

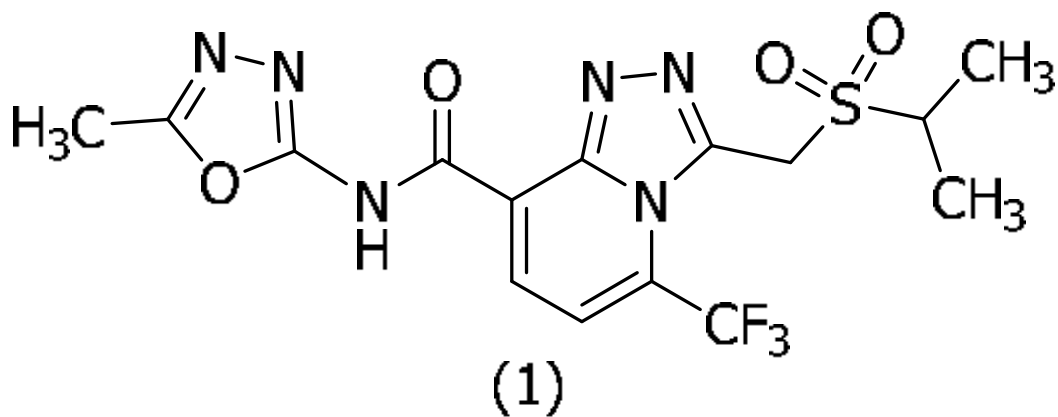
DESCRIPCIÓN

TÍTULO DE LA INVENCION: CRISTAL DE COMPUESTO DE AMIDA
HETEROCÍCLICA Y MÉTODO PARA PRODUCIR EL MISMO

5

CAMPO TÉCNICO

[0001] La presente invención se refiere a un nuevo cristal de 3-
[(isopropilsulfonyl)metil]-N-(5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-il)-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazol
10 [4,3-a] piridina-8-carboxamida [de aquí en adelante abreviado como Compuesto (1)] y un
método para producir el cristal.



15

FUNDAMENTO DEL ESTADO DE LA TÉCNICA

[0002] El estado sólido de un compuesto químico puede ser amorfo (es decir, no
existe un orden de largo alcance en la distancia de los átomos) o cristalino (es decir, los
20 átomos están dispuestos en un patrón de reflexión ordenado). Además, todavía es
imposible predecir propiedades físico-químicas como el punto de fusión o la solubilidad
relacionada con una forma cristalina en la que un compuesto químico puede estar en estado
sólido. Además, todavía es difícil predecir si el estado sólido de un compuesto es amorfo

o cristalino.

[0003] Por otro lado, el Compuesto (1) de la presente invención se conoce como un compuesto de amida heterocíclica que es útil como herbicida (por ejemplo, consulte el Documento de Patente 1 al Documento de Patente 4).

5 Documentos de la Técnica Anterior

[0004] Documento de Patente 1: WO 2014/192936

Documentos de Patente 2: JP2016-153397A

Documentos de Patente 3: JP 2017-025054A

Documentos de Patente 4: JP2019-019118A

10

RESUMEN DE LA INVENCION

[0005] En general, todavía es imposible producir un cristal específico de un compuesto y predecir propiedades físicas como el punto de fusión y la solubilidad en agua del cristal obtenido.

15

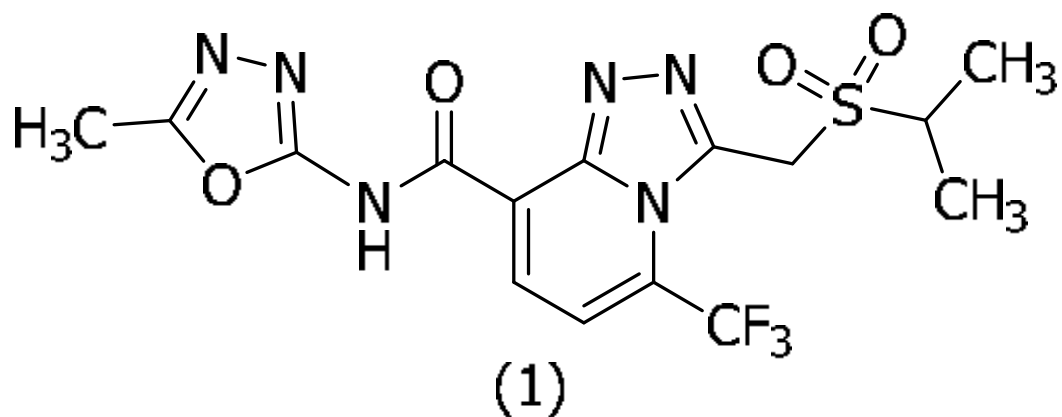
[0006] La presente invención proporciona un cristal novedoso del Compuesto (1) y un método para producir el mismo.

[0007] Los inventores llevaron a cabo estudios extensos y, como resultado, encontraron que el Compuesto (1) tiene un cristal nuevo. Es decir, la presente invención se refiere a un cristal del Compuesto (1) descrito en los siguientes [1] a [4] (de aquí en adelante abreviado como un cristal de la presente invención), una composición que incluye el cristal de la presente invención descrito en los siguientes [5] a [8] (de aquí en adelante abreviado como una composición de la presente invención), y un método de control de malas hierbas usando el cristal de la presente invención descrito en lo siguiente [9] y [10].

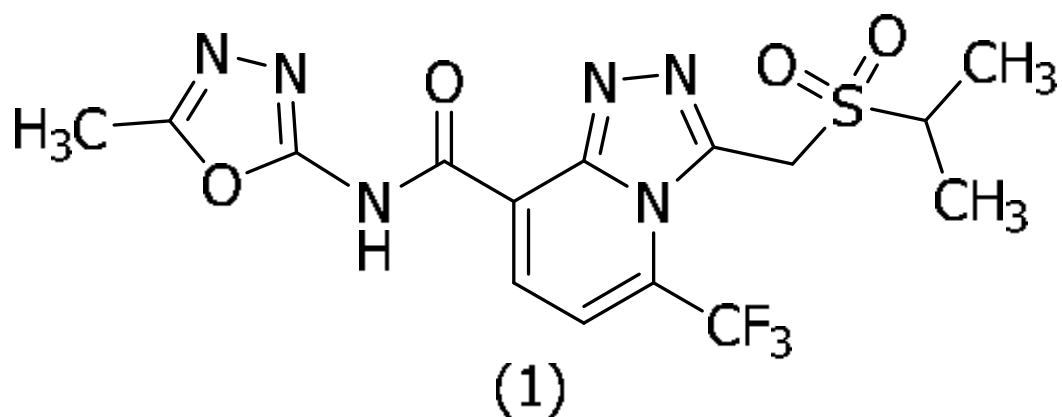
20

[1] Un cristal de un compuesto de amida heterocíclica representado por la Fórmula (1), que tiene picos en un ángulo de difracción 2θ de $7,29^\circ \pm 0,2$, $12,62^\circ \pm 0,2$, $14,13^\circ \pm 0,2$, $17,51^\circ \pm 0,2$, $18,64^\circ \pm 0,2$, $19,03^\circ \pm 0,2$, $20,56^\circ \pm 0,2$, $20,89^\circ \pm 0,2$, $21,76^\circ \pm 0,2$, $23,37^\circ \pm 0,2$, $25,41^\circ \pm 0,2$, $27,70^\circ \pm 0,2$ y $30,34^\circ \pm 0,2$ en difracción de rayos X en polvo con Cu-K α rayos:

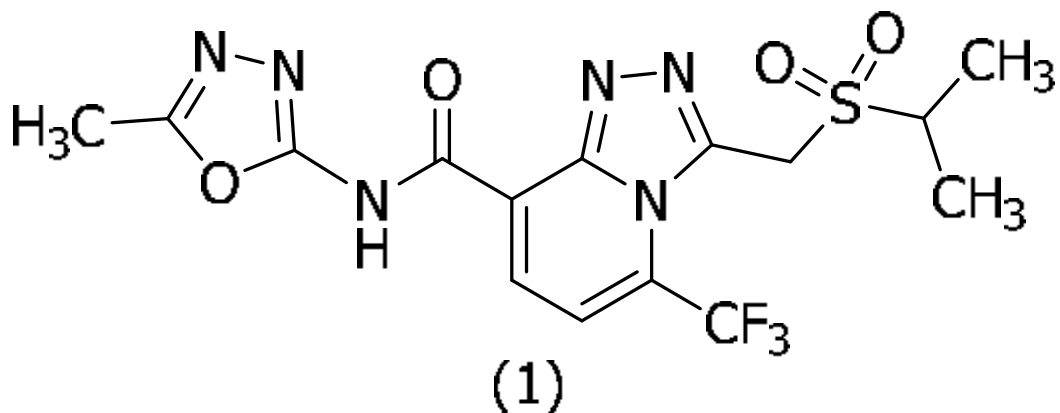
25



[2] Un cristal de un compuesto de amida heterocíclica representado por la Fórmula (1), que tiene picos en un ángulo de difracción 2θ de $7,29^\circ \pm 0,1$, $12,62^\circ \pm 0,1$, $14,13^\circ \pm 0,1$, $17,51^\circ \pm 0,1$, $18,64^\circ \pm 0,1$, $19,03^\circ \pm 0,1$, $20,56^\circ \pm 0,1$, $20,89^\circ \pm 0,1$, $21,76^\circ \pm 0,1$, $23,37^\circ \pm 0,1$, $25,41^\circ \pm 0,1$, $27,70^\circ \pm 0,1$ y $30,34^\circ \pm 0,1$ en difracción de rayos X en polvo con Cu-K α rayos:



[3] Un cristal de un compuesto de amida heterocíclica representado por la Fórmula (1), que tiene picos en un ángulo de difracción 2θ de $7,29^\circ$, $12,62^\circ$, $14,13^\circ$, $17,51^\circ$, $18,64^\circ$, $19,03^\circ$, $20,56^\circ$, $20,89^\circ$, $21,76^\circ$, $23,37^\circ$, $25,41^\circ$, $27,70^\circ$ y $30,34^\circ$ en difracción de rayos X en polvo con rayos Cu-K α :



[4] El cristal del compuesto de amida heterocíclica según cualquiera de [1] a [3], en el que, en la difracción de rayos X del polvo con rayos Cu-K α , sustancialmente la misma
5 curva de difracción que en la FIG. Se muestra 1 de la presente solicitud.

[5] Una composición agroquímica que incluye el cristal según cualquiera de [1] a [3].

[6] Una composición herbicida que incluye el cristal según cualquiera de [1] a [3].

[7] Una composición de suspensión que incluye el cristal según cualquiera de [1] a
10 [3], y un medio de dispersión.

[8] Una composición de suspensión acuosa que incluye el cristal según cualquiera de [1] a [3], un tensioactivo y agua como medio de dispersión.

[9] Un método de control de malezas que incluye un proceso de aplicación de la composición según cualquiera de [5] a [8] en una cantidad eficaz para controlar las
15 malezas.

[10] El método de control de malas hierbas según [9], que incluye un proceso de pulverización de la composición según cualquiera de [5] a [8] en una cantidad eficaz para controlar las malas hierbas en tallos y hojas.

[0008] Según la presente invención, es posible obtener un cristal del Compuesto
20 (1) con buena reproducibilidad.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0009] [FIG. 1, la FIG. 1 es un diagrama de difracción de rayos X en polvo de un cristal de la presente invención.

La FIG. 2, la FIG. 2 es un gráfico de calorimetría diferencial de barrido del cristal de la presente invención.

