

COMPOSICIONES HERBICIDAS ESTABLES

Campo Técnico de la Invención

5 La presente invención se relaciona a una composición herbicida particularmente estable en bajas temperaturas. La presente invención proporciona una composición herbicida estable que comprende una sal inorgánica de ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, N-óxido de (C₈-C₂₀)
10 alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica que presenta una excelente estabilidad a bajas temperaturas.

Antecedentes de la Invención

15 La estabilidad de la formulación de pesticida, en particular la estabilidad en bajas temperaturas de la formulación ha sido de gran preocupación cuando se expone a diversas condiciones climáticas cambiantes. La estabilidad de un producto formulado puede estar influenciada por
20 muchos factores y es un factor muy importante en la determinación de la eficacia de la formulación. Las formulaciones pueden someterse tanto en cambios físicos como químicos que dependen del medio ambiente al que están expuestos. Ya que muchos pesticidas son para el mercado
25 global, la variabilidad de las condiciones climáticas bajo

las cuales las formulaciones suelen almacenarse deben tomarse en cuenta cuando se desarrolla nuevas formulaciones de pesticidas. La estabilidad en bajas temperaturas es de particular importancia para las formulaciones a base de líquido cuando necesitan ser utilizadas o expuestas en regiones más frías. La precipitación de la sustancia activa y/o surfactantes así como la congelación de formulaciones durante el almacenamiento en regiones de bajas temperaturas climáticas llevará a dificultades en la práctica en el manejo del producto y una mezcla inadecuada en el tanque que resultará en una bioeficiencia pobre.

En vista del hecho que los adyuvantes juegan un papel principal en la determinación de las propiedades de una formulación así como, en mejorar la actividad de los ingredientes activos, la elección de adyuvantes adecuados es fundamental para decidir la bioeficiencia de una formulación particular. Considerando las preocupaciones ambientales y los requisitos reglamentarios estrictos, la forma más inteligente para que los formuladores agroquímicos avancen es utilizar mejores adyuvantes específicos y reducir el volumen de los disolventes orgánicos. Sin embargo sigue siendo un reto solucionar los problemas asociados con los parámetros tales como estabilidad, solubilidad, compatibilidad, espuma, suspensión, penetración de distribución etc. Aunque se han

desarrollado adyuvantes específicos para solucionar estas preocupaciones, el desarrollo de formulaciones estables que incorporan estos adyuvantes sigue siendo un reto.

La US3527593 divulga el uso de nitróxido como agente humectante en composiciones herbicidas que contienen herbicidas.

La US4168963 divulga que el ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico (denominado como glufosinato a continuación en el presente), sus sales, sus isómeros y sus derivados incluyendo sales, poseen una buena y amplia actividad contra malas hierbas de muchas familias botánicas. El L-enantiómero del glufosinato se considera como el isómero biológicamente activo. La sal de amonio de estos compuestos es particularmente importante. Generalmente se formulan como soluciones acuosas.

Como los ingredientes activos solubles en agua tales como amonio de glufosinato son preferentemente formulados como soluciones acuosas, la solidificación de formulación puede ocurrir a bajas temperaturas, especialmente con concentración elevada del ingrediente activo y adyuvantes.

La US5491125 divulga composiciones herbicidas líquidas de Glufosinato. La patente divulga el uso de varias clases de surfactantes que se pueden utilizar para formular glufosinano en su forma de sal. Los surfactantes

incluyen surfactantes no iónicos, aniónicos y una combinación de surfactantes no iónicos y/o aniónicos.

Además se ha divulgado en la US5491125 que la actividad de estos compuestos puede mejorarse efectivamente mediante la adición de agentes de superficie activa muchos de los cuales están disponibles en la materia.

Sin embargo, la mayoría de las formulaciones preparadas en los ejemplos en la descripción de US5491125 utilizando estos surfactantes resultan en cualquier formulación turbia, o hay una separación sólida o formación cristalina en temperatura inferior a 0 °C.

Por lo tanto se puede concluir que aunque el glufosinato puede combinarse con los surfactantes mencionados en US5491125, una formulación estable que es estable a temperatura inferior a 0 °C no puede prepararse y ponerse en práctica en el campo donde las temperaturas están por debajo de 0 °C.

Se entiende que cuando los ingredientes activos y/o adyuvantes son sólidos a temperatura ambiente, en bajas temperaturas, sus formulaciones acuosas tienen la tendencia de cristalización de los sólidos presentes en las mismas. Esto es más por lo que cuando las concentraciones del ingrediente activo y/o adyuvantes están en un lado superior, que es más del 30% del peso de la formulación. Dichas formulaciones cuando se almacenan bajo condiciones

climáticas más frías, requieren mayor calentamiento de la formulación para hacerla homogénea para permitir un uso adicional. Estos procedimientos son a menudo inseguros y pueden afectar la bioeficiencia del producto. Puede haber una fase desigual resultando en una distribución desigual del ingrediente activo y el surfactante que resulta en una aplicación desigual, inadecuada y a menudo insuficiente del ingrediente activo que resulta en la ineficacia de la formulación.

