas de oxifluorfenó de liberación variable

Paso a): preparación de la suspensión (A):

A 20,0 g de Solvesso® 200 (mezcla de alquilbencenos C₉-C₁₆ con un rango de destilación entre 226 y 284°C) contenidos en un vaso equipado con agitador, se agregaron 17,2 g de oxifluorfenó con 97% peso/peso de pureza; la mezcla se calentó a 50°C manteniéndola bajo agitación hasta alcanzar homogenización completa. Luego se agregaron bajo agitación 2,61 g de Voronate® M 220 (isocianato MDI).

Entre tanto, se dispersó 1,1 g de dispersante Borrement CA en 44,28 g de agua y se le agregó la mezcla orgánica preparada arriba, agitando por Turrax a la velocidad máxima, igual a 10.000 rpm durante 2 minutos, obteniendo una emulsión aceite/agua.

Luego, agitando con un agitador de cuchillas a 800 rpm, se agregaron 2,51 g de una solución acuosa que contenía 40% peso/peso de hexametilendiamina.

La mezcla que se obtuvo se transfirió a un reactor mantenido a 50°C. Luego de unos pocos minutos se completó la formulación mediante la adición de 4,0 g de un espesante (Rhodopol® 23 pregelado a 2,7% peso/peso en agua y que contenía 1 g de Proxel® GXL como agente anti-moho), 0,2 g de agente antiespuma Defomex® 1510 y se dejó curar durante 4 horas a 50°C.

26

Luego se enfrió a temperatura ambiente y se agregaron 10,0 g de nitrato de calcio. Se obtuvo una suspensión de microcápsulas que tenían una concentración del principio activo de 180 g/l. Luego esto se sometió a la anterior caracterización obteniendo los siguientes resultados:

granulometría

50%	< 5 micrones
90%	< 20 micrones

estabilidad en la dilución

suspensibilidad	> 90%
-----------------	-------

La prueba de estabilidad acelerada de la suspensión de microcápsulas se hace según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico-física de la suspensión (A).

Paso b): Preparación de la mezcla (A)+(B)

Se agregan bajo agitación lenta 10 partes por peso de una mezcla (B), formada para 90% peso/peso de Solvesso® 200 y para la parte restante de una mezcla 1:1 de Geronol® FF6 y Geronol® FF475 a 90 partes por peso de la suspensión (A). La relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 0,6:1 y la concentración de ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 15% por peso.

La prueba de estabilidad acelerada de la composición (A)+(B) se hace según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico física de la composición (A)+(B).

Las composiciones (A) y (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 1,3 g/l. Usando el procedimiento descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado se determina por GC-ECD (detector de captura de electrones). Las repeticiones se hacen a intervalos de tiempo predeterminados obteniendo los siguientes resultados:

Tiempo horas	(A) (% ingrediente activo)	(A)+(B) (% ingrediente activo)
1	0,34	1,22
2	0,29	2,6

4	0,36	3,9
8	0,29	5,5

La comparación de los datos de liberación muestra que la suspensión (A) diluida tiene una liberación sustancialmente constante con el tiempo, mientras que la adición del solvente (B) a (A) permite aumentar significativamente la liberación del principio activo con el tiempo.

EJEMPLO 2

Pruebas de campo

Aplicación en post-emergencia de la composición del ejemplo 1.

La formulación (A)+(B) se diluyó en agua hasta obtener una tasa de aplicación de 240 g del ingrediente activo/ha. El volumen de agua que se usó fue 350 l/ha.

Se efectuó una sola aplicación en post-emergencia por medio de aspersión *knapsack* PULVAL. La aplicación se hizo con una barra de aspersión de 3 m de largo equipada con 6 boquillas TJ 80015 VS lo cual permitió obtener una distribución uniforme del producto probado.

La evaluación de la actividad herbicida se hizo en los siguientes pastos infestados:

MATRICARIA CAMOMILLA (MAT.CH);

VERONICA HEDERAEFOLI A. (VER. HE);

PAPAVER RHOEAS (PAP-RH).

La actividad herbicida de la formulación que se encontró en pasto cortado se reporta en la siguiente tabla:

Plaga	Actividad
VER. HE	100%
PAP. RH	100%
MAT. CH	100%

Los resultados muestran que la composición diluida (A)+(B) tiene muy buena actividad herbicida (100%) en fase post-emergencia en todas las plagas probadas, aún manteniendo una baja toxicidad en el cultivo objetivo (cebada).

EJEMPLO 3

Composiciones que comprenden microcápsulas de pendimetalin de liberación variable

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 1, una suspensión comercial (A) de microcápsulas de pendimetalin, (MOST MICRO®), con una concentración de ingrediente activo igual a 31,7% peso/peso se mezcló con el componente (B) según se describe en el ejemplo 1 en las siguientes cantidades (partes y % por peso):

Formulación 3A

76 partes por peso de (A) 24 partes por peso de (B) (ingrediente activo = 24% peso/peso de (A)+(B)) relación por peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo de (A) 1:1,

Formulación 3B

44 partes por peso de (A) 56 partes por peso de (B) (ingrediente activo = 14% peso/peso de (A)+(B)) relación por peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo de (A) 4:1.

La composición (A) y las composiciones (A)+(B) se diluyeron en agua hasta obtener una concentración de pendimetalin igual a 3 g/l

Siguiendo el procedimiento descrito en la caracterización y usando n-hexano como solvente de extracción, el contenido del ingrediente activo liberado en diferentes tiempos se determina por la técnica GC-ECD:

Tiempo horas	(A) (% ingred. activo)	[(A) + (B)] ₁ (% ingred. activo)	[(A) + (B)] ₂ (% ingred. activo)
1	5,4	6,2	7,1
2	6,0	7,4	8,8
8	6,2	9,0	14,8

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente como componente (B) a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 4

Composiciones que comprenden microcápsulas de λ -cihalotrina de liberación variable

Paso a): Preparación de la suspensión (A)

A 20,0 g de Solvesso® 200 (mezcla de alquilbencenos C₉-C₁₆ con un rango de destilación entre 226-284°C) contenidos en un vaso equipado con un agitador se agregaron 20,6 de λ -cihalotrina con 97% de pureza; la mezcla se calentó a 50°C manteniéndola bajo agitación hasta alcanzar completa homogenización. Luego, siempre bajo agitación, se agregaron 1,42 g de Voronate® M 229 (isocianato MDI).

Entre tanto, se dispersó 1 g de dispersante de ligninsulfonato de calcio, Borrement CA en 44,11 g de agua y se le agregó la mezcla orgánica preparada arriba, agitando por Turrax a la velocidad máxima, igual a 10.000 rpm durante 2 minutos, obteniendo una emulsión aceite/agua.

Luego, agitando con un agitador de cuchillas a 800 rpm, se agregaron 1,37 g de una solución acuosa que contenía 40% peso/peso de hexametilendiamina.

La mezcla que se obtuvo se transfirió a un reactor mantenido a 50°C. Luego de unos pocos minutos se completó la formulación mediante la adición de 2 g de un espesante (Rhodopol® 23 pregelado a 2,7% peso/peso en agua y que contenía 1 g de Proxel® GXL como agente anti-moho), 0,2 g de agente antiespuma Defomex® 1510 y 0,3 g de Antarox® TSP/461 y se dejó curar durante 4 horas a 50°C.

Luego de 4 horas, se agregaron 9 g de nitrato de calcio y se enfrió a temperatura ambiente.

Se obtuvo una suspensión de microcápsulas con una concentración de ingrediente activo igual a 200 g/l

Luego esto se sometió a la caracterización descrita obteniendo los siguientes resultados (% de las microcápsulas):

Granulometría

50% < 5 micrones

90% < 20 micrones

Estabilidad en la dilución

Suspensibilidad > 90%

Luego se hizo la prueba de estabilidad acelerada de la suspensión de las microcápsula según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico-física de la suspensión (A).