La FIG. 3, la FIG. 3 es un diagrama de difracción de rayos X en polvo del Compuesto amorfo (1) en el Ejemplo de referencia 1.

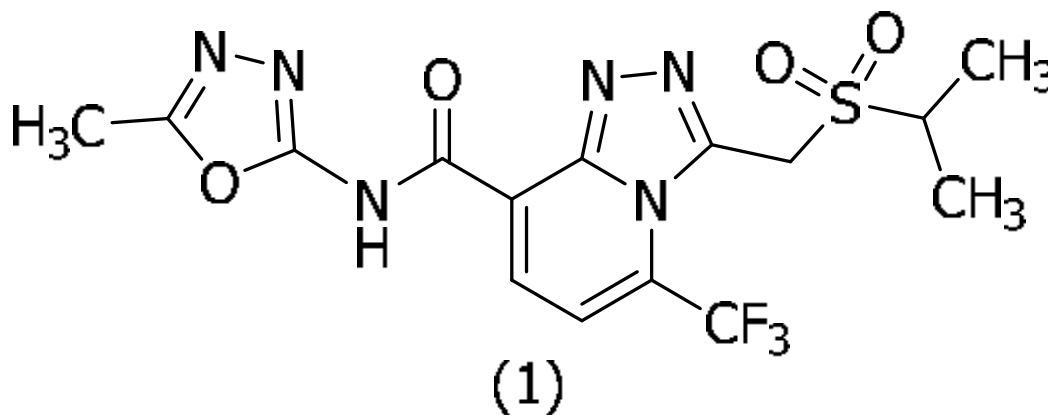
La FIG. 4, la FIG. 4 es un gráfico de calorimetría de barrido diferencial del Compuesto amorfo (1) en el Ejemplo de referencia 1.

10

MODOS PARA REALIZAR LA INVENCION

[0010] El compuesto (1) es 3 - [(isopropilsulfonil) metil] -N- (5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-il) -5- (trifluorometil) - [1,2,4] triazolo [4 , 3-a] piridina-8-carboxamida, y la estructura de la misma se muestra a continuación.

15



[0011] A continuación se muestran los picos de difracción de rayos X en polvo de un cristal de la presente invención.

20 2θ=7.29°, 12.62°, 14.13°, 17.51°, 18.64°, 19.03°, 20.56°, 20.89°, 21.76°, 23.37°, 25.41°, 27.70°, 30.34°.

[0012] Además, dado que el error del pico de difracción de rayos X del polvo puede ser normalmente de $\pm 0,2$, y en algunos casos de $\pm 0,1$, los valores de pico del cristal

- de la presente invención en consideración del error son normalmente $2\theta=7.29^{\circ}\pm0.2$, $12.62^{\circ}\pm0.2$, $14.13^{\circ}\pm0.2$, $17.51^{\circ}\pm0.2$, $18.64^{\circ}\pm0.2$, $19.03^{\circ}\pm0.2$, $20.56^{\circ}\pm0.2$, $20.89^{\circ}\pm0.2$, $21.76^{\circ}\pm0.2$, $23.37^{\circ}\pm0.2$, $25.41^{\circ}\pm0.2$, $27.70^{\circ}\pm0.2$, y $30.34^{\circ}\pm0.2$, y en algunos casos $2\theta=7.29^{\circ}\pm0.1$, $12.62^{\circ}\pm0.1$, $14.13^{\circ}\pm0.1$, $17.51^{\circ}\pm0.1$, $18.64^{\circ}\pm0.1$, $19.03^{\circ}\pm0.1$, $20.56^{\circ}\pm0.1$, $20.89^{\circ}\pm0.1$, $21.76^{\circ}\pm0.1$, $23.37^{\circ}\pm0.1$, $25.41^{\circ}\pm0.1$, $27.70^{\circ}\pm0.1$, y $30.34^{\circ}\pm0.1$.

[0013] Las condiciones de medición para los picos de difracción de rayos X del polvo que se muestran arriba son las siguientes.

[Difracción de rayos X en polvo]

Dispositivo: X'PERT-PRO MPD (disponible comercialmente en Spectris)

- 10 Método de medición: método de transmisión.

Rayos X: Cu-K α

voltaje 45 kV

Corriente: 40 mA

Intervalo de muestreo: 0.0070 deg

- 15 Rango de datos: $2\theta = 5$ grados a 40 grados

[0014] El cristal de la presente invención tiene un punto de fusión de 216°C a 218°C , y no se observa ningún pico endotérmico en un intervalo de temperatura más bajo que el punto de fusión en la calorimetría diferencial de barrido.

- 20 Las condiciones para la calorimetría diferencial de barrido en la medición del punto de fusión que se muestran arriba son las siguientes.

[Condición de calorimetría diferencial de barrido]

Dispositivo: DSC-60 (disponible comercialmente de Shimadzu Corporation)

Aumento de la temperatura: 20°C -($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$)- 450°C

Atmósfera: nitrógeno

- 25 Control: Al₂O₃

Envase: hecho de SUS

Muestreo: 1 segundos

[0015] A continuación, se describirá a continuación un método para producir el cristal de la presente invención.

[0016] Un cristal de la presente invención se obtiene mediante un método en el que el Compuesto (1) se calienta y se disuelve en un disolvente, y la solución obtenida se enfría y cristaliza gradualmente o un método en el que el disolvente se separa por destilación de la solución obtenida y se cristaliza. El solvente usado puede ser cualquier solvente que sea inactivo para el Compuesto (1). Por ejemplo, éter disolventes tales como éter dietílico, éter metil-t-butílico, tetrahidrofurano, dimetoximetano, dietoximetano, 1,2-dimetoxietano, éter dimetílico de etilenglicol, éter dietílico de etilenglicol, éter dibutílico de etilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol, dietileno éter dietílico de glicol, éter dibutil de dietilenglicol, éter dimetílico de trietilenglicol y 1,4-dioxano, disolventes alcohólicos como metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, isobutanol, 2-metil -2-propanol, metil cellosolve, etil cellosolve, i-propil cellosolve, éter monometílico de dietilenglicol, éter monoetílico de dietilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, ciclohexanol y alcohol bencílico, disolventes de hidrocarburos alifáticos como n-pentano, n-hexano, ciclohexano, metilciclohexano, n-heptano, n-octano y n-decano, disolventes de hidrocarburos aromáticos como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, o-diclorobenceno, m-diclorobenceno, p-diclorobenceno, nitrobenceno y tetrahidronaftaleno, disolventes de nitrilo como acetonitrilo y propionitrilo, disolventes de éster como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de butilo y propionato de etilo, disolventes de hidrocarburos halogenados como cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, 1,2-dicloroetano y 1,1, 2-tricloroetano, disolventes de amida como N, N-dimetilformamida, N, N-dimetilacetamida y N-metilpirrolidona, disolventes de urea como 1,3-dimetilimidazolidinona y N, N, N', N'-tetrametilurea, azufre -que contienen disolventes polares como dimetilsulfóxido y sulfolano, disolventes de piridina como piridina, 2-picolina, 3-picolina, 4-picolina y 5-etil-2-picolina, disolventes de cetona como acetona, metiletilcetona, dietilcetona, y metil isobutil cetona y agua, y estos disolventes pueden usarse solos o pueden usarse dos o más de los mismos en combinación. Entre estos disolventes, son preferibles los disolventes de éter, los disolventes de hidrocarburos aromáticos, los disolventes de éster, los disolventes de hidrocarburos halogenados y los disolventes de amida, y 1,4-dioxano, tolueno, acetato de etilo, 1,2-dicloroetano y N, N-

dimetilformamida son más preferible.

[0017] La cantidad de disolvente utilizada es normalmente de 0,5 partes en peso a 50 partes en peso y preferiblemente de 1 parte en peso a 30 partes en peso con respecto a 1 parte en peso del Compuesto (1).

5 [0018] La temperatura a la que se disuelve el Compuesto (1) en un disolvente es normalmente de 30 °C a 150 °C, y preferiblemente de 30 °C a 100 °C.

[0019] La velocidad de enfriamiento es normalmente de 0,1 °C/hora a 80 °C/hora, y preferiblemente de 1 °C/hora a 60 °C/hora, y se puede cambiar a cualquier velocidad de enfriamiento dentro del intervalo anterior en cualquier momento.

10 [0020] La temperatura de la solución cuando se extrae el cristal precipitado es normalmente de -30 °C a 50 °C, y preferiblemente de -20 °C a 30 °C.

[0021] El tiempo requerido para la cristalización es normalmente de 0,1 horas a 100 horas, y preferiblemente de 1 hora a 50 horas.

[0022] Además, cuando se destila el solvente, se puede destilar calentándolo hasta
15 un punto de ebullición del solvente o más bajo presión atmosférica. Además, cuando se ajusta el grado de descompresión en el recipiente, el disolvente se puede eliminar por destilación a cualquier temperatura hasta el punto de ebullición del disolvente a presión reducida.

[0023] Comparado con el Compuesto amorfo (1), por ejemplo, el cristal de la
20 presente invención tiene excelentes propiedades como estabilidad química, estabilidad a la luz, higroscopicidad, suspensibilidad y filtrabilidad, y tiene excelentes propiedades de producción como la capacidad de eliminación del disolvente residual.

[0024] A continuación, se describirá en detalle una composición de la presente invención.

25 [0025] Cuando la composición de la presente invención es una composición agroquímica en suspensión acuosa, se puede usar agua o un líquido orgánico en el que es poco probable que se disuelva el cristal de la presente invención como medio de dispersión que se puede usar. Ejemplos de líquidos orgánicos incluyen alcoholes como etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol e isopropanol, éteres como butilcelosolve,

cetonas como ciclohexanona, ésteres como γ -butirolactona, amidas ácidas como N-metilpirrolidona y N-octilpirrolidona, hidrocarburos aromáticos como xileno, alquilbencenos, henilxilietano y alquilnaftalenos, hidrocarburos alifáticos como aceite de máquina, parafina normal, isoparafina y nafteno, mezclas de hidrocarburos aromáticos como queroseno e hidrocarburos alifáticos, y aceites y grasas de soja como aceite de soja, aceite de colza, aceite de coco, aceite de semilla de algodón y aceite de ricino.

[0026] El contenido del cristal de la presente invención con respecto a 100 partes en peso de la composición de la presente invención es normalmente de 0,1 partes en peso a 50 partes en peso, y más preferiblemente de 1 parte en peso a 30 partes en peso.

10 [0027] Además, además del cristal de la presente invención, es posible incluir adicionalmente uno o más agroquímicos conocidos, por ejemplo, un herbicida, un protector, un pesticida, un acaricida, un nematocida, un agente antivírico, un crecimiento de plantas regulador, bactericida, sinergista, atrayente y repelente, y en este caso, se puede exhibir un mejor efecto preventivo. Los productos agroquímicos conocidos

15 particularmente preferibles incluyen un herbicida, un protector, un bactericida, un nematocida y un pesticida. Los ejemplos específicos de nombres comunes son los siguientes, pero los nombres no se limitan necesariamente a ellos.