Por lo tanto, hay una necesidad en la materia de composiciones estables; en particular, composiciones estables a bajas temperaturas, especialmente en temperaturas bajo de cero, mientras mantienen la bioeficiencia de las formulaciones.

15

Objetivo de la invención

Es un objeto de la presente invención proporcionar una composición herbicida que comprende glufosinato que es estable a bajas temperaturas.

20

Es otro objeto de la presente invención proporcionar una composición herbicida líquida que comprende glufosinato que es estable a bajas temperaturas.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para una composición herbicida que comprende glufosinato que es estable a bajas temperaturas.

5 Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar una composición herbicida que comprende glufosinato con una menor cantidad de disolventes orgánicos.

Todavía otro objeto de la invención es proporcionar una composición herbicida que comprende glufosinato que es
10 bioefectivo.

Otro objeto de la invención es proporcionar una composición herbicida que comprende glufosinato que puede utilizarse en bajas temperaturas.

15 **Breve descripción de la invención**

La presente invención proporciona una composición herbicida estable a bajas temperaturas que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus
20 isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases, N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

Además se proporciona un proceso para la preparación
25 de una composición herbicida estable a bajas temperaturas

que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases, N-
5 óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

En otro aspecto se proporciona un método para utilizar una composición que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros,
10 mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases, N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y sal de amonio inorgánica que es estable en bajas temperaturas para controlar efectivamente las especies de malas hierbas
15 indeseables.

Descripción detallada

La presente invención se relaciona con una
20 composición herbicida que comprende glufosinato que demuestra una excelente estabilidad a bajas temperaturas y es bioeficiente. La presente invención particularmente se relaciona a una composición líquida que comprende glufosinato que es estable en temperaturas por debajo de

los 0 °C con alta carga de los ingrediente/s activos y/o adyuvante/s.

US5491125 (para Albrecht) divulga formulaciones herbicidas líquidas de glufosinato en donde se han
5 divulgado una variedad de surfactantes que pueden utilizarse en la formulación. Sin embargo, las formulaciones sufren el inconveniente de la estabilidad en bajas temperaturas. Las formulaciones son tanto turbias o tienen formación de cristales o tienen una separación
10 sólida cuando son probadas para la estabilidad en temperatura por debajo de 0 °C. Aunque se dice que las formulaciones son bioeficientes en el control de malas hierbas, no son utilizables debido a la inestabilidad en bajas temperaturas.

15 Sorprendentemente, los inventores de la presente invención descubrieron que el problema de la estabilidad en bajas temperaturas de la composición de glufosinato puede ser superado mediante el uso de adyuvantes en donde los adyuvantes comprenden un N-óxido de (C₈-
20 C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

El sulfato de amonio es conocido como un adyuvante de mezcla de tanque para herbicidas.

Dicha combinación de un N-óxido de (C₈-C₂₀) alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica para

llegar a una composición que es estable en bajas temperaturas, no es conocido en la materia.

Además, los inventores de la presente invención observaron que la composición de sal de glufosinato acuosa con una excelente estabilidad a bajas temperaturas preparada utilizando la combinación cuidadosa de un N-óxido de (C₈- C₂₀)alquildimetilamina, una sal de amonio inorgánica también demuestra una mejor bioeficiencia. Una combinación de los adyuvantes de la presente invención que se encuentra efectiva con una alta carga de un ingrediente activo que alcanza excelente estabilidad y bioeficiencia es sorprendente en vista del hecho conocido e identificado de que altas concentraciones de adyuvantes se requieren para obtener un control efectivo de las malas hierbas mientras se utiliza una formulación de glufosinato. La composición de acuerdo con la presente invención se encontró que es altamente efectiva en el control de malas hierbas.

La presente invención proporciona una composición herbicida estable a bajas temperaturas que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o ésteres de alquilo inferiores de los mismos o sales de los mismos con ácidos o bases, N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

En una modalidad de la presente invención la composición comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados, o sus ésteres de alquilo inferiores de los mismos o sales de los mismos con ácidos o bases preferentemente el racemato o sus sales como el ingrediente activo.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, el ingrediente activo se puede seleccionar de glufosinato, ésteres de alquilo inferior del mismo o sales del mismo con ácidos o bases tal como sus clorhidrato, sal de monosodio, sal de disodio, sal de monopotasio, sal de dipotasio, sal de disodio, sal de monopotasio, sal de dipotasio, sal de monocalcio, sal de amonio, sal de $\text{NH}_3(\text{CH}_3)^+$, sal de $-\text{NH}_2(\text{CH}_3)_2^+$, sal de $-\text{NH}(\text{CH}_3)_3^+$, $-\text{NH}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})^+$, $-\text{NH}_2(\text{CH}_3)(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})^+$, o su éster metílico, éster etílico, éster propílico o éster butílico.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención, el ingrediente activo es sal de amonio glufosinato.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, la composición comprende desde alrededor de 1% a alrededor de 50% en peso de sal de glufosinato, entre 5-50% en peso de la composición.