Paso b: preparación de la mezcla (A)+(B)

Formulación 4A

Se agregan bajo agitación lenta 15 partes de una mezcla (B), formada para 90% peso/peso de Solvesso® 200 y para la parte restante de una mezcla de Geronol® FF6 y Geronol® FF475 en una relación peso de 1,5:1 a 75 partes por peso de la suspensión (A) preparada previamente y luego se agregan 10 partes por peso de agua para obtener una composición que contenga 150 g/l de ingrediente activo. La relación de peso del solvente del componente (B): ingrediente activo del componente (A) es 1:1.

Formulación 4B

Se prepara otra formulación formada por 50 partes por peso de suspensión (A), 40 partes por peso de la mezcla (B) y 10 partes por peso de agua para obtener una composición que contiene 100 g/l de ingrediente activo. La relación de peso entre el solvente del componente (B) : ingrediente activo del componente (A) es 4:1.

La prueba de estabilidad acelerada se hace en las dos formulaciones 4A y 4B según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico física de las formulaciones.

La suspensión (A) y las dos formulaciones 4A y 4B son luego diluidas en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 250 mg/l.

Los resultados de la liberación del ingrediente activo para la formulación 4A se reportan en el ejemplo 7, y para la formulación 4B en el ejemplo 8.

EJEMPLO 5

Composiciones que comprenden microcápsulas de λ -cihalotrina de liberación variable

Paso a): Preparación de la suspensión (A):

A 20,0 g de Solvesso® 200 contenidos en un vaso equipado con un agitador se agregaron 20,6 de λ -cihalotrin con 97% de pureza; la mezcla se calentó a 50°C manteniéndola bajo agitación hasta alcanzar completa homogenización. Luego, siempre bajo agitación, se agregaron 2,84 g de Voronate® M 229 (isocianato MDI).

Entre tanto, se dispersó 1 g de dispersante de ligninsulfonato de calcio, Borrement CA en 44,11 g de agua y se le agregó la mezcla orgánica preparada arriba, agitando por Turrax a la velocidad máxima, igual a 10.000 rpm durante 2 minutos, obteniendo una emulsión aceite/agua.

Luego, agitando con un agitador de cuchillas a 800 rpm, se agregaron 2,73 g de una solución acuosa que contenía 40% peso/peso de hexametildiamina.

La mezcla que se obtuvo se transfirió a un reactor mantenido a 50°C. Luego de unos pocos minutos se completó la formulación mediante la adición de 2 g de un espesante (Rhodopol® 23 pregelado a 2,7% peso/peso en agua y que contenía 1 g de Proxel® GXL como agente anti-moho), 0,2 g de agente antiespuma Defomex® 1510 y 0,3 g de Antarox® TSP/461 y se dejó curar durante 4 horas a 50°C.

Luego se agregaron 9 g de nitrato de calcio y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Se obtuvo una suspensión de microcápsulas con una concentración de ingrediente activo igual a 200 g/l

Luego esto se sometió a la caracterización descrita obteniendo los siguientes resultados:

Granulometría

50% < 5 micrones

90% < 20 micrones

Estabilidad en la dilución

Suspensibilidad > 90%

La prueba de estabilidad acelerada de la suspensión de las microcápsulas se hizo según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico-física de la suspensión (A).

Paso b): Preparación de la mezcla (A)+(B)

Formulación 5A

Se agregan bajo agitación lenta 15 partes de una mezcla (B), formada para 90% peso/peso de Solvesso® 200 y para la parte restante de una mezcla de Geronol® FF6 y Geronol® FF475 en una relación peso de 1,5:1 a 75 partes por peso de la suspensión (A). Luego se agregan 10 partes por peso de agua para obtener una composición que contenga 150 g/l de ingrediente activo. La relación de peso del solvente del componente (B): ingrediente activo del componente (A) es 1:1. Luego la composición (A) y la composición (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 250 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo horas	(A) (% ingred. activo)	Formulación 5 A (% ingred. activo)
2	1,35	8,6
4	1,52	11,4
6	1,5	11
8	1,5	13,5

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente como componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 6

Composiciones de microcápsulas de liberación variable que comprenden λ-cihalotrina y biodiesel

Paso a): Preparación de la suspensión (A)

Se repite la preparación del ejemplo 5 pero reemplazando Solvesso® 200 con Biodiesel.

Paso b): Preparación de la mezcla (A)+(B)

Formulación 6A

Se agregan 15 partes de una mezcla (B), formada para 90% peso/peso de Biodiesel y para 10% por peso de una mezcla con Geronol® TE 777 y Geronol® FF475 en una relación peso de 1:1 a 75 partes por peso de la suspensión (A) previamente preparada. Luego se agregan 10 partes por peso de agua para obtener una composición que contenga 150 g/l de ingrediente activo. La relación de peso del solvente del componente (B):ingrediente activo del componente (A) es 1:1. Luego la composición (A) y la composición (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 250 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo horas	(A) (% ingred. activo)	Formulación 6 A (% ingred. activo)
4	6,8	25
6	9,3	37
8	14,5	52

EJEMPLO 7

Siguiendo el procedimiento descrito en la caracterización y usando h-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Relación ingrediente activo/B (por peso) 1:1

Tiempo horas	(A) (% ingred. activo)	Formulación 4A (% ingred. activo)
2	20,4	23,5
4	26,8	51,4
6	27,8	70,8

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente como componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

74

EJEMPLO 8

Siguiendo el procedimiento descrito en la caracterización y usando h-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Relación ingrediente activo/B (por peso)		1:1	1:4
Tiempo horas	(A) (% ingred. activo)	Formulación 4 A (% ingred. activo)	Formulación 4B (% ingred. activo)
2	20,4	23,5	35,5
4	26,8	51,4	82,1
6	27,8	70,8	85,4

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente como componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo. Además, a medida que la relación solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) aumenta, aumenta la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 9

Composiciones que comprenden microcápsulas de liberación variable de α -cipermetrina

Paso a) Preparación de la suspensión (A)

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 1 pero usando los siguientes compuestos en las cantidades indicadas:

- α -cipermetrina (98% peso/peso) 10,2 g
- Purasolv® EHL 26,0 g
- Voronate® 2,58 g
- HMDA a 40% peso/peso 2,48 g
- Borrement® CA 1,1 g
- Nitrato de calcio 10,0 g
- Agua 44,04 g

Se obtuvieron microcápsulas que tenían un contenido de ingrediente activo de 10% peso/peso.

35

Luego se preparó la suspensión (A) de microcápsulas que contenían 5% peso/peso de α -cipermetrina usando los siguientes compuestos (% peso/peso):

- formulación de microcápsulas 50
- Defomex® 1510 0,2
- Rhodopol® 23 (pregel a 2,7% peso/peso) 6
- Agua 43,8

Paso b): Preparación de la mezcla (A)+(B)

Formulación 9A

Se agregan 56,6 partes por peso del componente (B), constituido por una mezcla de 80% peso/peso de 2-etilhexil lactato (Purasolv® EHL) y de 20% peso/peso de una mezcla de 4:1 (peso/peso) de Geronol® FF6 y Geronol® FF475 a 44,4 partes por peso de la suspensión (A) del paso a). El contenido de ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 2,2% peso/peso y la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 20:1.

Luego la composición (A) y la composición (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 20 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo	(A)	Formulación 9A
horas	(% ingred. activo)	(% ingred. activo)
24	44	85

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente del componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 10

Se repitió el paso b) del ejemplo 9 pero usando Solvesso® 200 en lugar de Purasolv® en la misma cantidad y una relación 1:1 (peso/peso) de Geronol® FF6 y Geronol® FF475. Se agregaron 52,6 partes por peso del componente (B) a 47,4 partes por peso de la suspensión (A) del ejemplo 8.

36

El contenido de ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 2,4% peso/peso y la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 20:1.

Luego la composición (A) y la composición (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 20 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo	(A)	(A)+(B)
horas	(% ingred. activo)	(% ingred. activo)
18	44	52
24	44	61

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente del componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 11

A 45,9 partes por peso de (A) del ejemplo 9 se agregó el componente (B) formado de:

- 25,4 partes por peso del componente (B) del ejemplo 10
- 28,7 partes por peso del componente (B) del ejemplo 9.