[0028] Herbicidas: 4-CPA, 4-CPA-sales, 4-CPB, 4-CPP, 2,4-D (2,4-PA), 2,4-D-sales, 2,4-D-ésteres, 3,4-DA, 2,4-DB, 2,4-DB-sales, 2,4-DB-ésteres, 3,4-DB, 2,4-DEB, 2,4-DEP, 3,4-DP, 2,4,5-T, 2,4,5-T-sales, 2,4,5-T-ésteres, 2,4,5-TB, 2,3,6-TBA (TCBA), 2,3,6-TBA-sales, acetoclor, acifluorfen, acifluorfen-metilo, acifluorfen-sódico, aclonifen, acroleína, alaclor, alidoclor (CDAA), aloxidim, aloxidim-sódico, alchol de alilo, alorac, ametrídona, ametrina, amibuzina, amicarbazona, amidoclor, amidosulfurón, aminociclopiraclor, aminociclopiraclor-metilo, aminociclopiraclor-potasio, aminopirálid, sales aminopirálid, amiprofos, amiprofos-metilo, amitrol (aminotriazol, ATA), sulfamato de amonio (AMS), anilofos, anisurón, asulam, sales de asulam, atratón, atrazina, azafenidina, azimsulfurón, aziprotrina (aziprotrina), barban (CBN), 1BCPC, beflubutamid, beflubutamid-M, benazolina, benazolina-etilo, sales de benazolina, bencarbazona, benfluralina (benefina), benfuresato, bensulfurón, bensulfurón-metilo, bensulida (SAP),

25

bentazón (bentazona), bentazona-sódica, bentranil, benzadox, benzadox-amonio,
 benzfendizona, benzipram, benzobiciclón, benzofenap, benzofluor, benzoilprop,
 benzoilprop-etilo, benzthiazuron, biciclopirona, bifenox, bilanafos (bialafos), bilanafos-
 sódicos, binapacril, bispiribac, bispiribac-sódico, bixlozona, borax, bromacil, sales de
 5 bromacil, bromobonil, bromobutida, bromofenoxim, bromopirazon, bromoxinil,
 bromoxinil-potasio, bromoxinil-ésteres, butaclor, butafenacil, butamifos, butenaclor,
 butralin (butralina), butidazol, butiurón, butroxidim, buturón, butilato, cafenstrol,
 cianamida de calcio, cambendiclor, clorato de calcio, carbasulam, carbetamida, carboxazol,
 carfentrazona, carfentrazona-etilo, CDEA, CEPC, clometoxifen (clometoxinil), cloramben,
 10 sales de cloramben, cloramben-metilo, cloramben-metilamonio, cloranocril (dicril),
 clorazifop, clorazifop-propargil, clorazina, clorbromurón, clorbufam (BIPC), cloreturón,
 clorfenac (fenac), sales de clorfenac, clorfenprop, clorfenprop-metilo, clorflurazol,
 clorflurenol, clorflurenol-metilo, cloridazón (PAC, pirazón), clorimurón, clorimurón-etilo,
 clornidina, clornitrofenol (CNP), ácido cloroacético (ácido monocloroacético), cloroacetato
 15 sódico (SMA), clorotolurón, cloroxurón, cloroxinil, clorprocarb, clorftalim, clorprofam
 (IPC), clorsulfurón, clortal (TCTP), clortal-ésteres, clortiamid (DCBN), cinidon-etilo,
 cinmetilin, cinosulfurón, cisanilida, clacifos, cletodim, clidinato, clodinafop, clodinafop-
 propargil, clofop, clofop-isobutilo, clomazona, clomeprop, cloprop, cloproxidim,
 clopirialid, clopirialid-metilo, sales de clopirialid, cloransulam, cloransulam-metilo,
 20 (divalente) sulfato de cobre, CPMF, CPPC, credazina, cresol, cumilurón, cianatrina,
 cianamida, cianazina, cicloato, ciclopiranil, ciclopirimorato, ciclosulfamurón, cicloxidim,
 ciclurón (COMU), cihalofop, cihalofop-butilo, ciperquat, ciperquat-clorida, ciprazina,
 ciprazol, cipromid, daimuron (dimron), dalapon, sales de dalapon, dazomet, dazomet-
 sódico, delaclor, desmedifam, desmeltrin, di-alato, dicamba (MDBA), sales de dicamba,
 25 dicamba-ésteres, diclobenil (DBN), dicloraurea (DCU), diclormato, o-diclorobenceno
 (DCB), diclorprop, sales de diclorprop, diclorprop-ésteres, diclorprop-P, sales de
 diclorprop-P, diclorprop-P-ésteres, diclofop, diclofop-metilo, diclofop-P, diclofop-P-metilo,
 diclosulam, dietamquat, dietamquat diclorida, dietatil, dietatil-etilo, difenopenten,
 difenopenten-etilo, difenoxurón, difenzoquat, difenzoquat metilsulfato, diflufenican,

diflufenzopir, diflufenzopir-sódico, dimefurón, dimepiperato, dimetaclor, dimetametrina,
 dimetenamid, dimetenamid-p, dimexano, dimidazon, dimetil disulfida, dinitramina,
 dinofenato, dinoprop, dinosam, dinoseb (DNBP), sales de dinoseb, dinoseb-ésteres,
 dinoterb, sales de dinoterb, dinoterb-ésteres, difenamid, dipropalin, dipropetrina, diquqt,
 5 diquqt dibromida, disul(2,4-PS), disul-sódico, ditiopir, diurón (DCMU), DMPA, DNOC,
 sales de DNOC, EBEP, eglinazina, eglinazina-etilo, endotal, sales de endotal, epronaz,
 EPTC, erbon, esprocarb, etaclor, etalfluralin, etametsulfurón, etametsulfurón-metilo,
 etaproclor, etidimurón, etiolato, etiozin, etofumesato, etoxifen, etoxifen-etilo,
 etoxisulfurón, etinofen, etnipromid, etobenzanid, EXD, fenasulam, fenoprop (2,4,5-TP,
 10 silvex), sales de fenoprop, fenoprop-ésteres, fenoxaprop, fenoxaprop-etilo, fenoxaprop-p,
 fenoxaprop-p-etilo, fenoxasulfona, fenquinoatriona, fenteracol, fentiaprop, fentiaprop-etilo,
 fentrazamida, (divalente) sulfato ferroso, fenurón, fenurón-TCA, flamprop, flamprop-
 ésteres, flamprop-M, flamprop-M-ésteres, flazasulfurón, florasulam, florpiauxifen,
 florpiauxifen-bencilo, fluazifop, fluazifop-ésteres, fluazifop-P, fluazifop-p-ésteres,
 15 fluazolato, flucarbazona, flucarbazona-sódico, flucetosulfurón, flucloralina, flufenacet,
 flufenican, flufenpir, flufenpir-etilo, flumetsulam, flumezin, flumiclorac, flumiclorac-
 pentil, flumioxazin, flumipropin, fluometurón, fluorodifen, fluoroglicofen, fluoroglicofen-
 etilo, fluoromidina, fluoronitrofen (CFNP), fluotiurón, flupoxam, flupropacil, flupropanato
 (tetrapión), flupropanato-sódico, flupirsulfurón, flupirsulfurón-metilo, flupirsulfurón-
 20 sódico, flupirsulfurón-metil-sódico, fluridona, fluocloridona, fluroxipir, fluroxipir-ésteres,
 flurtamona, flutiacet, flutiacet-metilo, fomesafen, fomesafen-sódico, foramsulfurón,
 fosamina, fosamina-amonio, furiloxifeno, glufosinato, sales de glufosinato, glufosinata-P,
 sales de glufosinato-P, glifosato, sales de glifosato, halauxifeno, halauxifeno-metilo,
 halosafeno, halosulfurón, halosulfurón-metilo, haloxidina, haloxifop, haloxifop-sódico,
 25 haloxifop-ésteres, haloxifop-P, haloxifop-p-ésteres, herbimicina, hexacloroacetona (HCA),
 hexazinona, imazametabenz, imazametabenz-metilo, imazamox, imazamox-amonio,
 imazapic, imazapic-amonio, imazapir, imazapir-isopropilamonio, imazaquina, imazaquina-
 metilo, sales de imazaquina, imazetapir, imazetapir-amonio, imazosulfuron, indanofan,
 indaziflam, iodobonil, iodosulfurón, iodosulfurón-sódico, iodosulfurón-metilo,

- iodosulfurón-metil-sódico, iofensulfurón, iofensulfurón-sódico, ioxinil, sales de ioxinil, ioxinil-ésteres, ipazina, ipfencarbazona, iprimidam, isocarbamid, isocil (isoprocil), isometiozin, isonorurón, isopolinato, isopropalina, isoproturón, isouron, isoxaben, isoxaclortol, isoxaflutol, isoxapirifop, carbutilato, cetospiradox, cetospiradox-potasio,
- 5 lactofen, lancotriona, lancotriona-sódico, lenacil, linuron, MCPA, sales de MCPA, MCPA-ésteres, MCPB, sales de MCPB, MCPB-ésteres, mecoprop (MCP), sales de mecoprop, mecoprop-ésteres, mecoprop-P, sales de mecoprop-P, mecoprop-P-ésteres, medinoterb, medinoterb acetato, mefenacet, mefluidida, sales de mefluidida, mesoprazina, mesosulfurón, mesosulfurón-metilo, mesotriona, metam (carbam), sales de metam,
- 10 metamifop, metamitron, metazaclor, metazosulfurón, metflurazon, metabenzotiazurón (metibenzurón), metalpropalin, metazol, metiobencarb, metiuron, metometon, metoprotrina (metoprotrin), metoxifenona, metopirissulfurón, metiozolina, metil azida, metil bromida, metil dimron, metil iodida, metil isotiocianato, metobenzurón, metobromurón, metolaclor, S-metolaclor, metosulam, metoxurón, metribuzin, metsulfurón, metsulfurón-metilo,
- 15 molinato, monalida, monisouron, monolinuron, monosulfurón, monosulfurón-metilo, monuron (CMU), monuron-TCA, morfamquat, morfamquat diclorida, naproanilida, napropamida, napropamida-M, naptalam (NPA), naptalam-sódico, neburón, nicosulfurón, nipiraclofen, nitratin, nitrofen (NIP, niclofen), nitrofluorfen, norflurazon, norurón (norea), OCH, ácido oleico, orbencarb, ortosulfamuron, orizalina, oxadiargil, oxadiazon,
- 20 oxapirazon, sales de oxapirazon, oxasulfurón, oxaziclomefona, oxifluorfen, parafluron, paraquat, paraquat diclorida, paraquat dimetilsulfato, pebulato, ácido pelargonico (ácido nonanoico), pendimetalina, penoxsulam, pentaclorofenol, pentaclorofenoxida sódica, pentaclorofenil laurato, pentanoclor (solan, CMMP), pentoxazona, perfluidona, petoxamid, fenisofam, fenmedifam, fenmedifam-etilo, fenobenzurón, picloram, sales de picloram,
- 25 picloram-ésteres, picolinafen, pinoxaden, piperofos, azida potasio, cianato potasio, pretilaclor, primisulfurón, primisulfurón-metilo, prociazina, prodiamina, profluazol, profluralin, profoxidim, proglinazina, proglinazina-etilo, prometón, prometrin (prometrina), propaclar, propanil (DCPA), propaquizafop, propazina, profam, propisoclor, propoxicarbazona, propoxicarbazona-sódica, propirissulfurón, propizamida (pronamida),