En una modalidad N-óxido de (C₈-C₂₀) alquildimetilamina es el adyuvante a ser utilizado en la presente invención en donde, el átomo de nitrógeno del óxido de amina porta al menos un grupo alifático de cadena
5 larga que tiene de 8 a 20 átomos de carbono. Los ejemplos de N-óxido de (C₈- C₂₀)alquildimetilamina incluyen N-óxidos de decil-, dodecil, tetradecil-, pentadecil-, y hexadecil y octadecil dimetilamina. Los N-óxidos de amina preferido son N-óxido tetradecildimetilamina que también se refiere como
10 a N-óxido de miristildimetil amina y N-óxido dodecildimetilamina que también se refiere como N-óxido dimetilamina lauril.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención, la composición puede contener desde alrededor de
15 1% a alrededor de 35% en peso de N-óxido de (C₈- C₂₀)alquildimetilamina, más preferentemente es de alrededor de 8% a alrededor de 30% en peso de la composición.

En una modalidad de la presente invención la sal de amonio inorgánica es seleccionada de las sales tales como
20 sulfato de amonio, cloruro de amonio, bromuro de amonio, nitrato de amonio y nitrito de amonio.

De acuerdo con una modalidad preferida la sal de amonio inorgánica es sulfato de amonio.

De acuerdo con otra modalidad de la presente
25 invención, la composición puede contener desde alrededor de

0.1% a alrededor de 10% en peso de sal de amonio inorgánica más preferentemente desde alrededor de 1% a alrededor de 7% en peso de la composición.

En una modalidad de la presente invención, la
5 composición comprende además uno o más disolventes orgánicos.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención, los disolventes pueden seleccionarse de pero no se limitan a: un disolventes de agua mezclable polar/no
10 polar o de agua no mezclable polar/no polar, por ejemplo; ésteres de alquilo de ácido ftálico y ácido trimelítico; hidrocarburos aromáticos tales como xileno, solvesso-100, solvesso-150, solvesso-200, bencenos de alquilo; metilnaftaleno; mezclas de hidrocarburos cicloalifático o
15 alifático aromáticos tales como hexano y heptanos; ftalatos; cetonas tales como ciclohexano, 2-octano o acetofenona, cetonas cíclicas insaturadas o saturadas de metil isobutil cetona tales como isoforona, hidrocarburos clorados; aceites vegetales y aceites vegetales
20 modificados; glicoles y sus derivados; alcoholes alifáticos, alcoholes alifáticos alcoxi o mezclas de dichos dos o más disolventes. Otros disolventes pueden ser carbonatos de alquilenos (como carbonato de propileno), alquilamidas y ésteres tales como ésteres de alquilo de
25 ácidos monocarboxílicos y ácido dicarboxílico, éster-

amidas, éteres cíclicos como furano y sus derivados o mezclas de los mismos.

En una modalidad de la presente invención, el disolvente orgánico es seleccionado de glicoles y sus derivados, alcoholes alifáticos, alcoholes alifáticos alcoxi o mezclas de dichos dos o más disolventes.

En otra modalidad de la presente invención, el disolvente orgánico es seleccionado de glicoles y/o alcoholes alcoxi.

En una modalidad de la presente invención la composición comprende desde alrededor de 1% a alrededor de 40% en peso de disolventes polares mezclables en agua, preferentemente es de alrededor de 5% a alrededor del 20% en peso de la composición.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, una baja temperatura se refiere a una temperatura inferior a 10 °C, preferentemente es inferior a 5 °C y más preferentemente es 0 °C e inferior a 0 °C.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, la composición puede comprender junto con glufosinato o sus sales otro ingrediente activo seleccionado de diferentes clases de pesticidas incluyendo fungicidas, insecticidas y herbicidas, preferentemente con herbicidas y mezclas de los mismos.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención, los activos pueden ser preferentemente herbicidas no solubles en agua o solubles en agua seleccionado de: herbicidas difenil éter tales como oxifluorfen, acifluorfen y sus sales, lactofen y sus sales, fomesafen y sus sales; herbicidas análogos de pirimidiniloxibenzóico tales como piritiobac sodio, bispiribac sodio; herbicidas a base de organofósforo tal como glifosato y sus sales, bilanafos y sus sales, bialafos y sus sales; herbicidas de Bipiridinio tales como el paraquat y diquat y sales de los mismos; herbicidas de ácido ariloxialcanóico tales como 2, 4-D y sus sales y ésteres, MCPA, MCPB y sus sales; herbicidas de ariloxifenoxipropiónicos tales como haloxifop, isómeros y ésteres, clodinafop y sus ésteres; herbicidas de piridina tales como triclopir, picloram, aminopiraldid y sales de los mismos; herbicidas aromáticos tales como el dicamba, 2,3,6-TBA, tricamba y sus sales; herbicidas de ácidos piridincarboxílicos tales como clopiraldid; Imidazolinonas seleccionadas de imazameth imazamethabenz, imazamox, imazapic, imazapir, imazaquin, imazetapir; herbicidas tales como herbicidas de sulfonilurea tales como flazasulfurón, rimsulfurón, bensulfurón, etoxisulfurón, mesosulfurón, oxasulfurón, pirazosulfurón-etil y sus sales; herbicidas de ciclohexandionaoxima tales como cletodim y