El contenido de ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 2,3% peso/peso; la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 20:1

Luego la composición (A) y la mezcla (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 20 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo	(A)	(A)+(B)
horas	(% ingred. activo)	(% ingred. activo)
18	44	67
24	44	70

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente del componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 12

Composiciones que comprenden microcápsulas de bifentrina de liberación variable

Paso a): Preparación de la suspensión (A):

Se repitió el procedimiento descrito en el ejemplo 1 pero usando los siguientes compuestos en las cantidades indicadas:

- Bifentrina (96% peso/peso)	15,6 g
- Purasolv® EHL	15,0 g
- Voronate®	2,14 g
- HMDA a 40% peso/peso	2,06 g
- Reax® 88 B	1,1 g
- Nitrato de calcio	9,0 g
- Agua	51,9 g

Se obtuvo una suspensión acuosa con un contenido de ingrediente activo igual a 16% peso/peso.

A esta formulación reportada se agregaron los siguientes componentes:

- Formulación de la microcápsula	66,7%
- Defomex® 1510	0,2%
- Rhodopol® 23 (pregel a 2,7% peso/peso)	5%
- Proxel® GXL	0,1%
- Agua	28%

obteniendo una suspensión (A) acuosa de microcápsulas que contenían 10% peso/peso de ingrediente activo.

Paso b): Preparación de la mezcla (A)+(B)

Se agregan 71,4 partes por peso del componente (B) del ejemplo 9 a 28,6 partes peso del componente (A) preparado como se dice arriba. El contenido de

38

ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 2,8% peso/peso y la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 20:1.

Luego la suspensión (A) y la mezcla (A)+(B) se diluyen en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 20 mg/l.

Usando el procedimiento previamente descrito y n-hexano como solvente de extracción, el contenido de ingrediente activo liberado en tiempos diferentes se determina por la técnica GC-ECD

Tiempo	(A)	(A)+(B)
horas	(% ingred. activo)	(% ingred. activo)
24	37	100

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente del componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 13

Se repitió el ejemplo 12 usando 31,1 partes por peso de (A) y 68,9 partes por peso del componente (B) del ejemplo 1. El contenido de ingrediente activo en la mezcla (A)+(B) es 3,1% peso/peso y la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 20:1

En el ejemplo 14 se reportan los resultados de la liberación de ingrediente activo para esta formulación.

EJEMPLO 14

La formulación del ejemplo 13 se caracteriza por la determinación de contenido de ingrediente activo utilizando el procedimiento descrito y n-hexano como solvente de extracción para el ingrediente activo, usando la técnica GC-ECD. Los resultados son los siguientes:

Tiempo	(A)	(A)+(B)
horas	(% ingred. activo)	(% ingred. activo)
24	37	100

Los datos de liberación muestran que la adición del solvente del componente (B) en la forma de líquido emulsificable a la suspensión (A) permite aumentar considerablemente la liberación del ingrediente activo.

EJEMPLO 15

Composiciones que comprenden microcápsulas de λ -cihalotrina de liberación variable

Paso a): Preparación de la suspensión (A):

Se repitió el ejemplo 5 usando los siguientes ingredientes y cantidades:

- λ -cihalotrina (97% peso/peso)	26,0 g
- Solvesso® 200	15,0 g
- Vornate® M220	2,87 g
- Borrement CA	1,0 g
- HMDA a 40% peso/peso	2,76 g
- Agua	41,0 g

A la formulación así obtenida se agregaron los siguientes componentes:

- Rhodopol® 23 (pregel a 2,7% peso/peso)	2 g
- Proxel® GXL	1 g
- Defomex® 1510	0,2%

Se dejó madurar la mezcla durante cuatro horas a 50°C

Luego se agregaron 9 g de nitrato de calcio y se enfrió a temperatura ambiente. Se obtuvo una suspensión de microcápsulas con una concentración de ingrediente activo igual a 250 g/l.

La prueba de estabilidad acelerada de la suspensión de las microcápsulas se hizo según se describe en la caracterización. La prueba confirma la estabilidad químico-física de la suspensión (A).

Paso b): Preparación de la composición (A)+(B)

El componente (B) de la mezcla se forma por:

- 16,6% peso/peso de Biodiesel,
- 2,5% peso/peso de una mezcla constituida por Geronol® FF6 y Geronol® FF475 en una relación de peso 4:1
- 5% peso/peso de un espesante (Rhodopol® 23 pregelado a 2,7% peso/peso en agua y que contenga 1 g de Proxel® GXL como agente anti-moho),

- agua para la parte restante hasta 100% peso/peso.

Se agregan 60 partes por peso del componente (B) bajo agitación lenta a 40 partes por peso de la suspensión (A) de la cápsula que se describe en el paso a). La concentración lambda-cihalotrina en la composición que se obtiene así es igual a 100 g/l y la relación solvente Biodiesel del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) es igual a 1:1.

EJEMPLO 16

Eficacia de las composiciones insecticidas

Se evaluó la eficacia de las diferentes composiciones de ingredientes activos del insecticida contra *Aphis fabae* (prueba Af) y *Cydia pomonella* (polilla de la manzana (prueba Cp)).

Se probaron las siguientes composiciones:

Formulación 16A:

- se preparó una cápsula de la suspensión (A) según el paso a) del ejemplo 15;
- se preparó una composición (A)+(B) según se describe en el paso b) del ejemplo 15.

Formulación 16B:

- una formulación comercial (A)' como Pynex que contenía Chlorpyrifos microencapsulado (250 g/l)
- una composición (A)+(B) preparada agregando a la formulación (A)' anterior el componente (B) del paso del ejemplo 6.

La relación del solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A)' es 1:4.

Las composiciones (A), (A)', (A)+(B) y (A)+(B) se diluyeron en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 250 mg/l.

Los protocolos y los resultados de las pruebas de eficacia se reportan en el ejemplo 16A para *Aphis fabae* (prueba Af) y en el ejemplo 16B para *Cydia pomonella* (prueba Cp).

EJEMPLO 16A

Pruebas de eficacia en *Aphis fabae* (prueba Af)

La prueba *Aphis fabae* (prueba Af) se hizo de acuerdo con el procedimiento descrito en la caracterización, usando una Torre Potter de precisión de aspersión de laboratorio (*Potter Precision Laboratory Spray Tower*).

La Tabla 1 muestra las dosificaciones y las concentraciones de ingrediente activo de las formulaciones que se usaron en este ejemplo 16A basadas en lambda-cihalotrina.

Tabla 1

Formulaciones	Réplica No.	No. insectos/réplica	ml producto/ha	g i.a./ha
Suspensión (A)	3	10	50,00	5,00
Suspensión (A)	3	10	25,00	2,50
Suspensión (A)	3	10	12,50	1,25
Suspensión (A)	3	10	6,30	0,63
Suspensión (A)	3	10	3,20	0,32
Composición (A)+(B)	3	10	50,00	5,00
Composición (A)+(B)	3	10	25,00	2,50
Composición (A)+(B)	3	10	12,50	1,25
Composición (A)+(B)	3	10	6,30	0,63
Composición (A)+(B)	3	10	3,20	0,32
Suspensión (A)'	3	10	20,00	5,00
Suspensión (A)'	3	10	10,00	2,50
Suspensión (A)'	3	10	5,00	1,25
Suspensión (A)'	3	10	2,50	0,63
Suspensión (A)'	3	10	1,25	0,32
Composición (A)'+(B)	3	10	25,00	5,00
Composición (A)'+(B)	3	10	12,50	2,50
Composición (A)'+(B)	3	10	6,30	1,25
Composición (A)'+(B)	3	10	3,20	0,63
Composición (A)'+(B)	3	10	1,60	0,32
Control no tratado	3	10	0,00	0,00

Los resultados de la prueba (prueba Af) se reportan en la Tabla 3 como evaluación de mortalidad 24 horas después del tratamiento.