prosulfalina, prosulfocarb, prosulfurón, proxan (IPX), proxan-sódico, prinaclor, pidanón,
 piraclonil, piraflufen, piraflufen-etilo, pirasulfotol, pirazolinato (pirazolato),
 pirazosulfurón, pirazosulfurón-etilo, pirazoxifen, piribambenz-isopropilo, piribambenz-
 propilo, piribenzoxim, piributicarb, piriclor, piridafol, piridato, piriftalid, piriminobac,
 5 piriminobac-metilo, pirimisulfan, piritiobac, piritiobac-sódico, piroxasulfona, piroxsulam,
 quinclorac, quinclorac-dimetilamonio, quinclorac-metilo, quinmerac, quinoclamina (ACN),
 quinonamid, quizalofop, quizalofop-ésteres, quizalofop-P, quizalofop-P-ésteres, rodetanil,
 rimsulfurón, saflufenacil, sebutilazina, secbumetón, setoxidim, sidurón, simazina (CAT),
 simetón, simetrin (simetrina), azida sódica, clorato sódico, sulcotriona, sulfalato (CDEC),
 10 sulfentrazona, sulfometurón, sulfometurón-metilo, sulfosulfurón, ácido sulfúrico,
 sulglicapin, barrido (MCC), tavrón, TCA (ácido tricloroacético), sales de TCA, TCA-etadil,
 tebutam (butam), tebutiurón, tefuriltriona, tembotriona, tepraloxidim, terbacil, terbucarb
 (terbutol, MPMC), terbuclor, terbumetón, terbutilazina, terbutrina, tetflupirolimet,
 tetrafluron, teniclor, tiazafluron, tiazopir, tidiazimin, tidiazuron, tiencarbazona,
 15 tiencarbazona-metilo, tifensulfurón, tifensulfurón-metilo, tiobencarb (bentiocarb),
 tiafenacil, tiocarbazil, tioclorim, tolpiralato, topramezona, tralcoxidim, triafamona, trialato
 (tri-alato), triasulfurón, triaziflam, tribenurón, tribenurón-metilo, tricamba, triclopir, sales
 de triclopir, triclopir-ésteres, tridifano, trietazina, trifloxisulfurón, trifloxisulfurón-sódico,
 trifludimoxadin, trifluralin, triflusulfurón, triflusulfurón-metilo, trifop, trifop-metilo,
 20 trifopsima, trihidroxitriazina (ácido cianúrico), trimeturón, tripropindan, tritac,
 tritosulfurón, vernolato, xilaclor, dimesulfazet, 6-((difluorometil)tio)-N₂,N₄-diisopropil-
 1,3,5-triazina-2,4-diamina (CAS 103427-73-2), propanoato de (R)-2-[{7-(2-cloro-4-
 (trifluorometil)fenoxi)naftaleno-2-il}oxi]metilo (CAS 103055-25-0), O-(12H-dibenzo [d,
 g] [1,3]dioxocin-6-carbonil)oxima propano-2-ona (CAS 503819-68-9), [{(2-(N-
 25 metilmetilsulfonamida)-2-oxoetil)amino}metil]fosfonato (CAS 98565-18-5), butanoato de
 2-[{2-(4-((6-cloroquinoxalina-2-il)oxi)fenoxi)propanoil}oxi]-3-metil-3-etilo (CAS
 1191932-79-2), 2-(3,7-dicloroquinolina-8-carbonil)-3-hidroxi-2-ciclohexen-1-ona (CAS
 1350901-36-8), tioato de O-(2,4-dimetil-6-nitrofenil) O-metilisopropilfosforamida (CAS
 189517-75-7), pirazol-4-carboxilato de 5-[N-(4,6-dimetilpirimidina-2-

il)carbamoil}sulfamoil]-1-(piridina-2-il)-1H-metilo (CAS 104770-29-8), 4-[2-cloro-3-(3,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)metil]-4-(metilsulfonil)benzoil]-1,3-dimetil-1H-pirazol-5-il 1,3-dimetil-1H-pirazol-4-carboxilato (CAS 1911613-97-2), 4-[2-cloro-4-(metilsulfonil)-3-((2,2,2-trifluoroetoxi)metil)benzoil]-1-etil-1H-pirazol-5-il 1,3-dimetil-1H-pirazol-4-carboxilato (CAS 1992017-55-6), 1-{2-cloro-3-(3-ciclopropil-5-hidroxi-1-metil-1H-pirazol-4-carbonil)-6-(trifluorometil)fenil}piperidina-2-ona (CAS 1855929-45-1), 1,3-dimetil-4-{2-(metilsulfonil)-4-(trifluorometil)benzoil}-1H-pirazol-5-il 1,3-dimetil-1H-pirazol-4-carboxilato (CAS 1622908-18-2), 2-[{3-(2-cloro-4-fluoro-5-(3-metil-2,6-dioxo-4-(trifluorometil)-3,6-dihidropirimidina-1(2H)-il))fenoxi}piridina-2-il}oxi]etilacetato (CAS 353292-31-6), 2-metil-N-(5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-il)-3-(metilsulfonil)-4-(trifluorometil)benzamida (CAS 1400904-50-8), 2-cloro-N-(1-metil-1H-tetrazol-5-il)-3-(metiltio)-4-(trifluorometil)benzamida (CAS 1361139-71-0), 2-cloro-N-(1-metil-1H-tetrazol-5-il)-3-(metilsulfonil)-4-(trifluorometil)benzamida (CAS 1361139-73-2), 4-(4-fluorofenil)-6-(2-hidroxi-6-oxo-1-ciclohexeno-1-carbonil)-2-metil-1,2,4-triazina-3,5(2H,4H)-diona (CAS 1353870-34-4), F4050 (nombre de prueba), F9960 (nombre de prueba), OK-701 (nombre de prueba), SL-1201(nombre de prueba), y similares.

[0029] Protectores: benoxacor, BPCMS (CSB), cloquintocet, cloquintocet-mexil, cumiluron, ciometrinil, ciprosulfamida, daimuron (dimron), diclormid, diciclonon (diclonon), dietolato, dimepiperato, disulfoton, fenclorazol, fenclorazol-etil, fenclorim, flurazol, fluxofenim, furilazol, hexim, isoxadifen, isoxadifen-etil, MCPA, mecoprop, mefenpir, mefenpir-dietil, mefenato, metcamifen, metoxifenona, anhídrido 1,8-naftalico (NA), octametileno-diamina, oxabetrinil, 4-(dicloroacetil)-1-oxa-4-azaspiro[4.5]decano (AD67, MON4660), ácido 4-carboxi-3,4-dihidro-2H-1-benzopiran-4-acético (CL304415), 2,2-dicloro-N-[2-oxo-2-(propenilamino)etil]-N-2-propenilacetamida (DKA-24), 2-(diclorometil)-2-metil-1,3-dioxolano (MG191), 1-oxa-4-azaspiro[4,5]decano-4-carboditioato de 2-propenilo (MG838), (3-dicloroacetil-5-(2-furil)-2,2-dimetiloxazoxidina) (MON13900), (N-alil-N-[(1,3-dioxolano-2-il)metil]dicloroacetamida (PPG-1292), 3-(dicloroacetil)-2,2-dimetil-1,3-oxazolidina (R28725), 3-(dicloroacetil)-2,2,5-trimetil-1,3-oxazolidina (R29148), 1-dicloroacetil azepano (TI-35), y similares.

[0030] Bactericidas: acibenzolar-S-metilo, acipetacs, aldimorf, alcohol de alilo, ametotradin, aminopirifen, amisulbrom, amobam, ampropilfos, anilazina, azaconazol, azitiram, azoxistrobina, polisulfuro de bario, benalaxilo, benalaxil-M, benodanil, benomilo, benquinox, bentluron, bentiavalicarb-isopropilo, bentiazol, benzamacril, benzamorf, benzovindiflupir, binapacril, bifenilo, bitertanol, bixafen, blasticidin-S, caldo de Bordeles, boscalid, bromoconazol, bupirimate, butiobato, butilamina, sulfuro de calcio (polisulfuro de calcio), captafol, captan, carbamorf, carbendazim, carboxin, carpropamid, carvona, mezcla de cheshunt, cinometionat, clobentiazona, cloraniformentano, cloranil, clorfenazol, cloroneb, cloropicrin, clorotalonil, clorquinox, clozolinato, climbazol, acetato de cobre, carbonato de cobre (básico), hidróxido de cobre, naftenato de cobre, oleato de cobre, oxiclورو de cobre, sulfato de cobre, sulfato de cobre (básico), cromato de zinc de cobre, coumoxistrobin, cresol, cufraneb, cuprobam, ciazofamid, ciclafuramid, cicloheximida, ciflufenamid, cimoxanil, ciperidazol, ciproconazol, ciprodinil, ciprofuram, dazomet, debacarb, decafeutina, ácido dehidroacético, diclobentiazox, diclofluanil, diclona, diclorofen, diclozolina, diclobutrazol, diclocimet, diclomezina, dicloran, dietofencarb, difenoconazol, diflumetorim, dimetirimol, dimetomorf, dimoxistrobina, diniconazol, diniconazol-M, dinobuton, dinocap, dinocap-4, dinocap-6, dinoceton, dinosulfon, dinoterbon, difenilamina, dipimetitrona, dipiritiona, disulfiram, ditalimfos, ditianon, DNOC, dodemorf, dodina, drazoxolon, edifenfos, enestrobina, enoxastrobina, epoxiconazol, etaboxam, etaconazol, etem, etirimol, etoxiquin, etridiazol, famoxadona, fenamidona, fenaminosulf, fenaminstrobina, fenapanil, fenarimol, fenbuconazol, fenfuram, fenhexamid, fenitropan, fenoxanil, fenciclonil, fencicloxamid, fenpropidin, fenpropimorf, fenpirazamina, fentina, ferbam, ferimzona, florilpicoxamid, fluazinam, fludioxonil, flufenoxistrobina, fluindapir, flumetover, flumorf, fluopicolida, fluopimomida, fluopiram, fluoroimida, fluotrimazol, fluoxapiprolin, fluoxastrobina, fluquinconazol, flusilazol, flusulfamida, flutolanil, flutianil, flutriafol, fluxapirroxad, folpet, fosetil-aluminio, ftalida, fuberidazol, furalaxilo, furametpir, furcarbanil, furconazol, furconazol-cis, furmeciclox, furofanato, gliodin, griseofulvin, guazatina, halacrinato, hexaclorobenceno, hexaconazol, hexiltiofos, sulfato de oxiquinolina (8-sulfato de hidroxiquinolina), himexazol, imazalil,

imibenconazol, iminoctadina-albesilato, iminoctadina-triacetato, inpirfluxam, iodocarb,
 ipconazol, ipfentrifluconazol, ipflufenquin, iprobenfos, iprodiona, iprovalicarb,
 isofetamid, isoflucipram, isotianil, isoprotiolano, isopirazam, isovalediona, kasugamicina,
 kresoxim-metil, laminarin, mancopper, mancozeb, mandestrobina, mandipropamid, maneb,
 5 mebenil, mecarbinzid, mefentrifluconazol, mepanipirim, mepronil, meptildinocap,
 metalaxilo, metalaxil-M, metam, metazoxolon, metconazol, metasulfocarb, metfuroxam,
 metiltetraprol, metiram, metominostrobina, metrafenona, metsulfovax, milneb,
 miclobutanil, miclozolin, nabam, naftifina, natamicina, nique orgánico (niquel bis
 (dimetilditiocarbamato)), nitrostireno, nitrotal-isopropilo, nuarimol, octilinona, ofurace,
 10 orisastrobina, oxadixilo, oxatiapirolina, oxina cobre, fumarato de oxpoconazol,
 oxicarboxin, pefurazoato, penconazol, pencicuron, penflufen, pentaclorofenol, pentiopirad,
 ortofenilfenol (2-fenilfenol), fosdifen, ftalida, picarbutrazox, picoxistrobina, piperalin,
 policarbamato, polioxinas, polioxina-D (polioxorim), azida de potasio, carbonato de
 hidrógeno de potasio, probenazol, procloraz, procimidona, propamocarb clorhidrato,
 15 propiconazol, propineb, proquinazid, protiocarb, pirazofos, piribencarb, pirifenox,
 pirimetanil, piriminostrobina, piroquilon, protiocarb, protioconazol, pidiflumetofen,
 piracarbolid, piraclostrobina, pirametostrobina, piraoxistrobina, pirapropoina, piraziflumid,
 piridaclometilo, piridinitril, piriofenona, pirisoxazol, piroxiclor, piroxifur, quinacetol-
 sulfato, quinazamid, quinconazol, quinoxifen, quinofumelin, quintoceno, rabenzazol,
 20 salicilanilida, sedaxano, siltiofam, simeconazol, carbonato de hidrógeno de sodio,
 hipoclorito de sodio, espiroxamina, sulfuro, tebuconazol, tebufloquin, tecloftalam,
 tecnaceno, tecoram, tetraconazol, tiabendazol, tiadifluor, ticiofen, tifluzamida,
 tioclorfenfim, tiofanato, tiofanato-metilo, tiram, tiadinil, tioximid, tolclufos-metil,
 tolprocarb, tolilfluanid, triadimefon, triadimenol, triamifos, triarimol, triazbutil, triazoxido,
 25 oxido de tributilestaño, triclamida, triclopircarb, triciclazol, tridemorf, trifloxistrobina,
 triflumizol, triforina, triticonazol, validamicina, valifenalato, vinclozolin, zarilamid,
 naftenato de zinc, flubeneteram, sulfato de zinc, zineb, ziram, zoxamida, extracto de
 micelio shiitake, extracto del cuerpo fructífero shiitake, y similares.