sus sales, herbicida de cloroacetamida tales como metolaclor y sus sales e isómeros, herbicidas de fenil ftalimida tales como flumioxazin y sus sales, mesotriona, herbicidas de dinitroanilina tales como orizalin, pendimetalin, profluarin, trifluarin y sus sales, herbicidas de ácido dicarboxílico bicíclico tales como endotal y sus sales o mezclas de dichos herbicidas.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención la composición que comprende más de un ingrediente activo se puede formular en vías adecuadas, no limitando a concentrado soluble, concentrado de suspensión o emulsiones agua en aceite o aceite en agua, microemulsiones y suspoemulsiones.

Los procesos para preparar dichas formulaciones son conocidos en la materia y no son particularmente limitantes.

En una modalidad de la presente invención se proporciona un proceso para la preparación de una composición herbicida estable a bajas temperaturas que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o ésteres de alquilo inferiores de los mismos o sales de los mismos con ácidos o bases, N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención se proporciona un proceso para la preparación de una composición de herbicida estable en donde dicho proceso comprende mezclar glufosinato de amonio en un contenedor de formulación con agua y disolvente seguido de la adición de una cantidad calculada de N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y sal de amonio inorgánica, y si se requiere además adyuvantes, disolventes u otros componentes habituales tales como agente humectante, agente de coloración o antiespumante seguido por la homogeneización de la mezcla resultante para obtener una solución clara.

La composición de glufosinato de acuerdo con la presente invención puede comprender además otros excipientes agronómicamente adecuados tales como surfactantes, disolvente, abonos, modificadores de pH, inhibidores de la cristalización, modificadores de viscosidad, agentes de suspensión, modificadores de gotitas de aerosol, pigmentos, antioxidantes, agentes espumantes, agentes de bloqueo de luz, agentes compatibilizantes, agentes antiespumantes, agentes de secuestro, agentes neutralizantes, inhibidores de corrosión, colorantes, odorantes, agentes de difusión, ayudantes de penetración, micronutrientes, emolientes, lubricantes, agentes de pegado, agentes de dispersión, agentes de espesamiento ,

depresores del punto de congelación, agentes antimicrobianos y similares.

En una modalidad de la presente invención, los surfactantes pueden seleccionarse de compuestos activos (surfactantes) de superficie aniónica, catiónica o zwitteriónico y/o no iónica. Ejemplos de surfactantes aniónicos incluyen: derivados aniónicos de alcoholes grasos que tienen 10-24 átomos de carbono en forma de éter carboxilatos, sulfonatos, sulfatos y fosfatos y sus sales inorgánicas (por ejemplo, sales de metales alcalinos y metales alcalinotérreos) y sales orgánicas (por ejemplo, sales basadas en amina o alcanolamina); derivados aniónicos de copolímeros que consisten de unidades EO (óxido de etileno), PO (óxido de propileno) y/o BO (óxido de butileno), en la forma de éter carboxilatos, sulfonatos, sulfatos y fosfatos y sus sales inorgánicas (por ejemplo, sales de metales alcalinos y de metales alcalinotérreos) y sales orgánicas (por ejemplo, sales basadas en amina o alcanolamina); derivados de aductos de óxido de alquileo de alcoholes, en la forma de éter carboxilatos, sulfonatos, sulfatos y fosfatos, y sus sales inorgánicas (por ejemplo, sales de metales alcalinos y metales alcalinotérreos) y sales orgánicas (por ejemplo, sales basadas en amina o alcanolamina); derivados de ácidos grasos alcóxilados, en forma de éter carboxilatos, sulfonatos, sulfatos y fosfatos

y sus sales inorgánicas (por ejemplo, sales de metales alcalinos y metales alcalinotérreos) y sales orgánicas (por ejemplo, sales basadas en amina o alcanolamina).

5 Ejemplos de surfactantes catiónicos o zwitteriónicos se pueden seleccionar de aductos de óxido de alquileo de aminas grasas, compuestos de amonio cuaternario que tienen 8 a 22 átomos de carbono (C8-C22), compuestos zwitteriónicos activos de superficie tales como tauridas, betaínas y sulfobetainas.

10 Ejemplos de surfactantes no iónicos son: alcoholes grasos que tienen 10-24 átomos de carbono con 0-60 EO y/o 0-20 PO y/o 0-15 BO en cualquier orden; los alcoxilados de ácidos grasos y alcoxilados de triglicéridos; alcoxilados de amina de ácido graso; aductos de óxido de alquileo de alquinedioles; derivados de azúcar tales como amino azúcar y amido azúcares; derivados de poliacrílico y polimetacrílico; poliamidas tales como gelatinas modificadas o derivadas de ácido poliaspártico; compuestos de polivinilo surfactante tales como PVP modificado; 15 aductos de óxido de alquileo basado en poliol; poliglicéridos y derivados de los mismos.