En la Tabla 3:

$$\% \text{ Mortalidad corregida} = [(Mt-Mc)/(100-Mc)] \times 100$$

en donde:

Mt = % de mortalidad de la muestra tratada

Mc = % de mortalidad de la muestra no tratada (control no tratado)

✓
4

Tabla 3

Formulaciones	Dosis g i-a./ha	No. tratados	No. de muertos	% Mortalidad	% Mortalidad corregida
Suspensión (A)	2,50	30	18	60,00	55,56
Suspensión (A)	1,25	30	9	30,00	22,22
Suspensión (A)	0,63	30	9	30,00	22,22
Suspensión (A)	0,32	30	6	20,00	11,11
Composición (A)+(B)	2,50	30	21	70,00	66,67
Composición (A)+(B)	1,25	30	15	50,00	44,44
Composición (A)+(B)	0,63	30	18	60,00	55,56
Composición (A)+(B)	0,32	30	12	40,00	33,33
Suspensión (A)'	5,00	30	6	20,00	11,11
Suspensión (A)'	2,50	30	6	20,00	11,11
Suspensión (A)'	1,25	30	6	20,00	11,11
Composición (A)'+(B)	5,00	30	24	80,00	77,78
Composición (A)'+(B)	2,50	30	12	40,00	33,33
Composición (A)'+(B)	1,25	30	9	30,00	22,22
Control no tratado	0,00	30	3	10,00	Na

La composición (A)+(B) ha comprobado ser más efectiva que la suspensión (A) sola 24 horas después del tratamiento. Además, los valores LD₅₀ fueron los siguientes:

- valor LD₅₀ para (A) es 1,56 ingrediente activo/ha
- valor LD₅₀ para (A)+(B) es 0,66 g ingrediente activo/ha.

Los resultados de LD₅₀ confirman que la composición (A)+(B) es mucho más efectiva que (A) sola.

La composición (A)'+(B) ha comprobado ser más efectiva que la suspensión (A)' sola 24 horas después del tratamiento. Además, los valores LD₅₀ fueron los siguientes:

- valor LD₅₀ para (A)' es > 5,00 g ingrediente activo/ha
- valor LD₅₀ para (A)'+(B) es 2,50 g ingrediente activo/ha.

Los resultados de LD₅₀ confirman que la composición (A)'+(B) tiene una actividad insecticida más mejorada en comparación con (A)' sola.

EJEMPLO 16B

Pruebas de eficacia en *Cydia pomonella* (polilla de la manzana) (prueba Cp)

Se hizo la prueba de *Cydia pomonella* (prueba Cp) de acuerdo con el siguiente procedimiento. En una cámara pequeña con un área de 174 mm² llena con medios semisintéticos formados esencialmente por Agar y harinas, se

distribuyeron los productos en una suspensión de agua (50 µl/174 mm²). La mortalidad de insectos se registró a las 24 horas después del tratamiento.

- Las condiciones de la prueba experimental fueron las siguientes:
- temperatura: 25°C ± 2°C
 - humedad relativa: 60-90%
 - fotoperiodo 16 horas luz y 8 horas oscuridad

La Tabla 4 muestra las dosificaciones y las concentraciones del ingrediente activo de las formulaciones del ejemplo 16B basados en Chlorpyrifos probados en *Cydia pomonella* (prueba Cp).

Tabla 4

Formulaciones	Réplica No.	No. insectos/réplica	ml producto/ha	g i.a./ha
Suspensión (A)'	2	16	40,00	10,00
Suspensión (A)'	2	16	20,00	5,00
Suspensión (A)'	2	16	10,00	2,50
Suspensión (A)'	2	16	5,00	1,25
Suspensión (A)'	2	16	2,50	0,625
Composición (A)'+(B)	2	16	50,00	10,00
Composición (A)'+(B)	2	16	25,00	5,00
Composición (A)'+(B)	2	16	12,50	2,50
Composición (A)'+(B)	2	16	6,25	1,25
Composición (A)'+(B)	2	16	3,125	0,625
Control no tratado	2	32	0,00	0,00

Los resultados de *Cydia pomonella* (prueba Cp) del ejemplo 16B se reportan en la Tabla 6 como evaluación de mortalidad a las 24 horas después del tratamiento.

Tabla 6

Formulaciones	Dosis g i-a./ha	No. tratados	No. de muertos	% Mortalidad	% Mortalidad corregida
Suspensión (A)'	10,00	32	14	43m75	41,94
Suspensión (A)'	5,00	32	8	25m0	22,58
Suspensión (A)'	2,50	32	2	6,25	3,23
Suspensión (A)'	1,25	32	0	0,00	0,00
Suspensión (A)'	0,625	32	0	0,00	0,00
Composición (A)'+(B)	10,00	32	30	93,75	93,55
Composición (A)'+(B)	5,00	32	26	81,25	80,65
Composición (A)'+(B)	2,50	32	18	56,25	54,84
Composición (A)'+(B)	1,25	32	8	25,00	22,58
Composición (A)'+(B)	0,625	32	4	12,50	9,68
Control no tratado	0,00	32	2	3,125	3,125

44

La composición (A)+(B) ha comprobado ser más efectiva que la suspensión (A) sola 24 horas después del tratamiento. Además, los valores LD₅₀ fueron los siguientes:

- valor LD₅₀ para (A)' es 11,16 ingrediente activo/ha
- valor LD₅₀ para (A)+(B) es 2,30 g ingrediente activo/ha.

Los resultados de LD₅₀ confirman que la composición (A)+(B) tiene una acción insecticida más alta en comparación con (A)' sola.

EJEMPLO 17

Eficacia de las composiciones herbicidas

Se evaluó la actividad herbicida probada en pre y post-emergencia de diferentes composiciones contra *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum*. Se probaron las siguientes composiciones con el fin de comparar su eficacia.

La primera composición (con su comparación) es la siguiente:

- una cápsula de la suspensión (A) se preparó según se describe en el ejemplo 1, que contenía Oxifluorfen (concentración de activo 180 g/l);
- una composición (A)+(B) formada del (A) anterior más el componente (B) obtenida en el paso b) del ejemplo 1. 90 partes por peso de (A). La cantidad de (B) agregada a (A) permite obtener una concentración de ingrediente activo igual a 150 g/l y una relación de peso entre el solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) igual a 0,6:1

La segunda composición es la siguiente:

- una composición (A)+(B) constituida por 76 partes de una suspensión comercial (A)' de Pendimetalin microencapsulado (31,7% peso/peso) como Most Micro, y 24 partes de (B) según se describe en el paso b) del ejemplo 1. La relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es igual a 1:1.

La tercera composición es la siguiente:

- una composición (A)+(B)', constituida por 44 partes de una suspensión comercial (A)' según se define bajo la segunda composición, y 56 partes de (B) según se obtiene en el paso b) del ejemplo 1. La relación de peso entre el

solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es igual a 4:1

Las composiciones (A), (A)', (A)+(B), (A)'+(B) y (A)'+(B)' anteriores se diluyeron en agua hasta obtener una concentración de ingrediente activo igual a 250 mg/l.

Los protocolos y los resultados de las pruebas de eficacia se reportan en el ejemplo 17A para la prueba post-emergencia y en el ejemplo 17B para la prueba pre-emergencia.

EJEMPLO 17A

La prueba post-emergencia se hizo de acuerdo con el siguiente procedimiento. Se cultivaron plantas a partir de semilla hasta la etapa de hoja 2 a 4. La composición de prueba se asperjó en las plantas y en las superficies de la hoja. Las macetas se irrigaron con una fuente de nutriente de agua localizada en la parte inferior de cada maceta. Las plantas se cultivarán en macetas plásticas no porosas con una bandeja debajo de la maceta. Las macetas eran lo suficientemente grandes para permitir el crecimiento normal y limitar el traslape de hojas entre las plantas.

Las plantas de control no tratadas y las plantas tratadas se mantuvieron bajo las mismas condiciones ambientales.

Todas las soluciones de aspersión se prepararon con agua desionizada el mismo día de la aplicación.

La aplicación se hizo con un equipo asperjador adecuado, calibrado con el fin de proveer un resultado de 400 l/ha. Luego se evaluó el estado de las plantas en comparación con el de las plantas de control no tratadas con respecto a los efectos sobre vigor y crecimiento a los 7, 14 y 21 días después de la aplicación (% de mortalidad).