[0031] Nematicidas: aldoxicarb, benclotiaz, cadusafos, DBCP, diclofentión, DSP,

etoprofos, fenamifos, fensulfotión, fluazaindolizina, fluensulfona, fostiazato, fostietan, imiciafos, isamidofos, isazofos, oxamil, tiaxazafen, tionazin, tioxazafen, ciclobutrifluram, y similares.

- [0032] Plaguicidas: abamectina, acefato, acequinocilo, acetamiprid, acrinatrin,
- 5 acinonapir, afidopiropen, afoxolaner, alanicarb, aldicarb, aletrina, alfa-cipermetrina, alfa-endosulfan, amidoflomet, amitraz, azametifos, azinfos-etilo, azinfos-metilo, azociclotin, bacillus thuringiensis, bendiocarb, benflutrin, benfuracarb, bensultap, benzoximato, benzpirimoxan, beta-ciflutrin, beta-cipermetrin, bifenazato, bifentrin, bioaletrina, bioresmetrina, bistriflurón, broflanilida, bromopropilato, buprofezina, butocarboxim,
- 10 carbarilo, carbofuran, carbosulfan, cartap, cinometionat, clorantraniliprol, cloretxifos, clorfenapir, clorfenvinfos, clorfluazurón, clormefos, clorobezilato, cloropraletrina, clorpirifos, clorpirifos-metilo, cromafenozida, clofentezina, clotianidina, cianofos, ciantraniliprol, ciclaniliprol, cicloprotrin, cienopirafen, ciflumetofen, ciflumetofen, ciflutrin, cihalodiamida, cihalotrina, cihexatina, cipermetrina, cifenotrin, ciromazina,
- 15 deltametrina, diacloдена, diafentiurón, diazinón, diclorvos, dicloromezotiaz, dicofol, dienoclor, diflovidazin, diflubenzurón, dimeflutrin, dimetoato, dimetilvinfos, dinotefuran, diofenolan, disulfoton, DNOC, d-T-80-ftaltrina (d-tetrametrin), emamectin-benzoato, empentrina, endosulfan, EPN, épsilon-metoflutrina, épsilon-momfluorotrina, esfenvalerato, etiofencarb, etiprol, etofenprox, etoxazol, etrimfos, Febantel, fenazaquin, óxido de
- 20 fenbutatina, fenitrotión, fenobucarb, fenotiocarb, fenoxicarb, fenpropatrin, fenpropatrin, fenpiroximato, fentión, fenvalerato, fipronil, flometoquin, flonicamid, fluacripirim, fluazurón, flubendiamida, flucicloxurón, flucitrinato, flufenerim, flufenoxurón, flufenprox, flufiprol, fluhexafón, flumetrina, flupiradifurona, flupirimina, fluralaner, fluvalinato, fluxametamida, fonofos, formetanato, formotión, furatiocarb, gamma-cihalotrina,
- 25 halfenprox, halofenozida, heptaflutrina, hexaflumurón, hexitiazox, hidrametilnón, imidacloprid, imiprotrina, indoxacarb, indoxacarb-MP, isocicloseram, isofenfos, isoprocarb, isoxatión, kappa-bifentrina, kappa-teflutrina, lambda-cihalotrina, lepimectina, lufenurón, malatión, meperflutrina, metaflumizona, metalcarb, metaldehído, metacrifos, metamidofos, metidatión, metomilo, metopreno, metoxiclor, metoxifenoazida, bromuro de

metilo, metoflutrina, milbemectina, momfluorotrina, monocrotofos, muscalura, nitenpiram, novalurón, noviflumurón, ometoato, oxazosulfilo, oxidemetón-metilo, oxideprofos, paratión, paratión-metilo, pentaclorofenol, permetrina, fenotrina, fentoato, forato, fosadona, fosmet, fosfamidón, foxim, pirimicarb, pirimifos-metilo, Praziquantel, profenofos, proflutrin, propafos, propargita, protiofos, protrifenbuta, piflubumida, pimetozina, 5 piraclafos, pirafluprol, piretrinas, piridaben, piridalilo, pirifluquinazón, pirimidifen, piriprol, piriproxifen, resmetrina, rotenona, silafluofen, espinetoram, espinosad, espiroclorfen, espiromesifen, espiropidión, espirotetramat, espiromesifen, sulfotep, sulfoxaflor, sulprofos, tau-fluvalinato, tebfenozida, tebufenpirad, teflubenzurón, teflutorina, 10 terbufos, tetraclorantraniliprol, tetraclorvinfos, tetrametrina, tetrametilflutrina, tetraniliprol, tiacloprid, tiametoxam, tiociclam, tiodicarb, tiofanox, tiometón, tolfenpirad, tralometrina, transflutrina, triazamato, triazurón, triclorfon, triflumezopirim, triflumurón, ticlopirazoflor, vamidotión, zeta-cipermetrina, flupentiofenox, cietpirafeno, y similares.

[0033] En la composición de la presente invención, también es posible agregar un 15 tensioactivo según sea necesario. Ejemplos de estos tensioactivos incluyen los siguientes (A), (B), (C), (D) y (E).

[0034] (A) Tensioactivo no iónico:

(A-1) Tensioactivo de tipo polietilenglicol: por ejemplo, éteres alquílicos (por ejemplo, C₈-₁₈) de polioxietileno, aductos de alquilnaftol-óxido de etileno, éteres (mono o di)alquil (por 20 ejemplo, C₈₋₁₂)fenílicos de polioxietileno, condensados de formalina de éteres (mono o di)alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂)fenílicos de polioxietileno, éter (mono, di o tri)fenilfenílico de polioxietileno, éter (mono, di o tri)bencilfenílico de polioxietileno, éter (mono, di o tri)bencilfenílico de polioxipropileno, éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno, éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxipropileno, polímeros de éter (mono, di o 25 tri)estirilfenílico de polioxietileno, éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno-polioxipropileno, polímeros en bloque de polioxietileno polioxipropileno, éteres de polímero en bloque de alquil (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno-polioxipropileno, éteres de polímero en bloque de alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂) fenílico de polioxietileno-polioxipropileno, éter bisfenílico de polioxietileno, éster de ácido de resina de

polioxietileno, monoésteres de ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno, diésteres de ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno, ésteres de (mono, di o tri)ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietilensorbitán, aductos de óxido de etileno de éster de ácido graso de glicerol, aductos de óxido de etileno de aceite de ricino, aductos de óxido de etileno de aceite de ricino endurecido, aductos de óxido de etileno de alquil (por ejemplo, C₈₋₁₈) amina y aductos de óxido de etileno de amida de ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈).

[0035] (A-2) Tensioactivo de tipo alcohol multivalente: por ejemplo, éster de ácido graso de glicerol, éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de pentaeritritol, ésteres de ácido graso de sorbitol (por ejemplo, C₈₋₁₈), ésteres de sorbitán (mono, di o tri)ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈), ésteres de sacarosa de ácidos grasos, alquiléteres de alcoholes multivalentes, alquilglicósidos, alquilpoliglicósidos y alcanolamidas de ácidos grasos.

[0036] (A-3) Tensioactivo de tipo acetileno: por ejemplo, acetilenglicol, alcohol de acetileno, aductos de óxido de etileno de acetilenglicol y aductos de óxido de etileno de acetilenglicol.

[0037] (B) Tensioactivo aniónico:

(B-1) Tensioactivo de tipo ácido carboxílico: por ejemplo, ácidos carboxílicos tales como ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, ácido polimaleico, anhídrido polimaleico, ácido maleico o copolímeros de anhídrido maleico y olefina (por ejemplo, isobutileno, diisobutileno, etc.), copolímeros de ácido acrílico y ácido itacónico, copolímeros de ácido metacrílico y ácido itacónico, copolímeros de ácido maleico o anhídrido maleico y estireno, copolímeros de ácido acrílico y ácido metacrílico, copolímeros de ácido acrílico y éster metílico de ácido acrílico, copolímeros de ácido acrílico y acetato de vinilo, copolímeros de ácido acrílico y ácido maleico o anhídrido maleico, ácidos acéticos de éter alquílico (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno, sarcosinatos de N-metil-ácido graso (por ejemplo, C₈₋₁₈), ácidos resínicos y ácidos grasos (por ejemplo, C₈₋₁₈) y sales de estos ácidos carboxílicos.