Los surfactantes no iónicos pueden seleccionarse del grupo de los alquilpoliglucósidos. Los agentes antiespumantes pueden seleccionarse de, pero no se limitan 20 a agentes a base de silicio y sin base de silicio. Los

agentes a base de silicona pueden seleccionarse de aceite de silicona, siloxano modificado por polidimetilsiloxano, y los agentes no basados en silicona se pueden seleccionar se antiespumantes a base de aceite mineral, aceites vegetales, 5 ácidos grasos y sus derivados, aminas grasas y sus derivados, ámidas de ácido graso, amidas de ácido graso, amidas de ácido graso sustituidas y sus derivados, polialquilenglicol y fosfato de tributil.

Los agentes de coloración pueden seleccionarse de 10 diferentes tintes de formulación conocidos en la materia.

La composición de acuerdo con la presente invención se puede mezclar en tanque con otros activos o alternativamente se pueden vender como un *kit* de partes que contienen activos y adyuvantes que pueden mezclarse antes 15 de esparcir o un *kit* de mezcla listo de partes que contienen composiciones premezcladas de los adyuvantes y activos descritos a continuación.

En una modalidad del producto herbicida en empaque múltiple, los adyuvantes pueden contenerse en un contenedor 20 separado.

Preferiblemente, cuando los adyuvantes se contienen en un contenedor separado, el producto herbicida de empaques múltiples incluye un manual de instrucciones que instruyen al usuario a mezclar los adyuvantes con el 25 ingrediente activo.

De acuerdo con otra modalidad, el producto de
empaques múltiples opcionalmente comprende contenedores que
contienen otros agentes seleccionados de otros ingredientes
activos y/o adyuvantes/surfactantes agroquímicos que pueden
5 mezclarse antes de la aspersión.

Por consiguiente, en una modalidad preferida, la
presente invención proporciona un producto herbicida de
empaques múltiples que comprenden:

a) un primer contenedor que contiene ácido 2-amino-
10 4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus
isómeros, mezcla de isómeros, derivados, ésteres de alquilo
inferiores de los mismos o sales de los mismos con ácidos o
bases como un ingrediente agroquímico activo;

b) un segundo contenedor que contiene un N-óxido de
15 (C₈- C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica;

c) opcionalmente un tercer contenedor que contiene
otros adyuvantes/surfactantes/disolventes; y

d) un manual de instrucciones que instruyen a un
usuario para mezclar dichos ingredientes antes de la
20 aplicación.

Para preparar una composición de acuerdo con la
presente invención, el ingrediente activo se mezcla en un
recipiente de fórmula con agua y disolvente seguido de la
adición de la cantidad calculada de N-óxido de (C₈-
25 C₂₀)alquildimetilamina y sulfato de amonio. Si se requiere

más adyuvantes habituales, disolventes u otros componentes tales como agente humectante, agente de coloración o antiespumante se pueden agregar. Se homogeneiza la mezcla resultante para obtener una solución transparente claro. La
5 formulación obtenida es clara y no se observa una fase de separación a 54 °C, 25 °C, 14 °C y 0 °C después de 7/14 días según las normas de CIPAC (MT 39.3), indicando que la composición es estable. Se ha realizado una prueba bajo cero manteniendo las muestras a -5 °C durante 14 días.

10 Los inventores de la presente invención consiguieron inventar una composición estable mediante la combinación cuidadosa de glufosinato o sus sales con un N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina tal como N-óxido de miristil dimetil amina o N-óxido lauril dimetilamina, una sal de amonio
15 inorgánica tal como sulfato de amonio y combinación de disolventes tales como glicoles y alcoholes alcoxi. Se ha llegado a la concentración óptima de los adyuvantes así como disolventes que llevan a una composición estable por los experimentos como se ejemplifica a continuación.

20 **Ejemplos:**

Ejemplo 1:

Una composición de glufosinato de amonio (280g/l) de acuerdo con la presente invención se preparó de la siguiente manera:

Tabla 1:

Ingredientes	(% p/p)
Glufosinato de amonio	26
1-Metoxi-2-propanol	8.0
Propilenglicol	10.0
N-óxido miristil dimetil amina	20.0
Sulfato de amonio	3.0
Alquilamina etoxilada	0.50
Agua	32.5

Ejemplo 2:

Una composición de glufosinato de amonio (150g/l) de acuerdo con la presente invención se preparó de la siguiente manera:

Tabla 2:

Ingredientes	(% p/p)
Glufosinato de amonio	14.20
1-Metoxi-2-propanol	10.0
Propilenglicol	15.0
N-óxido miristil dimetil amina	18.0
Sulfato de amonio	5.0
Alquilamina etoxilada	0.50
Antimussol 3470FL	0.60
Agua	36.7

Las composiciones se prepararon de la siguiente manera:

5 a. El glufosinato de amonio se mezcló en un recipiente de fórmula con agua, propilenglicol seguido de la adición de 1-metoxi-2-propanol, N-óxido miristil dimetil amina, sulfato de amonio y otros excipientes tales como alquilamina etoxilada y/o antiespumante en las cantidades requeridas uno tras el otro. Se homogeneizó la mezcla resultante para obtener una solución transparente claro.