Se evaluó el peso de los retoños frescos (Biomasa) a los 21 días después del tratamiento. Se probó la toxicidad en términos de efectos detrimentales visuales (clorosis, necrosis, hoja marchita y mortalidad por deformaciones del tallo).

Las anteriores pruebas se hicieron en invernadero bajo condiciones climáticas controladas, así:

- temperatura : $22 \pm 10^{\circ}\text{C}$;

46

- fotoperiodo : 16 horas a la luz, 8 horas a la oscuridad;
- humedad relativa : $70 \pm 25\%$;
- intensidad de luz : luminancia de $350 \pm 50 \mu E/m^2/s$

La temperatura, humedad, concentración de dióxido de carbono e intensidad de la luz se midieron continuamente con un sistema de registro de datos.

La Tabla 7 muestra las concentraciones y formulaciones probadas del ejemplo 17A.

Tabla 7

Formulaciones	Réplica No.	No. insectos/réplica	g i.a./ha
Suspensión (A)	2	10	240
Suspensión (A)	2	10	120
Suspensión (A)	2	10	60
Composición (A)+(B)	2	10	240
Composición (A)+(B)	2	10	130
Composición (A)+(B)	2	10	60
Composición (A)+(B)	2	10	1095
Composición (A)+(B)	2	10	547,5
Composición (A)+(B)	2	10	273,75
Composición (A)+(B)	2	10	1095
Composición (A)+(B)	2	10	547,5
Composición (A)+(B)	2	10	273,75
Control no tratado	2	10	0,00

Las Tablas 8 y 9 muestran los resultados de la prueba post-emergencia.

La Tabla 8 muestra el % de mortalidad en *Rumex acetosa* en un tratamiento post-emergencia usando (A), (A)+(B), (A)+(B) y (A)+(B)

Tabla 8

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	0	0	0
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	35	35	45
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	80	80	80
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	85	90	95
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	85	85	85
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	100	100	100
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	100	100	100
Composición (A)+(B) (i.a. 237,75 g/ha)	-	0	10
Composición (A)+(B) (i.a. 547,5 g/ha)	-	10	15
Composición (A)+(B) (i.a. 1095 g/ha)	-	30	40
Composición (A)+(B) (i.a. 237,75 g/ha)	-	5	15
Composición (A)+(B) (i.a. 547,5 g/ha)	-	30	35
Composición (A)+(B) (i.a. 1095 g/ha)	-	35	55

47

La Tabla 9 indica el % de mortalidad en *Allium tuberosum* en un tratamiento post-emergencia utilizando (A), (A)+(B), (A)'+(B) y (A)'+(B)'.

Tabla 8

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	0	0	0
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	0	0	0
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	0	15	15
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	10	10	15
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	5	10	10
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	10	20	20
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	30	30	30
Composición (A)'+(B) (i.a. 237,75 g/ha)	-	-	-
Composición (A)'+(B) (i.a. 547,5 g/ha)	-	-	10
Composición (A)'+(B) (i.a. 1095 g/ha)	-	10	15
Composición (A)'+(B)' (i.a. 237,75 g/ha)	-	-	5
Composición (A)'+(B)' (i.a. 547,5 g/ha)	-	5	10
Composición (A)'+(B)' (i.a. 1095 g/ha)	-	10	20

Los resultados obtenidos en la prueba post-emergencia demuestran que la composición (A)+(B) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de mortalidad que (A) sola.

Los resultados obtenidos en la prueba post-emergencia demuestran que la composición (A)'+(B)' (relación solvente de componente (B)/ingrediente activo del componente (A) = 4:1) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de mortalidad que (A)'+(B) (relación de solvente de componente (B)/ingrediente activo de componente (A)) = 1:1.

Biomasa

La Tabla 10 muestra los datos de la biomasa, datos medidos de peso del retoño fresco a los 21 días luego del tratamiento post-emergencia

50

Tabla 10

	No tratada	Suspensión (A)		
Especie	Peso (g)	Peso (g) 60 g/ha	Peso (g) 120 g/ha	Peso (g) 240 g/ha
<i>Rumex acetosa</i>	12,66	1,00	0,67	0,53
<i>Allium tuberosum</i>	4,99	4,99	4,64	3,54
	No tratada	Suspensión (A)+(B)		
Especie	Peso (g)	Peso (g) 60 g/ha	Peso (g) 120 g/ha	Peso (g) 240 g/ha
<i>Rumex acetosa</i>	12,66	0,37	0	0
<i>Allium tuberosum</i>	4,99	4,13	3,81	2,69
	No tratada	Suspensión (A)' + (B)		
Especie	Peso (g)	Peso (g) 273,8 g/ha	Peso (g) 547,5 g/ha	Peso (g) 1095 g/ha
<i>Rumex acetosa</i>	12,66	8,14	6,6	5,29
<i>Allium tuberosum</i>	4,99	5,05	4,97	4,33

Los resultados obtenidos en la prueba post-emergencia demuestran que la prueba de la composición (A)+(B) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de biomasa que (A) sola.

Fitotoxicidad

La fitotoxicidad, en términos de clorosis, necrosis y reducción del crecimiento se observó a los 7, 14, y 21 días y se reporta en la Tabla 11 en *Rumex acetosa* en un tratamiento post-emergencia, y en la Tabla 12 en *Allium tuberosum* en un tratamiento post-emergencia.

En las Tablas 11 y 12, el significado de las abreviaciones es el siguiente:

H = Reducción del crecimiento

C = Clorosis

N = Necrosis

no = ninguna fitotoxicidad

49

Tabla 11

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	no	no	no
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	no	N, C	N, C
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	N	C	C
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	N	N, C	N, C
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	N	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 237,75 g/ha)	H	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 547,5 g/ha)	N, H	H	H
Composición (A)+(B) (i.a. 1095 g/ha)	N, C, H	no	no
Composición (A)+(B)' (i.a. 237,75 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B)' (i.a. 547,5 g/ha)	H	H	H
Composición (A)+(B)' (i.a. 1095 g/ha)	C, N, H	C, N, H	C, N, H

Tabla 12

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	no	no	no
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	no	no	no
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	no	no	no
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	N, C, H	H	H
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	N, C	N, C	N, C
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	N, C	N, C, H	N, C, H
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	N, C, H	N, C, H	N, C, H
Composición (A)+(B) (i.a. 237,75 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 547,5 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 1095 g/ha)	no	N	N
Composición (A)+(B)' (i.a. 237,75 g/ha)	no	no	no
Composición (A)+(B)' (i.a. 547,5 g/ha)	C	C	C, H
Composición (A)+(B)' (i.a. 1095 g/ha)	C	C, N, H	C, N, H

Los resultados que se reportan en las Tablas 11 y 12 en la prueba post-emergencia demuestran que las composiciones (A)+(B) son más efectivas en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de mortalidad que (A) sola.

Los resultados de la composición (A)+(B)' (relación solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A) = 4:1) indican que esta composición es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de fitotoxicidad que (A)+(B) (relación solvente del componente (B)(ingrediente activo del componente (A) = 1:1).

EJEMPLO 17B

La prueba de pre-emergencia se hizo de acuerdo con el siguiente procedimiento. Se pusieron las semillas en contacto con el suelo tratado junto con la sustancia de prueba. Las macetas se irrigaron con una fuente de nutriente de agua localizada en el fondo de cada maceta. Las plantas se cultivarán en macetas plásticas no porosas con una bandeja debajo de la maceta. Las macetas eran lo suficientemente grandes para permitir el crecimiento normal y limitar el traslapo de hojas entre las plantas.

Las plantas de control no tratadas y las plantas tratadas se mantuvieron bajo las mismas condiciones ambientales.

Todas las soluciones de aspersión se prepararon con agua desionizada el día de la aplicación.