[0038] (B-2) Tensioactivo de tipo éster de sulfato: por ejemplo, ésteres de sulfato tales como ésteres de sulfato de alquilo (por ejemplo, C₈₋₁₈) , ésteres de éter sulfato de

- alquil (por ejemplo, C₈₋₁₈) polioxietileno, ésteres de éter sulfato (mono o di) alquilfenílico (por ejemplo, C₈₋₁₂) de polioxietileno, ésteres de sulfato de polímeros de éteres (mono o di)alquilfenílicos (por ejemplo, C₈₋₁₂) de polioxietileno, éster sulfato de éter (mono, di o tri)fenilfenílico de polioxietileno, éster sulfato de éter (mono, di o tri)fenílico de polioxietileno, éster sulfato de éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno, ésteres de sulfato de polímeros de éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno, ésteres de sulfato de polímeros en bloque de polioxipropileno-polioxietileno, aceites sulfatados, ésteres de ácidos grasos sulfatados, ácidos grasos sulfatados y olefinas sulfatadas y sales de estos ésteres de sulfato.
- 5 [0039] (B-3) Tensioactivo de tipo ácido sulfónico: por ejemplo, ácidos sulfónicos como ácidos sulfónicos de parafina (por ejemplo, C₈₋₂₂), ácidos bencenosulfónicos de alquilo (ej., C₈₋₁₂), condensados de formalina de ácidos bencenosulfónicos de alquilo (por ejemplo, C₈₋₁₂), condensados de formalina de ácido cresol sulfónico, ácidos sulfónicos de α -olefinas (por ejemplo, C₈₋₁₆), ácidos sulfosuccínicos de dialquilo (por ejemplo, C₈₋₁₂),
- 15 ácido ligninsulfónico, ácidos sulfónicos de éter (mono o di)alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂) fenílico de polioxietileno, semiesteres de ácido sulfosuccínico de éter alquil (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno, ácido naftalensulfónico, ácidos sulfónicos de (mono o di) alquil (por ejemplo, C₁₋₆) naftaleno, condensados de formalina de ácido naftalensulfónico, condensados de formalina de ácidos (mono o di)alquil (por ejemplo, C₁₋₆)
- 20 naftalensulfónicos, condensados de formalina de ácido sulfónico de aceite de creosota, ácidos disulfónicos de éter alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂)difenílico, igepon T (nombre comercial), copolímeros de ácido sulfónico de poliestireno y ácido sulfónico de estireno con ácido metacrílico y sales de estos ácidos sulfónicos.
- [0040] (B-4) Tensioactivo de tipo éster de fosfato: por ejemplo, ésteres de fosfato
- 25 tales como ésteres de alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂) fosfato, ésteres de fosfato de éter alquílico (por ejemplo, C₈₋₁₈) de polioxietileno, ésteres de fosfato de éter (mono o di) alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂) fenílico de polioxietileno, ésteres de fosfato de polímeros de éteres (mono, di o tri)alquil (por ejemplo, C₈₋₁₂)fenílico de polioxietileno, éster de fosfato de éter (mono, di o tri)fenilfenílico de polioxietileno, éster de fosfato de éter (mono, di o tri)bencilfenílico

de polioxietileno, éster de fosfato de éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno, ésteres de fosfato de polímeros de éter (mono, di o tri)estirilfenílico de polioxietileno, ésteres de fosfato de polímeros en bloque de polioxietileno-polioxipropileno, fosfatidilcolina, fosfatidiletanolamina y ácido fosfórico condensado (por ejemplo, tripolifosfato, etc.) y sales de estos ésteres de fosfato.

[0041] Como contraiones de sales en los anteriores (B-1) a (B-4), se pueden ejemplificar metales alcalinos (litio, sodio, potasio, etc.), metales alcalinotérreos (calcio, magnesio, etc.), amonio y diversas aminas (por ejemplo, alquilaminas, cicloalquilaminas, alcanolaminas, etc.).

10 [0042] (C) Tensioactivo catiónico:

Por ejemplo, se pueden ejemplificar alquilaminas, sales de alquil amonio cuaternario, aductos de óxido de etileno de alquilamina y aductos de óxido de etileno de sales de amonio cuaternario de alquilo.

[0043] (D) Tensioactivo anfótero:

15 (D-1) Tensioactivo de tipo betaína: por ejemplo, se pueden ejemplificar betaínas del ácido alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈)dimetilaminoacético, betaínas del ácido acil(por ejemplo, C₈₋₁₈)aminopropildimetilaminoacético, hidroxisulfobetaínas de alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈) y betaínas de 2-alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈)-N-carboximetil-N-hidroxiethylimidazolinio.

[0044] (D-2) Tensioactivo de tipo aminoácido: por ejemplo, se pueden
20 ejemplificar ácidos alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈)aminopropiónicos, ácidos alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈) aminodipropiónicos y N-acilo(por ejemplo, C₈₋₁₈)-N'-carboxietil-N'-hidroxietilendiaminas.

[0045] (D-3) Tensioactivo de tipo óxido de amina: por ejemplo, se pueden
25 ejemplificar óxidos de alquil(por ejemplo, C₈₋₁₈)dimetilamina y óxidos de acil(por ejemplo, C₈₋₁₈)aminopropil dimetilamina.

[0046] (E) Otros tensioactivos:

(E-1) Tensioactivo de tipo silicio: por ejemplo, se pueden ejemplificar copolímeros de polioxietileno/metilpolisiloxano, copolímeros de polioxipropileno/metilpolisiloxano y copolímeros de poli (oxietileno/oxipropileno)/metilpolisiloxano.

[0047] (E-2) Tensioactivo de tipo flúor: por ejemplo, se pueden ejemplificar perfluoroalquenilbencenosulfonatos, perfluoroalquilsulfonatos, sales de ácido perfluoroalquilcarboxílico, éteres de perfluoroalquenilpolioxietileno, éteres de perfluoroalquilpolioxietileno y sales de perfluoroalquiltrimetilamonio.

5 [0048] Estos tensioactivos se pueden usar solos o se pueden usar dos o más de los mismos en combinación, y la proporción de mezcla se puede seleccionar libremente. El contenido del tensioactivo en la composición de la presente invención puede seleccionarse apropiadamente y está preferiblemente en un intervalo de 0,1 partes en peso a 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la composición de la presente invención.

10 [0049] La composición de la presente invención puede contener además varios agentes auxiliares. Ejemplos de agentes auxiliares que se pueden usar incluyen un espesante, un disolvente orgánico, un agente anticongelante, un agente antiespumante, un agente antibacteriano y antifúngico y un colorante, y se pueden ejemplificar los siguientes agentes.

15 [0050] El espesante no está particularmente limitado, y se pueden usar productos naturales orgánicos e inorgánicos, productos sintéticos y productos semisintéticos, ejemplos de los cuales incluyen heteropolisacáridos tales como goma de xantano, goma de welan y goma de lamsan, compuestos poliméricos solubles en agua tales como alcoholes polivinílicos, polivinilpirrolidona, ácido poliacrílico, ácido poliacrílico sódico y poliacrilamida, derivados de celulosa tales como metilcelulosa, carboximetilcelulosa, carboxietilcelulosa, hidroxietilcelulosa e hidroxipropilcelulosa, y minerales de arcilla esmectita tales como montmorillonita, saponita, hectorita, bentonita, laponita y esmectita sintética. Estos espesantes se pueden usar solos o se pueden usar dos o más de los mismos en combinación, y la proporción de mezcla se puede seleccionar libremente.

25 Estos espesantes se pueden agregar sin cambios, o se pueden agregar los que están dispersos en agua de antemano. Además, el contenido de la composición de la presente invención se puede seleccionar libremente.

[0051] Ejemplos de disolventes orgánicos incluyen alcoholes como etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol e isopropanol, éteres como butilcelosolve,

cetonas como ciclohexanona, ésteres como γ -butirolactona, amidas ácidas como N-metilpirrolidona y N-octilpirrolidona, hidrocarburos aromáticos como xileno, alquilbencenos, fenilxisililetano y alquilnaftalenos, hidrocarburos alifáticos como aceite de máquina, parafina normal, isoparafina y nafteno, mezclas de hidrocarburos aromáticos como queroseno e hidrocarburos alifáticos, y aceites y grasas de soja como aceite de soja, aceite de colza, aceite de coco, aceite de semilla de algodón y aceite de ricino.

[0052] Como agente anticongelante, se pueden usar, por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol y glicerina. Se prefieren propilenglicol y glicerina. Además, el contenido de la composición de la presente invención se puede seleccionar libremente.

[0053] Se puede añadir adicionalmente un agente antiespumante tal como una emulsión de tipo silicona, un agente antibacteriano y antifúngico, un colorante y similares.

[0054] Un método para producir la composición de la presente invención no está particularmente limitado, y la composición se obtiene al agregar los componentes anteriores a un medio de dispersión y mezclándolos con un agitador. Además, según sea necesario, un componente agroquímico activo, un tensioactivo y otros agentes auxiliares solos o en combinación se pueden pulverizar finamente mediante un pulverizador seco o húmedo.

[0055] La pulverización en seco se puede realizar con un molino de martillos, un molino de púas, un molino de chorro, un molino de bolas, un molino de rodillos o similar. La pulverización fina por pulverización húmeda se puede realizar mediante un pulverizador húmedo, como un molino en línea o un molino de perlas.

La composición de la presente invención se puede utilizar como herbicida para un campo de arroz en cualquier método de tratamiento de suelo y tratamiento de follaje en caso de inundación. Preferiblemente, se puede usar en un método de tratamiento con tratamiento de follaje. Ejemplos de malezas de suelo incluyen malezas Gramíneas representadas por zacate chino (*Leptochloa chinensis*), plumilla (*Leptochloa fascicularis*), pasto dentado (*Echinochloa crus-galli*), arrozillo (*Echinochloa colonum*), cola roja (*Echinochloa oryzicola*), pastos lambedora (*Leersia hexandra*), gramilla (*Paspalum*

- distichum*), paja rugosa (*Ischaemum rugosum*), caminadora (*Rottboellia cochinchinensis*), pasto bandera (*Brachiaria platyphylla*), zacate Alexander (*Brachiaria growthaginea*), guardarrocio (*Digitaria sanguinalis*), zacate estrella (*Dactyloctenium aegyptium*), pata de gallina (*Eleusine indica*), arroz rojo (*Oryza sativa*), pasto bermuda (*Cynodon dactylon*), y
- 5 gramalote de agua (*Panicum dichotomiflorum*), malezas Ciperáceas representadas por *Eleocharis kuroguwai*, pelo de indio (*Fimbristylis miliacea*), junco japonés (*Schoenoplectus juncooides*), *Schoenoplectus nipponicus*, juncia borde (*Schoenoplectus mucronatus*), *Cyperus serotinus*, juncia de agua (*Cyperus difformis*), cortadera (*Cyperus iria*), coquito (*Cyperus rotundus*), chufa (*Cyperus esculentus*), y juncia marina
- 10 (*Bolboschoenus martimus*), malezas Alismatáceas representadas por llantén de agua (*Alisma canaliculatum*), flecha de agua (*Sagittaria pygmaea*), y punta de flecha china (*Sagittaria trifolia*), malezas Comelináceas representadas por araña asiática (*Murdannia keisak*) y comelina (*Commelina benghalensis*), maleza Pontederiáceas representadas por hoja de corazón falso pickerelweed (*Monochoria korsakowii*), alga de hoja ovalada
- 15 (*Monochoria vaginalis*), lila de agua (*Heteranthera limosa*), y jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*), malezas Elatináceas representadas por agripalma de tres estambres (*Elatine triandra*), malezas Litráceas representadas por valle rojo (*Ammannia coccinea*) y rotala rotundifolia (*Rotala indica*), malezas Oenoteráceas representadas por *Ludwigia epilobioides* y planta calavera (*Ludwigia octovalvis*), malezas Escrofulariáceas
- 20 representadas por dopatrio parecido a un junco (*Dopatrium junceum*), *Gratiola japonica*, ambulia enana (*Limnophila sessiliflora*), pimpinela falsa postrada (*Lindernia pyxidaria*), y pimpinela falsa de semilla amarilla (*Lindernia dubia*), malezas Amarantáceas representadas por lagunilla (*Alternanthera philoxeroides*) y amaranto espinoso (*Amaranthus spinosus*), malezas Polygonáceas representadas por pimienta acuática
- 25 (*Polygonum hydropiper*), malezas Esfenocleáceas representadas por Chile Camarón (*Sphenoclea zeylanica*), malezas Fabáceas representadas por arveja sensible (*Aeschynomene indica*) y cañamo de río (*Sesbania exaltata*), malezas Asteráceas representadas por cañamo de agua (*Bidens frondosa*), cañamo acuático de tres lóbulos (*Bidens tripartita*), yerba de tago (*Eclipta prostrata*), y caángay (*Ageratum conyzoides*),

malezas Convolvuláceas representadas por cancon (*Ipomoea aquatica*), malezas Marsileáceas representadas por trébol de agua (*Marsilea minuta*), malezas Lemnáceas representadas por lenteja de agua (*Spirodela polyrhiza*) y lentejita de agua (*Lemna paucicostata*), y malezas Potamogetonáceas representadas por espiga de agua

5 (*Potamogeton distinctus*).