10 b. Opcionalmente el pH de la solución se ajustó para obtener una composición de pH estable que después se filtró para eliminar las impurezas sólidas.

Las composiciones obtenidas eran claras y no se produjo una fase de separación a 54 °C, 25 °C, 14 °C, 0 °C y -5 °C después de 7/14 días indicando que las composiciones fueron estables en todos los rangos de temperatura.

Los detalles de la muestra y los datos de estabilidad de las composiciones preparadas de acuerdo con la presente invención se ilustran en la Tabla 3 y 4.

Tabla 3: Detalles de la muestra

Número de composición de la muestra	Ingrediente activo	(% en peso)	Disolventes X: Y (% en peso)	N-óxido alquil dimetilamina (% en peso)	Sulfato de amonio (% en peso)
1	A	11.88	12:7	8 ^a	7
2	A	11.88	16:10	20	7
3	A	24,7	9:4	20 ^a	4
4	A	14.1	9:8	10 ^a	1
5	A	14.16	16:10	22	7
6	A	24.5	9:8	23 ^a	5
7	A	24.5	15:12	26 ^a	6
8	A	24.7	15:8	20 ^a	5
9	A	24.7	13:8	22 ^a	5
10	A	24.7	11:8	24 ^a	5
11	A	24.5	15:8	20 ^b	5
12	A	25.0	10:8	24 ^b	5
13	A:B	29.4:31	4:1	24 ^b	1
14	A:B	29.4:31	3:2	22 ^b	2
15	A:B	29.4:31	2:2	20 ^b	3
16	A	18	10:0	20 ^b	0
US5491125					
17	A	24.5	10:8	25 ^b	0
18	A	24.5	15:8	0	5
19	A	24.5	10:8	0	0

A: glufosinato de amonio, B: sal de glifosato
isopropil amina, X: propilenglicol, Y: 1-metoxi-2-propanol,

a: óxido miristil dimetil amina, b: óxido lauril dimetil amina

Tabla 4: Estabilidad de las composiciones

Número de composición de la muestra	Apariencia a 25 °C después de 14 días	Apariencia a 0°C después de 14 días	Apariencia a -5°C después de 14 días
1	Claro	Claro	Claro
2	Claro	Claro	Claro
3	Claro	Claro	Claro
4	Claro	Claro	Claro
5	Claro	Claro	Claro
6	Claro	Claro	Claro
7	Claro	Claro	Claro
8	Claro	Claro	Claro
9	Claro	Claro	Claro
10	Claro	Claro	Claro
11	Claro	Claro	Claro
12	Claro	Claro	Claro
13	Claro	Claro	Claro
14	Claro	Claro	Claro
15	Claro	Claro	Claro
16	Claro	Claro	Turbio
17	Claro	Claro	Brumoso
18	Claro	Claro	Claro
19	Claro	Claro	Claro

Puede verse en la tabla, que la muestra 16 (preparada de acuerdo con la fórmula 1 de US5491125) y 17, donde la carga de adyuvante es alta, la ausencia de sulfato de amonio lleva a una solución turbia y brumosa a baja temperatura, lo que indica que las composiciones no son estables a baja temperatura.

Las muestras 1-15 de la presente invención se prepararon utilizando ingredientes activos en concentraciones variadas, la concentración variada y la proporción de los disolventes así como óxidos alquildimetilamina y sulfato de amonio en una concentración variada. Se ha encontrado que todas las muestras resultaron en composiciones estables a 25 °C, 0 °C y -5 °C después de 14 días.

Así se ha encontrado que la combinación de adyuvantes de acuerdo con la presente invención lleva a una fórmula estable que no se somete a cambios químicos ni físicos en el almacenamiento a bajas temperaturas y también es fácil de manejar para su uso posterior.

Prueba práctica:

Las pruebas prácticas se realizaron utilizando las composiciones de glufosinato de amonio preparado de acuerdo con la presente invención como el herbicida de amplio espectro. Las composiciones fueron diluidas con agua y opcionalmente con otros auxiliares de mezcla de tanque y

aplicadas a una velocidad de aplicación de agua de 300-500 l/ha a la tierra de cosecha y no cosecha que contiene muchas malas hierbas, pastos y juncos frondosos.

En una dosis de 3.245 L/ha después del tratamiento usando composiciones de glufosinato de amonio preparadas de acuerdo con la presente invención, se observó clorosis seguida de necrosis de las malas hierbas demostrando la bioeficiencia de las nuevas composiciones. Las observaciones a los 7 días, 14 días, 21 días, 45 días y 60 días después de la aplicación fueron sintetizadas a continuación en tablas.