Las soluciones de prueba se aplicaron por medio de un equipo asperjador apropiado, calibrado con el fin de proveer un resultado de 400 l/ha. Los puntos finales medidos fueron evaluación visual de emergencia de las plántulas (% emergencia), peso de retoño fresco 21 días después del tratamiento (biomasa) y efectos detrimentales visuales evaluados como clorosis, mortalidad, anomalías del desarrollo de la planta (fitotoxicidad).

Las anteriores pruebas se hicieron en invernadero bajo las siguientes condiciones controladas:

- temperatura : $22 \pm 10^{\circ}\text{C}$;
- fotoperiodo : 16 horas luz, 8 horas oscuridad;
- humedad relativa : $70 \pm 25\%$;
- intensidad de la luz : luminancia de $350 \pm 50 \mu\text{Em}^2/\text{s}$

La temperatura, humedad y concentración de dióxido de carbono e intensidad de la luz se midieron continuamente con un sistema de registro de datos.

La Tabla 13 muestra las concentraciones y formulaciones probadas en el ejemplo 17B en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum*.

Tabla 13

Formulación	No. réplica	No. plantas/réplica	g a.s./ha
Suspensión (A)	2	10	240
Suspensión (A)	2	10	120
Suspensión (A)	2	10	60
Composición (A)+(B)	2	10	240
Composición (A)+(B)	2	10	120
Composición (A)+(B)	2	10	60
Control no tratada	2	10	0

Los resultados de la prueba de pre-emergencia (indicados como % de emergencia) figuran en la Tabla 14 para *Rumex acetosa* y en la Tabla 15 para *Allium tuberosum*

Tabla 14

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	20	35	70
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	20	20	20
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	20	20	15
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	10	10	0
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	20	20	7,14
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	20	15	7,5
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	10	5	0

Tabla 15

Formulación	Después de 7 días	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	20	40	75
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	30	40	40
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	27	35	35
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	25	34	25
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	-	38	24
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	-	32	24
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	20	20	20

Los resultados obtenidos en la prueba de pre-emergencia demuestran que la composición (A)+(B) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* que (A) sola.

Biomasa

La biomasa, como datos de peso de retoño fresco medidos a los 21 días luego del tratamiento post-emergencia

52

Tabla 16

	No tratada	Suspensión (A)		
Especie	Peso (g)	Peso (g) 60 g/ha	Peso (g) 120 g/ha	Peso (g) 240 g/ha
<i>Rumex acetosa</i>	0,5	0,24	0,16	0
<i>Allium tuberosum</i>	1,28	1,07	0,99	0,82
	No tratada	Composición (A)+(B)		
Especie	Peso (g)	Peso (g) 60 g/ha	Peso (g) 120 g/ha	Peso (g) 240 g/ha
<i>Rumex acetosa</i>	0,5	0,17	0,09	0
<i>Allium tuberosum</i>	1,28	0,92	0,86	0,70

Los resultados de biomasa en la prueba pre-emergencia demuestran que la prueba de la composición (A)+(B) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* que (A).

Fitotoxicidad

La Tabla 17 reporta la fitotoxicidad, evaluada como clorosis y necrosis, observada a los 14 y 21 días para *Rumex acetosa* y la Tabla 18 para *Allium tuberosum*. En las Tablas:

- H = reducción del crecimiento
- C = Clorosis
- N = Necrosis
- no = ninguna fitotoxicidad

Tabla 17

Formulación	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	no	no
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	no	no
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	N	N
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	N	N
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	N	N
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	N	N
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	N	N

Tabla 18

Formulación	Después de 14 días	Después de 21 días
No tratada	no	no
Suspensión (A) (i.a. 60 g/ha)	no	no
Suspensión (A) (i.a. 120 g/ha)	no	no
Suspensión (A) (i.a. 240 g/ha)	no	no
Composición (A)+(B) (i.a. 60 g/ha)	N	N
Composición (A)+(B) (i.a. 120 g/ha)	C, N	C, N
Composición (A)+(B) (i.a. 240 g/ha)	C, N	C, N

Los resultados obtenidos en la prueba pre-emergencia demuestran que la composición (A)+(B) es más efectiva en *Rumex acetosa* y *Allium tuberosum* en términos de fitotoxicidad que (A) sola.

EJEMPLO 18

Composiciones que comprenden microcápsulas que contienen bifentrina de liberación controlada

Paso a): Preparación de la suspensión (A)

Se preparó de acuerdo con el paso a) del ejemplo 12

Paso b): Preparación de la composición (A)+(B)

A 28,6 partes por peso de la suspensión (A) se agregaron 1,5 partes por peso de la mezcla (B) obtenida en el paso (b) del ejemplo 9. El contenido de ingrediente activo en la mezcla [(A)+(B)]' fue de 9,5% peso/peso y la relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 0,42:1

De manera análoga, una mezcla [(A)+(B)]'' se preparó agregando 14,30 partes por peso de (B) a 28,6 partes por peso de (A). La relación de peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es 4:1 y el ingrediente activo es 6,7% peso/peso.

Las cápsulas de la suspensión (A), mezclas [(A)+(B)]' y [(A)+(B)]'' se diluyeron en agua hasta una concentración de 20 mg/l de ingrediente activo.

Usando el procedimiento descrito en la caracterización y n-hexano como solvente de extracción del ingrediente activo, la cantidad de ingrediente activo liberado de las microcápsulas se determina por medio de GC-ECD.

Abajo se muestran los resultados obtenidos)
(n.d significa no detectable)

Solvente de (B)/i.a.	-	0,42:1	4:1
Tiempo	(A)	[(A)+(B)]'	[(A)+(B)]''
horas	% ingrediente activo	% ingrediente activo	% ingrediente activo
1	n.d.	19	36
6	n.d	26	50
24	37	92	100

54

Los resultados muestran que [(A)+(B)]' y [(A)+(B)]'' son más efectivos que (A) sola.

EJEMPLO 19

Pruebas de eficacia

Las composiciones que se describen en el ejemplo 18 fueron probadas en una cepa susceptible, utilizando una Torre Potter según se describe en la caracterización. Se colocaron aproximadamente 15 hembras adultas de *Aphis fabae* en un plato Petri de 6 cm de diámetro. La suspensión de las microcápsulas (A) y las composiciones [(A)+(B)]' y [(A)+(B)]'' se diluyeron en agua hasta una dosis de aplicación de 3 g ingrediente activo/ha.

Los tratamientos se hicieron a una presión correspondiente a 2,7 mbar usando un volumen de solución insecticida igual a 1,25 ml. Entre cada tratamiento y el siguiente, la Torre Potter se lavó varias veces con agua desmineralizada. Se evaluó la eficacia, en términos de mortalidad de los áfidos luego de 1 hora, 6 horas y 24 horas.

Los resultados se reportan en la Tabla 19.

Tabla 19

	Mortalidad después de 1 hora (%)	Mortalidad después de 6 horas (%)	Mortalidad después de 24 horas (%)
No tratada	0	0	0
(A)	0	17,24	60,00
[(A)+(B)]'	53,33	66,67	100,00
[(A)+(B)]''	83,87	88,24	100,00

Los resultados demuestran que la eficacia de las composiciones [(A)+(B)]' y [(A)+(B)]'' es mayor que la de la cápsula de la suspensión (A). En particular, es evidente que al aumentar la cantidad de (B) agregada a (A) [(A)+(B)]' vs. [(A)+(B)]'', se aumenta la eficacia de la formulación microencapsulada. Esto es acorde con las evaluaciones de tiempo de liberación que se reportan en el ejemplo 18.