Además, la composición de la presente invención puede usarse como herbicida para tierras de cultivo y huertos en cualquier método de tratamiento de suelo, tratamiento de incorporación de suelo y tratamiento de follaje. Ejemplos de malezas en campos de cultivo incluyen malezas Poáceas representadas por gramalote de agua (*Panicum*
 10 *dichotomiflorum*), sorgo (*Sorghum bicolor*), paja Johnson (*Sorghum halepense*), pasto dentado (*Echinochloa crus-galli* var. *Crus-galli*), arroz silvestre (*Echinochloa crus-galli* var. *Praticola*), zacate rayado (*Echinochloa utilis*), pasto cuaresma (*Digitaria ciliaris*), pasto amargo (*Digitaria insularis*), pasto conejo (*Digitaria horizontalis*), avena loca (*Avena fatua*), cola de zorro de sembrado (*Alopecurus myosuroides*), cola de zorro
 15 menor (*Alopecurus aequalis*), heno ahumado (*Apera spica-venti*), bromo de muros (*Bromus tectorum*), raigrás italiano (*Lolium multiflorum*), raigrás rígido (*Lolium rigidum*), alpiste (*Phalaris minor*), pastillo de invierno (*Poa annua*), pata de gallina (*Eleusine indica*), cola de zorro verde (*Setaria viridis*), cola de zorro gigante (*Setaria faberi*), pasto amargo (*Brachiaria decumbens*) y cadillo (*Cenchrus echinatus*), malezas Ciperáceas representadas
 20 por coquito (*Cyperus rotundus*), malezas Solanáceas representadas por hierba mora (*Solanum nigrum*) y estramonio (*Datura stramonium*), malezas Malváceas representadas por abutilón (*Abutilon theophrasti*) y malva espinosa (*Sida spinosa*), malezas Convolvuláceas representadas por campanilla morada (*Ipomoea purpurea*), trompillo (*Ipomoea hederacea*) y campanilla (*Calystegia hederacea*), malezas Amarantáceas
 25 representadas por amaranto morado (*Amaranthus lividus*), bledo (*Amaranthus retroflexus*), yuyo colorado (*Amaranthus palmeri*) y cáñamo de agua alto (*Amaranthus tuberculatus*), malezas Asteráceas por bardana menor (*Xanthium strumarium*), ambrosía común (*Ambrosia artemisiifolia*), ambrosía gigante (*Ambrosia trifida*), coniza canadense (*Conyza canadensis*), girasol (*Helianthus annuus*), manzanilla sin petalos (*Matricaria*

matricarioides), colminillo blanco (*Galinsoga cialia*), cardo de secano (*Cirsium arvense*), hierba cana (*Senecio vulgaris*) y erigeron anual (*Erigeron annuus*), malezas Brasicáceas representadas por berro (*Rorippa indica*), mostaza silvestre (*Sinapis arvensis*) y bolsa de pastor (*Capsella bursa-pastoris*), malezas Poligonáceas representadas por pulgar de dama

5 (*Persicaria longiseta*) y enredadera de trigo (*Polygonum convolvulus*), malezas Portulacáceas representadas por verdolaga (*Portulaca oleracea*), malezas Quenopodiáceas representadas por cenizo (*Chenopodium album*), quenopodio con hojas de chumbera (*Chenopodium ficifolium*), morenita (*Kochia scoparia*) y cardo ruso (*Salsola tragus*), malezas Cariofiláceas representadas por capiqui (*Stellaria media*), malezas Plantagináceas

10 representadas por canchalagua (*veronica persica*), malezas Comelináceas representadas por flor asango del Japon (*Commelina communis*) y judío errante (*Commelina benghalensis*), malezas Lamiáceas representadas por ortiga mansa (*Lamium amplexicaule*) y ortiga morada (*Lamium purpureum*), malezas Euforbiáceas representadas por lechero (*Euphorbia heterophylla*) y lechosilla (*Euphorbia maculata*), malezas Rubiáceas representadas por

15 cuchillas falsas (*Galium spurium*) y rubia cordifolia (*Rubia akane*), malezas Violáceas representadas por pensamiento salvaje (*Viola tricolor*), malezas Papaveráceas representadas por amapola (*Papaver rhoeas*), malezas Fabáceas representadas por cáñamo de río (*Sesbania exaltata*) y hoz (*Cassia obtusifolia*) y las malezas Oxalidáceas representadas por acedera (*Oxalis corniculata*).

20 Además, la composición de la presente invención puede eliminar una amplia gama de malezas que se producen, por ejemplo, en pendientes de terraplenes, lechos de ríos, bermas y pendientes de carreteras, suelos de vías férreas, zonas verdes de parques, suelos, estacionamientos, aeropuertos, terrenos de instalaciones industriales tales como fábricas e instalaciones de almacenamiento, tierras en barbecho, tierras no agrícolas en las que es

25 necesario controlar el crecimiento de malezas, como tierras no utilizadas en ciudades, o huertos, prados, pastos, tierras forestales y similares. Las malezas incluyen, además de las descritas como malezas para tierras de cultivo y huertos, pastillo de invierno (*Poa annua*), diente de león (*Taraxacum officinale*), pino de la huerta (*Conyza bonariensis*), hierba carnícera (*Conyza canadensis*), hierba gallinera (*Conyza sumatrensis*), berro amargo

ondulado (*Cardamine flexuosa*), trébol blanco (*Trifolium repens*), césped marshpennywort (*Hydrocotyle sibthorpioides*), llantén asiático (*Plantago asiatica*), esportillo verde (*Kyllinga brevifolia*), cola de caballo (*Equisetum arvense*) y similares.

La composición de la presente invención actúa sobre plantas útiles o se usa en un
 5 lugar en el que se van a cultivar o están creciendo plantas útiles o en tierras no agrícolas al mismo tiempo o de manera dividida, y puede controlar el crecimiento de plantas indeseables por el bien de las plantas útiles. Aquí, las plantas útiles incluyen cultivos de campo, cultivos de suelo, cultivos de jardín, césped, árboles frutales y similares.

En la presente, específicamente, las plantas útiles a las que se hace referencia en la
 10 presente invención incluyen, por ejemplo, cultivos tales como maíz, arroz, trigo, cebada, centeno, avena, sorgo, algodón, soja, maní, trigo sarraceno, remolacha azucarera, colza, girasol, caña de azúcar y tabaco; hortalizas como hortalizas solanáceas (berenjena, tomate, pimiento, pimiento rojo, papa, etc.), hortalizas cucurbitáceas (pepino, calabaza, calabacín, sandía, melón, etc.), hortalizas brasicáceas (rábano, nabo, rábano picante, colinabo, repollo
 15 chino, col, mostaza, brócoli, coliflor, etc.), hortalizas asteráceas (bardana, margarita, alcachofa, lechuga, etc.), hortalizas liliáceas (cebolla verde, cebolla, ajo, espárragos), hortalizas umbelíferas (zanahoria, perejil, apio, chirivía, etc.), hortalizas quenopodiáceas (espinaca, remolacha, etc.), hortalizas labiadas (planta bistec, menta, albahaca, etc.), fresa, papa dulce, ñame y taro; frutas como pomáceas (manzana, pera pera europea, pera
 20 japonesa, membrillo chino, membrillo, etc.), frutas de hueso (melocotón, ciruela, nectarina, albaricoque japonés, cereza dulce, albaricoque, ciruela, etc.), frutos cítricos (*Satsuma mandarins*, naranja, limón, lima, pomelo, etc.), frutos secos (castañas, nueces, avellanas, almendras, pistachos, anacardos, nueces de macadamia, etc.), frutos rojos (arándanos frescos, arándanos, moras, frambuesas, etc.), uva, caqui, aceituna, níspero, plátano, café,
 25 palmera datilera, coco y palma aceitera; árboles que no sean frutales como té, morera, árboles de la calle (*Fraxinus japonica*, abedul, cornejo, eucalipto, ginkgo, lila, arce, roble, álamo, cercis, arce, plátano, zelkova, arborvitae japonés, abeto japonés, cicuta abeto, *Juniperus rigida*, pino, abeto, tejos, *Ulmus campestris*, *Aesculus turbinata*, etc.), viburno dulce, *Podocarpus macrophyllus*, *Cryptomeria japonica*, ciprés japonés, croton, *Euonymus*

japonica y fotinia japonesa; céspedes como *Zoysia* (*Zoysia japonica*, *Zoysia matrella*, etc.), pasto de bermuda (asto de bermuda, etc.), pasto doblado (*Agrostis gigantea*, *Agrostis stolonifera*, *Agrostis capillaris*, etc.), bluegrass (Kentucky bluegrass, *Poa annua*, etc.), festuca (festuca, *Festuca rubra* var. *commutata*, *Festuca rubra* var., etc.), raigrás (*Lolium multiflorum* Lam., *Lolium perenne*, etc.), *Dactylis glomerata* y *Phleum pratense*; cultivos oleaginosos como el aceite de palma y *Jatropha curcas*; flores y plantas ornamentales (*Rosa polyantha*, *Dianthus caryophyllus*, crisantemo, *Eustoma russellianum*, aliento de bebé, gerbera, caléndula, *Salvia splendens*, petunia, verbena, tulipán, aster, *Gentiana scabra*, lirio, pensamiento, *Cyclamen persicum*, orquídea, *Convallaria*, *Lavandula vera*, stock, repollo ornamental, primula, flor de pascua, gladiolo, catleya, margarita, verbena, orquídea barco, begonia, etc.); plantas de follaje y similares, pero la presente invención no se limita a ellas.

[0056] La composición de la presente invención se puede aplicar, por ejemplo, mediante un método en el que se diluye con una solución madre o agua en un factor de aproximadamente 50 a 5.000 y se rocía sobre cultivos o árboles o el suelo en el que crecen usando un pulverizador o similar, o un método en el que se diluye con una solución madre o agua en un factor de aproximadamente 2 a 100 y se pulveriza desde el aire utilizando un helicóptero o similar.

[0057] En comparación con la composición que incluye el Compuesto amorfo (1), por ejemplo, la composición de la presente invención tiene una excelente estabilidad en almacenamiento, fluidez y efecto herbicida de modo que el Compuesto (1) de la composición no se solidifica. En particular, estos son significativos cuando la composición de la presente invención es una formulación de tipo suspensión o una formulación de tipo suspensión acuosa.

25 EJEMPLOS

[0058] A continuación, la presente invención se describirá con más detalle utilizando ejemplos de producción del cristal de la presente invención como ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

[0059] En la presente, varias condiciones de medición son las siguientes.

[Condiciones de medición de difracción de rayos X en polvo]

Dispositivo: X'PERT-PRO MPD (disponible comercialmente en Spectris)

Método de medición: método de transmisión.