En la prueba práctica, la muestra 9 preparada de acuerdo con la presente invención se probó y comparó contra las muestras 16, 18 y 19 en malezas de hoja ancha para la eficiencia de control de malas hierbas. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5: % de control de malas hierbas 14 días después de la aplicación

Muestra No.	% de control de malas hierbas	
	<i>Alternanthera sessilis</i>	<i>Parthenium hysterophorus</i>
Muestra 9	79.60	80.90
Muestra 16	68.90	60.0
Muestra 18	48.00	45.00
Muestra 19	43.00	41.00

Del resultado anterior se encontró que las muestras de glufosinato de amonio preparado de acuerdo con la presente invención presentaron buen control de malas hierbas en comparación con otras muestras. Se ha observado que la muestra 16 condujo a una composición inestable y se encontró ser insatisfactoria en impartir el control efectivo de malas hierbas. También se observó que la bioeficiencia fue muy pobre para las muestras 18 y 19 que no tienen N-óxido de (C₈- C₂₀)alquildimetilamina y/o sulfato de amonio, aunque las composiciones eran estables.

La eficacia de las composiciones de acuerdo con la presente invención se comparó con una muestra preparada según el ejemplo 11 de US 2005/0266999(muestra comparativa)

La muestra 10 corresponde a 280 g/L de la composición de glufosinato de amonio y fue probada contra la muestra comparativa de 280g/L de glufosinato de amonio.

La muestra 5 corresponde a 150 g/L de la composición de glufosinato de amonio y fue probada contra la muestra comparativa de 150 g/L de glufosinato de amonio.

20

25

Tabla 6: % de control de malas hierbas 7 días después de la aplicación

	BLWs				Pastos			
Tratamiento	Commelina spp.	Acalypha spp.	Parthenium hysterophorus	Otros BLW's	Echinochloa spp.	Digitaria spp.	Cynodon dactylon	Otros
Muestra 10	30	38	29	30	28	39	27	29
Muestra comparativa	19	25	28	20	18	28	25	22

Tabla 7: % de control de hierbas malas 21 días después de la aplicación

	BLWs				Pastos			
Tratamiento	Commelina spp.	Acalypha spp.	Parthenium hysterophorus	Otros BLW's	Echinochloa spp.	Digitaria spp.	Cynodon dactylon	Otros
Muestra 10	47	48	50	37	48	45	46	50
Muestra comparativa	33	35	43	45	35	50	38	30

Tabla 8: % de control de hierbas malas 45 días después de la aplicación

	BLWs				Pastos			
Tratamiento	Commelina spp.	Acalypha spp.	Parthenium hysterophorus	Otros BLW's	Echinochloa spp.	Digitaria spp.	Cynodon dactylon	Otros
Muestra 10	70	69	68	60	70	70	67	60
Muestra comparativa	55	58	56	50	54	54	49	40

Tabla 9: % de control de hierbas malas 60 días después de la aplicación

5

10

	BLWs				Pastos			
Tratamiento	Commelina spp.	Acalypha spp.	Parthenium hysterophorus	Otros BLW's	Echinochloa spp.	Digitaria spp.	Cynodon dactylon	Otros
Muestra 10	80	80	69	78	89	90	80	70
Muestra comparativa	55	66	56	54	65	66	56	53

15

20

25

Se encontró que las muestras de glufosinato de amonio preparado de acuerdo con la presente invención presentaron buen control de malas hierbas en comparación con las muestras comparativas. Se observó además que las composiciones de acuerdo con la presente invención fueron efectivas para una variedad de malas hierbas y se observó un constante y muy efectivo control de malas hierbas incluso después de 60 días de tratamiento mientras que en el caso de la muestra comparativa, aunque se observó un control comparable en los días iniciales, se observó un control débil de las malas hierbas después de 60 días de la aplicación. Interesantemente, el control de malas hierbas utilizando fórmulas de la presente invención mostró un control mejorado y significativo de malas hierbas después de 45 días que fue constante incluso después de 60 días en

comparación con la muestra comparativa. Por lo tanto, se ha alcanzado un control de malas hierbas persistente y a largo plazo (control de malas hierbas restante) en una variedad de malas hierbas utilizando las fórmulas de acuerdo con la presente invención.

En otra prueba práctica, la muestra 5 corresponde a 150 g/l del ingrediente activo que fue probado para un efecto de quemadura contra la comparación de la muestra que contiene 150 g/l de glufosinato de amonio. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

Tabla 10: % de control de malas hierbas 17 días después de la aplicación

15	Muestra No.	Porcentaje de control de malas hierbas	
		Dosificación: 600 g de sustancia activa/ha (4 litros/ha)	
		Especies de malas hierbas:	Especies de malas hierbas:
		Avena fatua	Chenopodium album
		17 DAA	17 DAA
20	Muestra 5	77.5	80
	Muestra comparativa	70	75

Se encontró que las muestras de glufosinato de amonio preparado de acuerdo con la presente invención presentaron buen control de malas hierbas en comparación con las muestras comparativas.

La invención de instante se explica más específicamente por los ejemplos anteriores. Sin embargo, debe entenderse que el alcance de la presente invención no está limitado por los ejemplos de ninguna manera. Será
5 apreciado por cualquier persona experta en esta materia que la presente invención incluye ejemplos mencionados anteriormente y además puede ser modificada y alterada dentro del alcance técnico de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Una composición herbicida estable que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases como un ingrediente agroquímico activo, al menos un N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

2. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 1, en donde dicha composición es una composición herbicida líquida.

3. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 1, en donde dicho ingrediente activo es seleccionado de glufosinato, sus clorhidratos, sal de monosodio, sal de disodio, sal de monopotasio, sal de dipotasio, sal de disodio, sal de monocalcio, sal de amonio, sal de $\text{-NH}_3(\text{CH}_3)^+$, sal de $\text{-NH}_2(\text{CH}_3)_2^+$, sal de $\text{-NH}(\text{CH}_3)_3^+$, $\text{-NH}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})^+$, $\text{-NH}_2(\text{CH}_3)(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})^+$, o su éster metílico, éster etílico, éster propílico o éster butílico.

4. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 3, en donde dicho ingrediente activo está presente en una cantidad de alrededor 1% a alrededor del 50% en peso de la composición.

5. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 4, en donde dicho ingrediente activo es glufosinato de amonio.

6. La composición herbicida de conformidad con la
5 reivindicación 1, en donde dicho N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina es seleccionado del grupo que consiste de óxido de decil-, dodecil-, tetradecil-, pentadecil- y hexadecil- y octadecil- dimetilamina.

7. La composición herbicida de conformidad con la
10 reivindicación 6, en donde dicho N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina está presente en una cantidad de alrededor de 1% a alrededor de 35% en peso de la composición.

8. La composición herbicida de conformidad con la
15 reivindicación 7, en donde dicho N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina es seleccionado del grupo que consiste de N-óxido de dodecil y tetradecil dimetilamina.

9. La composición herbicida de conformidad con la
20 reivindicación 1, en donde dicha sal de amonio inorgánica es seleccionada del grupo que consiste de sulfato de amonio, cloruro de amonio, bromuro de amonio, nitrato de amonio y nitrito de amonio.

10. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 9, en donde dicha sal de amonio inorgánica

está presente en una cantidad de alrededor de 0.1% a alrededor del 10% en peso de la composición.

11. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 2, que comprende además un disolvente
5 orgánico seleccionado del grupo que consiste de hidrocarburos aromáticos sustituidos o no sustituidos, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, cetonas, cetonas cíclicas saturadas o insaturadas, hidrocarburos halogenados, aceites vegetales, aceites vegetales
10 modificados, glicoles y sus derivados, alcoholes alifáticos, alcoholes alifáticos alcoxi, carbonatos de alquileo, alquilamidas, ésteres de alquilo de ácidos monocarboxílicos o ácido dicarboxílico, ésteramidas, éteres, éteres cíclicos y mezclas de los mismos.

12. La composición herbicida de conformidad con la reivindicación 11, en donde dicho disolvente orgánico está presente en una cantidad de alrededor de 1% al 40% en peso de la composición.

13. Un proceso para preparar una composición
20 herbicida que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados, o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases como un ingrediente agroquímico activo, al menos un N-óxido de (C₈-
25 C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica, en

donde dicho proceso comprende mezclar dicho ingrediente activo en un recipiente de fórmula con agua y disolvente seguido por la adición de una cantidad calculada de N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y sal de amonio inorgánica, y
5 si es necesario más adyuvantes habituales, disolventes u otros componentes tales como agente humectante, agente de coloración o antiespumante seguido por la homogeneización de la mezcla resultante para obtener una solución clara.

14. Un método de control de malas hierbas, dicho
10 método que comprende aplicar a una superficie de la planta una composición que comprende ácido 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases como un
15 ingrediente agroquímico activo, al menos un N-óxido de (C⁸-C²⁰)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica.

15. Un producto herbicida en empaque múltiple que comprende:

a) un primer contenedor que contiene ácido 2-amino-
20 4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases como un ingrediente agroquímico activo;

b) un segundo contenedor que contiene un N-óxido de
25 (C⁸-C²⁰)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica;

c) opcionalmente un tercer contenedor que contiene otros adyuvantes/surfactantes/disolventes; y

d) un manual de instrucciones que instruyen al usuario para mezclar dichos ingredientes antes de la aplicación.

RESUMEN

La presente invención proporciona una composición herbicida estable a bajas temperaturas que comprende ácido
5 2-amino-4-[hidroxi(metil)fosfinoil]butírico, sus sales, sus isómeros, mezcla de isómeros, derivados o sus ésteres de alquilo inferiores o sales de los mismos con ácidos o bases, N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y una sal de amonio inorgánica. También se proporciona un proceso para
10 preparar la composición mezclando dicho ingrediente activo en un recipiente de fórmula con agua y disolvente seguido de la adición de una cantidad calculada de N-óxido de (C₈-C₂₀)alquildimetilamina y sal de amonio inorgánica, y si se requiere además adyuvantes, disolventes u otros componentes
15 habituales tales como agente humectante, agente de coloración o antiespumante seguido por la homogeneización de la mezcla resultante para obtener una solución clara. Un método para controlar las malas hierbas aplicando la composición de la presente invención así como un producto
20 herbicida en empaque múltiple que comprende la composición está dentro del alcance de la presente invención.