REIVINDICACIONES:

1. Un método para modular la tasa de liberación de ingredientes activos (i.a.) microencapsulados, que comprende los siguientes pasos:
 - (I) preparación de una suspensión acuosa (A) que comprende microcápsulas de al menos un ingrediente activo,
 - (II) preparación de un líquido emulsificable en agua, componente (B), que comprende un solvente del ingrediente activo y al menos un surfactante,
 - (III) agua, componente (C) para diluir el ingrediente activo a la tasa de aplicación,y mezclar (A), (B) y (C).
2. Un método según la reivindicación 1, en donde la tasa de liberación es modificada cambiando la relación (por peso) de solvente de componente (B)/ingrediente activo del componente (A).
3. Un método según las reivindicaciones 1-2, en donde la tasa de liberación se aumenta aumentando la relación de solvente del componente (B)/ingrediente activo del componente (A).
4. Un método según las reivindicaciones 1-3, en donde (A) es agregado a (B), o viceversa, y luego se agrega el agua del paso (III).
5. Un método según las reivindicaciones 1-4, en donde el agua del paso (III) es agregada al componente (A) sola y/o a componente (B) antes de obtener la mezcla de los tres componentes.
6. Un método según las reivindicaciones 1-5, en donde la mezcla de (A)+(B) es en la forma de una suspensión-emulsión acuosa, suspensión dispersión acuosa o suspensión-micro emulsión acuosa.
7. Un método según las reivindicaciones 1-6, en donde en el paso (II), el componente (B) es en la forma de una emulsión acuosa.
8. Un método según las reivindicaciones 1-7 en donde la relación (por peso) entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) es entre 0,1:1 y 40:1, preferiblemente entre 0,2:1 y 30:1, más preferiblemente entre 0,5:1 y 20:1.

- 50
9. Un método según las reivindicaciones 1-8, en donde el solvente del componente (B) es seleccionado de los solventes que no contengan anillos heterocíclicos con al menos un átomo de oxígeno y que muestren actividad agroquímica inferior a 70% en las especies objetivo.
10. Un método según las reivindicaciones 1-9, en donde el solvente del componente (B) es seleccionado de:
- alquilbencenos C_9-C_{20} , preferiblemente $C_{10}-C_{16}$, y sus mezclas, en donde el alquilo puede ser lineal o ramificado. Por ejemplo Solvesso® 150, Solvesso® 200, Solvesso® 150 ND, Solvesso® 200 ND, preferiblemente en las versiones libres de residuos de naftaleno se pueden mencionar Solvesso® 150 ND, Solvesso® ND;
 - alquil ésteres C_1-C_4 de ácidos dicarboxílicos C_3-C_{14} , como por ejemplo dimetil glutarato, dimetil succinato, dimetil adipato, dimetil sebacato, diisopropil miristato o sus mezclas, preferiblemente DBE (una mezcla que contiene 55-65% peso/peso de dimetil glutarato, 15-25% de dimetil succinato y 10-25% de dimetil adipato);
 - alquil ésteres C_3-C_{10} de ácidos carboxílicos C_3-C_{10} o hidroxiácidos, como por ejemplo Purasolv® EHL (etilhexil lactato);
 - metil ésteres de ácidos grasos $C_{12}-C_{22}$ saturados o insaturados o sus mezclas, preferiblemente ácido oléico y ácido linoléico o sus mezclas, por ejemplo biodiesel;
 - alquil ésteres C_7-C_9 de ácido acético, por ejemplo heptilacetato (Exxate® 700, Exxate® 900)
11. Un método según las reivindicaciones 1-10, en donde el componente (B) es una mezcla que comprende el solvente para al menos 50% peso/peso, preferiblemente para al menos 70%, más preferiblemente para al menos 80%, y surfactantes no iónicos para la parte restante a 100% peso/peso, preferiblemente en mezcla con surfactantes aniónicos.
12. Un método según la reivindicación 11, en donde los surfactantes no iónicos son seleccionados de alquilarilfenoles, preferiblemente etoxilados, más preferiblemente tristirilfenoles etoxilados, alcoholes grasos etoxilados, aceite de castor etoxilado, oleato de sorbitan etoxilado, en donde las unidades etoxiladas pueden oscilar entre 1-60, preferiblemente entre 5-40; los surfactantes aniónicos son seleccionados de sulfonatos, sulfosuccinatos,

preferiblemente dodecylbencensulfonatos, más preferiblemente Geronol® 60 BE, o dioctilsulfosuccinato, aún más preferiblemente como sales, aún más preferiblemente sales Ca, Na o sales aminas.

13. Un método según las reivindicaciones 1-12, en donde las suspensiones (A) tienen una concentración de ingrediente activo de 1% hasta 60% peso/peso, preferiblemente de 2,5% a 55%, más preferiblemente de 5% a 45%
14. Un método según las reivindicaciones 1-13, en donde las microcápsulas de las suspensiones (A) tienen una cáscara formada de una membrana polimérica insoluble en agua, preferiblemente formada de polímeros obtenidos de policondensación, más preferiblemente de polímeros seleccionados de poliamidas, poliésteres, poliuretanos, poliureas, aún más preferiblemente poliureas.
15. Un método según las reivindicaciones 1-14, en donde el principio activo encapsulado es un producto de protección de cultivos, preferiblemente seleccionado de herbicidas, acaricidas, insecticidas, fungicidas, biocidas, plantas y reguladores de crecimiento de insectos, antídotos.
16. Un método según la reivindicación 15, en donde el herbicida es seleccionado de dinitroanilinas, cloroacetamidas, carbamatos y difeniléteres; preferiblemente de pendimetalin, trifluralina, alaclor, acetoclor, dimetenamida, metolaclor, petoxamida, pretilaclor, molinato, trialato, EPTC, oxifluorfen, fluorocloridona, clomazona, diclobenil; más preferiblemente oxifluorfen.
17. Un método según la reivindicación 15, en donde el acaricida es seleccionado en la clase METI, preferiblemente fenazaquin y piridaben.
18. Un método según la reivindicación 15, en donde el insecticida es seleccionado de piretroides, neonicotinoides, carbamatos y organofosfatos; preferiblemente de bifentrina, α -cipermetrina, cipermetrina, deltametrina, imiprotrina, λ -cihalotrina, praletrina, tetrametrina; fosmet, clorpirifos, naled, fenitrothion; imidacloprid, carbosulfano, pirimicarb, aldicarb, tiodicarb, carbofurano y propoxur; más preferiblemente bifentrina α -cipermetrina, deltametrina y λ -cihalotrina.
19. Un método según la reivindicación 15, en donde el fungicida es seleccionado de clases de imidazoles, triazoles y anilinopirimidinas; más

preferiblemente de imazalil, tetraconazol, tebuconazol, propiconazol, pirimetanil.

20. Un método según las reivindicaciones 1-19, en donde el ingrediente activo en la microcápsula está mezclado con otros ingredientes activos de la misma clase o de diferentes clases.
21. Un método según las reivindicaciones 1-20, en donde las microcápsulas comprenden solventes y modificadores de actividad.
22. Un método según las reivindicaciones 1-21, en donde la suspensión (A) comprende otros solventes seleccionados de dispersantes, excipientes como espesantes, agentes antiespuma, anticongelación, anti-moho, y modificadores de actividad.
23. Un método según las reivindicaciones 21-22, en donde el modificador de actividad es seleccionado de:
 - "safener", preferiblemente furilazol, cloquintocet-mexilo, en el caso de herbicidas;
 - agentes sinergizantes del ingrediente activo, como por ejemplo PBO (piperonilbutóxido), en particular en el caso de insecticidas y fungicidas, o en el caso de herbicidas;
 - una feromona sexual, cairomona, en el caso de insecticidas.
24. Un método según las reivindicaciones 21-23, en donde el solvente es seleccionado de los del componente (B)
25. Las composiciones (A)+(B)+(C) según las reivindicaciones 1-24
26. Un proceso para preparar las composiciones de la reivindicación 25, que comprende:
 - agregar por separado el componente (B) y el componente (A) al componente (C), manteniendo preferiblemente el componente (C) bajo agitación hasta que alcance la concentración del ingrediente activo correspondiente a la tasa agronómicamente efectiva; o
 - agregar el componente (B) a la suspensión (A), o viceversa, obteniendo de este modo una mezcla no diluida (A)+(B) y diluyendo esta

- composición con agua (componente (C)) hasta que alcance la tasa de aplicación del ingrediente activo.
27. Las composiciones (A)+(B) según las reivindicaciones 1-24.
28. Composiciones según la reivindicación 27 formadas de:
- (A) suspensión de microcápsulas de poliurea que comprende un herbicida, preferiblemente oxifluorfen;
- (B) una mezcla que contiene Solvesso y surfactantes no iónicos, opcionalmente, surfactantes aniónicos
- la relación por peso entre el solvente del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) siendo de 01,:1 y 1:1, preferiblemente entre 0,2:1 y 0,8:1
29. Composiciones según la reivindicación 27, formadas de:
- (A) suspensión de microcápsulas de poliurea que comprenden un insecticida, preferiblemente λ -cihalotrina;
- (B) una mezcla que contiene Solvesso y/o Biodiesel, y surfactantes no iónicos, opcionalmente surfactantes aniónicos
- en donde la relación entre el/los solvente(s) del componente (B) y el ingrediente activo del componente (A) comprende entre 0,2:1 y 6:1, preferiblemente 0,5:1 y 4:1, más preferiblemente 0,8:1 y 2:1
30. Composiciones (A)+(B) de las reivindicaciones 28-29 diluidas hasta la tasa de aplicación del ingrediente activo.
31. Uso de las composiciones de las reivindicaciones 25, 28-30 como herbicidas, insecticidas, fungicidas.