Rayos X: Cu-K α

5 Voltaje 45 kV

Corriente: 40 mA

Intervalo de muestreo: 0.0070 deg

Intervalo de datos: $2\theta = 5$ grados a 40 grados

[Condiciones de calorimetría diferencial de barrido]

10 Dispositivo: DSC-60 (disponible comercialmente de Shimadzu Corporation)

Aumento de la temperatura: 20 °C-(10 °C/min)-450 °C

Atmósfera: nitrógeno

Control: Al₂O₃

Envase: hecho de SUS

15 Muestreo: 1 segundos

[0060] [Ejemplo de Producción 1]: Producción de cristal de la presente invención,

Parte 1

Se añadieron 14,90 g de cloruro de tionilo a una solución en la que se mezcló 34,83 g de ácido 3-[(isopropilsulfonil) metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo[4,3-a]piridina-8-
 20 carboxílico y 348,30 g de 1,2-dicloroetano con calentamiento a reflujo. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 4,5 horas con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, se separaron por destilación 80,62 g de un disolvente a 60° C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 9,83 g de 5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-amina y 174,20 g de 1,2-dicloroetano a 60 °C. Una vez
 25 completada la adición, se separaron por destilación 179,00 g del disolvente de la mezcla de reacción a 60° C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 175,00 g de 1,2-dicloroetano, 2,51 g de acetato de potasio y 175,00 g de agua a 60 °C y se realizó la separación de líquidos. La capa acuosa obtenida se extrajo con 175,00 g de 1,2-dicloroetano. Después de lavar la capa orgánica obtenida con agua, se separaron por

destilación 307,45 g del disolvente a 70 °C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 209,00 g de 1,4-dioxano a 70 °C a la suspensión obtenida. Una vez completada la adición, la suspensión obtenida se enfrió a -2 °C a una velocidad de enfriamiento de 25 °C por hora, se agitó a la misma temperatura durante 1 hora y luego se
 5 filtró. El cristal obtenido se lavó con 105,00 g de acetato de etilo a 0 °C, y luego se secó a presión reducida, y de ese modo se obtuvieron 31,40 g de un cristal diana.

Se midió la difracción de rayos X en polvo del cristal obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de difracción mostrado en la FIG. 1.

Además, se realizó una calorimetría diferencial de barrido del cristal obtenido y,
 10 como resultado, se obtuvo el patrón de pico mostrado en la FIG. 2.

[0061] [Ejemplo de Producción 2]: Producción de cristal de la presente invención,
 Parte 2

Se añadieron 4,10 g de cloruro de tionilo a una solución en la que se mezcló 9,93 g de ácido 3-[(isopropilsulfonil) metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo[4,3-a]piridina-8-
 15 carboxílico y 99,3 g de 1,2-dicloroetano con calentamiento a reflujo. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 4 horas con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, se separaron por destilación 20,5 g de un disolvente a 60° C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 2,80 g de 5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-amina y 49,7 g de 1,2-dicloroetano a 60 °C. Una vez completada la
 20 adición, se separaron por destilación 66,5 g del disolvente de la mezcla de reacción a 60° C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 66,5 g de 1,2-dicloroetano a 60 °C. Una vez completada la adición, se separaron por destilación 56,6 g del disolvente de la mezcla de reacción a 60 °C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 56,6 g de 1,2-dicloroetano, 0,69 g de acetato de potasio y 44,7
 25 g de agua a 60 °C y se realizó la separación de líquidos. La capa acuosa obtenida se extrajo con 39,7 g de 1,2-dicloroetano. Después de lavar la capa orgánica obtenida con agua, se separaron por destilación 69,5 g del disolvente a 60 °C a presión reducida. Una vez completada la destilación, se añadieron 9,93 g de N,N-dimetilformamida a la suspensión obtenida a 60 °C. Una vez completada la adición, la solución mixta se agitó a

85 °C para disolver un cristal. Mientras que la solución mezclada se enfrió a 60 °C y se agitó, se añadieron 5 mg de un cristal semilla diana (usando el cristal diana obtenido en el Ejemplo de producción 1). Una vez completada la adición, se continuó la agitación a 60 °C, se confirmó visualmente la precipitación de cristales y la mezcla se enfrió luego a -2 °C a una tasa de enfriamiento de 30 °C por hora. La suspensión obtenida se agitó a -2 °C durante 3 horas y luego se filtró. El cristal obtenido se lavó con 9,93 g de 1,2-dicloroetano a 0 °C y luego se secó a presión reducida, y de ese modo se obtuvieron 9,51 g de un cristal diana.

Se midió la difracción de rayos X en polvo del cristal obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de difracción mostrado en la FIG. 1.

Además, se realizó una calorimetría diferencial de barrido del cristal obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de pico mostrado en la FIG. 2.

[0062] [Ejemplo de Producción 3]: Producción de cristal de la presente invención, Parte 3

Proceso 1: Síntesis de cloruro de 3-[(isopropilsulfonil)metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo[4,3-a] piridina-8-carbonilo

Se añadieron 0,43 g de cloruro de tionilo con calentamiento a reflujo a una solución en la que se mezclaron 1,00 g de ácido 3-[(isopropilsulfonil) metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo[4,3-a]piridina-8-carboxílico y 10 g de tolueno. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 1 hora con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, el disolvente se eliminó por destilación a presión reducida y de ese modo se obtuvieron 1,10 g de un sólido de color marrón claro diana.

Punto de fusion: 140 °C a 142 °C

Proceso 2: Producción de cristal de la presente invención.

Se agregó 0,285 g de 5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-amina a una solución en la que se mezclaron 1,10 g de cloruro de 3-[(isopropilsulfonil) metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo[4,3-a] piridin-8-carbonilo y 10 g de tolueno a temperatura ambiente. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 2 horas con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, la mezcla de reacción se enfrió

a temperatura ambiente. La suspensión obtenida se agitó a temperatura ambiente durante 1 hora y luego se filtró. El cristal obtenido se lavó con 5,0 g de tolueno a temperatura ambiente y luego se secó a presión reducida, obteniendo así 1,00 g de un cristal diana.

Se midió la difracción de rayos X en polvo del cristal obtenido y, como resultado, se
5 obtuvo el patrón de difracción mostrado en la FIG. 1.

[0063] [Ejemplo de Producción 4]: Producción de cristal de la presente invención,
Parte 4

Proceso 1: Síntesis de cloruro de 3-[(isopropilsulfonil)metil]-5-(trifluorometil)-
[1,2,4]triazolo[4,3-a]piridina-8-carbonilo

10 Se agregó 0,43 g de cloruro de tionilo con calentamiento a reflujo a una solución en la que se mezclaron 1,00 g de ácido 3-[(isopropilsulfonil)metil]-5- (trifluorometil)-[1,2,4]triazolo [4,3-a]piridina-8-carboxílico y 10 g de 1,2-dicloroetano. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 4 horas con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, el disolvente se eliminó por destilación a
15 presión reducida y de ese modo se obtuvieron 1,08 g de un sólido de color marrón claro diana.

Proceso 2: Producción de cristal de la presente invención.

Se agregó 0,285 g de 5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-amina a una solución en la que se mezclaron 1,08 g de cloruro de 3-[(isopropilsulfonil) metil]-5-(trifluorometil)-
20 [1,2,4]triazolo[4,3-a] piridin-8-carbonilo y 10 g de 1,2-dicloroetano a temperatura ambiente. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 3 horas con calentamiento a reflujo. Una vez completada la agitación, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. La suspensión obtenida se agitó a temperatura ambiente durante 1 hora y luego se filtró. El cristal obtenido se lavó con 3,0 g de 1,2-dicloroetano a
25 temperatura ambiente, y luego se secó a presión reducida, y de ese modo se obtuvieron 0,484 g de un cristal diana.

Se midió la difracción de rayos X en polvo del cristal obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de difracción mostrado en la FIG. 1.

[0064] [Ejemplo de Referencia 1]: Producción del Compuesto amorfo (1)

La producción se realizó de acuerdo con la descripción del Ejemplo de Síntesis 2 en los ejemplos del documento WO 2014/192936.

Se añadieron 131,1 mg de hidrocloreuro de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida y 93,2 mg de 1-hidroxi-7-azabenzotriazol a temperatura ambiente a una solución en la que se mezclaron 200 mg de 3-[(isopropilsulfonil)metil]-5-(trifluorometil)-[1,2,4]triazolo [4,3-a]piridin-8-carboxílico, 67,8 mg de 5-metil-1,3,4-oxadiazol-2-amina y 5 ml de N,N-dimetilformamida. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó a temperatura ambiente durante 24 horas. Una vez completada la agitación, se agregó agua para detener la reacción, y luego se realizó la extracción con cloroformo (10 ml x 1 vez). La capa orgánica obtenida se lavó con agua y luego se secó con sulfato de sodio anhidro y el disolvente se eliminó por destilación a presión reducida. El residuo obtenido se purificó mediante cromatografía en gel de sílice {n-hexano: acetato de etilo: metanol = 50:50:0 a 0:100:0 a 0:80:20 (proporción en volumen)} para obtener 204,4 mg del compuesto amorfo (1).

Se midió la difracción de rayos X en polvo del compuesto amorfo obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de difracción mostrado en la FIG. 3.

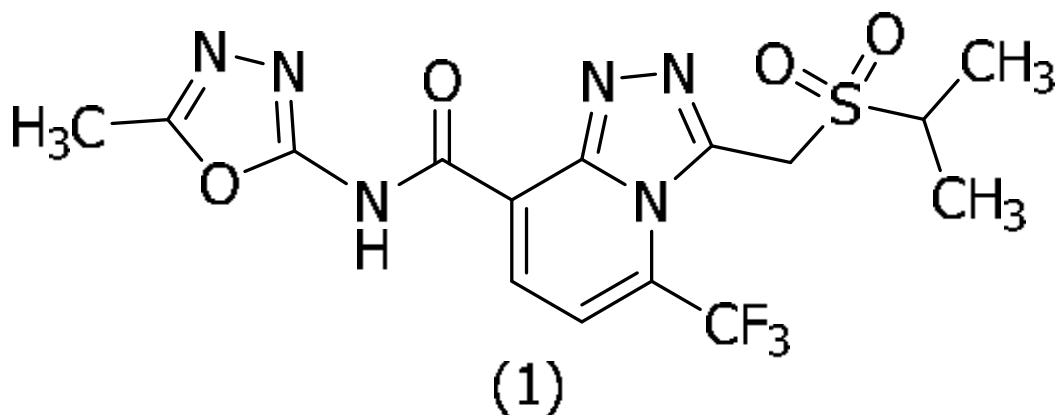
Además, se realizó una calorimetría diferencial de barrido del compuesto amorfo obtenido y, como resultado, se obtuvo el patrón de pico mostrado en la FIG. 4.

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

[0065] Según la presente invención, es posible producir un cristal del Compuesto (1).

REINVINDICACIONES

1. Un cristal de un compuesto de amida heterocíclica representado por la Fórmula (1), que tiene picos en un ángulo de difracción 2θ de $7.29^\circ \pm 0.2$, $12.62^\circ \pm 0.2$, $14.13^\circ \pm 0.2$, $17.51^\circ \pm 0.2$, $18.64^\circ \pm 0.2$, $19.03^\circ \pm 0.2$, $20.56^\circ \pm 0.2$, $20.89^\circ \pm 0.2$, $21.76^\circ \pm 0.2$, $23.37^\circ \pm 0.2$, $25.41^\circ \pm 0.2$, $27.70^\circ \pm 0.2$ y $30.34^\circ \pm 0.2$ en difracción de rayos X en polvo con rayos Cu-K α :



10

2. Una composición de suspensión que incluye el cristal según la reivindicación 1 y un medio de dispersión.

3. Un método de control de malezas, que comprende un proceso de aplicación de la composición en suspensión según la reivindicación 2 en una cantidad eficaz para controlar las malezas.

15

RESUMEN

Se proporciona el cristal de un compuesto de amida heterocíclica y un método para producir el mismo en donde el compuesto de amida heterocíclica definido como un compuesto que

5 tiene una actividad útil como herbicida contiene un cristal nuevo, como se muestra en la fórmula (1):