EXTRACTO PARA LA PUBLICACION
SOLICITUD DE PATENTE
PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

.(21). No. SOLICITUD .(51) INT.CL: A01N 25/28

.(22) FECHA DE PRESENTACION # .(71) SOLICITANTE:
SIPCAM S.p.A.
ENDURA S.p.A.

.(30) PRIORIDAD

.(31) No. DE SOLICITUD MI2007A001289 .(72) INVENTORES:
Carlota GOBBI
Lucio BASSETTI
Valerio BORZATTA
Marco BERNARDINI
Francesca BORGIO
Luigi CAPUZZI

PRESENTACION Junio 28, 2007

.(33) PAIS ITALIA .(74) APODERADO:
Luis Felipe Castillo-Gibsone

.(54) TITULO: METODO PARA MODULAR LA TASA DE LIBERACION DE INGREDIENTES ACTIVOS
MICROENCAPSULADOS

.(57)

REIVINDICACIONES

1 Un método para modular la tasa de liberación de ingredientes activos (i.a.) microencapsulados, que comprende los siguientes pasos:

(I) preparación de una suspensión acuosa (A) que comprende microcápsulas de al menos un ingrediente activo,

(II) preparación de un líquido emulsificable en agua, componente (B), que comprende un solvente del ingrediente activo y al menos un surfactante,

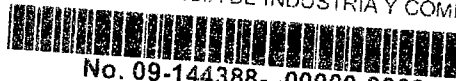
(III) agua, componente (C) para diluir el ingrediente activo a la tasa de aplicación, y mezclar (A), (B) y (C) .

26 Un proceso para preparar las composiciones de la reivindicación 25, que comprende:

- agregar por separado el componente (B) y el componente (A) al componente (C) , manteniendo preferiblemente el componente (C) bajo agitación hasta que alcance la concentración del ingrediente activo correspondiente a la tasa agronómicamente efectiva; o

- agregar el componente (B) a la suspensión (A), o viceversa, obteniendo de este modo una mezcla no diluida (A)+(B) y diluyendo esta composición con agua (componente (C)) hasta que alcance la tasa de aplicación del ingrediente activo.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-144388-00000-0000

Fecha: 2009-12-17 11:16:50 Dep. 2020 DIR.NUEVASGR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 60



LISTA DE CHEQUEO
ADMISIÓN A TRÁMITE - NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION ☒

MODELO DE UTILIDAD ☐

Art 33 Decisión 486/00

☒
☒
☒
☐
☒

Indicación que se solicita una patente.

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

Descripción de la invención

Dibujos de ser estos pertinentes

Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)

Completa ☐

Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☐

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☐
☐
☐
☐

Indicación que se solicita una PCT

Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)

Dibujos de ser estos pertinentes

Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)

Completa ☐

Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

☐
☐
☐
☐

Indicación que se solicita Diseño Industrial

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño

Comprobante de pago de las tasas establecidas

Completa ☐

Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

☐
☐
☐
☐

Indicación que se solicita un esquema de trazado

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

Representación gráfica de un esquema de trazado

Comprobante de pago de las tasas establecidas

Completa ☐

Incompleta ☐



Bogotá,
2020

Doctor(a)
CASTILLO GIBSON LUIS FELIPE
Apoderado(a) y/o Representante de
SIPCAM S.P.A.
ENDURA S.P.A.

REFERENCIA	Radicación No.	9 144388
	Solicitud internacional	PCT/EP2008/005271
	Fecha inicio fase nacional	28/01/2010
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	

Nº 018341

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. El solicitante debe aclarar si la solicitud corresponde al capítulo I o II del PCT por que la indicación en el petitorio no corresponde a los documentos del expediente, en caso necesario adjuntar los documentos que corresponden.
2. El solicitante debe presentar un nuevo título que permita identificar la materia de la cual trata la solicitud, ya que el título relacionado no se encuentra con la precisión necesaria para identificar claramente el objeto de la solicitud de patente. (Regla 4.3 PCT, Art 26-27 D-486, Circular única 5.2.9)
3. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante, conforme a lo establecido por el artículo 26 literal k) de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, estos deberán legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil. Cuando se trate de las declaraciones a que hace referencia la Regla 4.17 ii) del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes PCT., el alcance de las tales declaraciones se determinará según indiquen claramente una cesión de derechos del inventor al solicitante o su causante, de conformidad con lo dispuesto en el numeral 5.2.15 del Capítulo Quinto, Título X de la Circular Única de Superintendencia de Industria y Comercio.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Al contestar favor indique el número
de radicación consignado en el rótulo

Continúa en la página siguiente...

Sede Centro: Carrera 13 No. 27-00 pisos 2, 5, 7 y 10 PBX: 5870000
Sede CAN: Av. Carrera 50 No. 26 - 55 int.2. Tel 5880070
Call Center 6513240. Línea 01800-910165
Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co
Bogotá D.C. Colombia



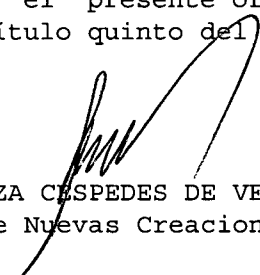
BICENTENARIO
2010
100 años de la República de Colombia



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Radicación No.: 9 144388

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Directora de Nuevas Creaciones (c)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 12 FEB. 2010
adpall

Al contestar favor indique el número
de radicación consignado en el rótulo

Sede Centro: Carrera 13 No. 27-00 pisos 2, 5, 7 y 10 PBX: 5870000
Sede CAN: Av. Carrera 50 No. 26 - 55 int.2. Tel 5880070
Call Center 6513240. Línea 01800-910165
Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co
Bogotá D.C. Colombia



Bogotá,
2020

Doctor(a)
CASTILLO GIBSON LUIS FELIPE
Apoderado(a) y/o Representante de
SIPCAM S.P.A.
ENDURA S.P.A.

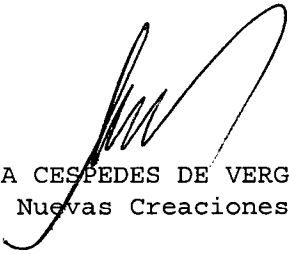
REFERENCIA	Radicación No.	9 144388
	Solicitud internacional	PCT/EP2008/005271
	Fecha inicio fase nacional	28/01/2010
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	

01835

Teniendo en cuenta que el capítulo reivindicatorio presentado excede de quince reivindicaciones, es necesario que cancele la tasa establecida por cada reivindicación adicional presentada, de conformidad con lo dispuesto en la resolución de tasas vigente para la fecha de presentación de la solicitud, so pena de que no sean tenidas en cuenta dentro del presente trámite administrativo.

En consecuencia, con fundamento en lo previsto por el artículo 12 del Código Contencioso Administrativo, se le requiere para que dentro del término de dos (2) meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio atienda el requerimiento aquí señalado. Lo anterior, con el alcance que para tal efecto establece el artículo 13 de la misma codificación, respecto de las reivindicaciones adicionales.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Directora de Nuevas Creaciones (c)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 12 FEB. 2010
adpall