

COMPOSICIÓN HERBICIDA QUE CONTIENE MICROCÁPSULAS, MÉTODO DE PREPARACIÓN Y APLICACIÓN DE LA MISMA

REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS

5 **[0001]** Esta solicitud reivindica la prioridad sobre la solicitud de patente china n.º 201910425066.8, titulada "COMPOSICIÓN HERBICIDA QUE CONTIENE MICROCÁPSULAS, MÉTODO DE PREPARACIÓN Y APLICACIÓN DE LA MISMA", presentada el 21 de mayo de 2019 ante la Administración Nacional de la Propiedad Intelectual de China, que se incorpora en el presente documento por referencia en su totalidad.

10 **CAMPO**

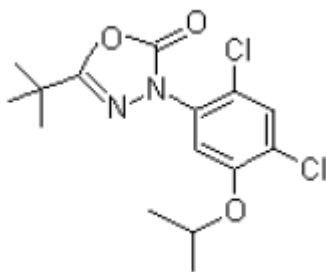
[0002] La presente divulgación se refiere al campo técnico de las formulaciones de plaguicidas, específicamente se refiere a una composición herbicida que comprende oxadiazón microencapsulado y una segunda sustancia activa herbicida microencapsulada con un punto de fusión inferior a 90 °C, y opcionalmente una tercera sustancia activa herbicida microencapsulada o no microencapsulada; la presente invención también se refiere a un método para aplicar la
15 composición herbicida para reducir el daño a las hojas de los cultivos y lograr el control de las malas hierbas antes de la siembra o la emergencia de los cultivos.

ANTECEDENTES

20 **[0003]** El oxadiazón, también conocido como Ronstar, es un herbicida orgánico heterocíclico de contacto para el agua y la sequía en la fase de germinación. Fue desarrollado y promovido por la Rhone Planck francesa a principios de los años 70. Como excelente herbicida, el oxadiazón se utiliza ampliamente en la protección de cultivos. En la actualidad, las principales formas de dosificación que se promueven de este medicamento son la emulsión al 12.5 % y la emulsión al
25 25 %. Sin embargo, tras la aplicación del concentrado emulsionable, si se producen lluvias intensas o un riego inadecuado, puede causar cierto grado de fitotoxicidad en los cultivos, y de vez en cuando se producen informes en este sentido. Por ejemplo, el artículo de Tang Pengchun titulado: "Naian Mitigation of phytotoxicity by Herbicides in Rice Fields" informó de que es fácil que el "oxadiazón butaclor EC" cause fitotoxicidad en las malas hierbas cerradas de los

arrozales del noreste de China. Al añadir el agente de seguridad Naian al producto, el efecto de desintoxicación es evidente. En los cultivos de secano, tales como el maíz y el trigo, también hay informes de fitotoxicidad causada por el uso inadecuado del oxadiazón.

[0004] Por lo tanto, el uso de herbicidas de oxadiazolona, tales como el herbicida de oxadiazón que se muestra en la siguiente fórmula, puede obtener simultáneamente composiciones y métodos herbicidas comercialmente aceptables para el control de las malas hierbas y los daños a los cultivos.



[0005] Como un nuevo tipo de tecnología de formulación, la tecnología de microcápsulas se ha utilizado cada vez más en la liberación sostenida y direccional de pesticidas. El documento CN102388864B divulga una microcápsula de plaguicida, que está compuesta por un núcleo de la cápsula y una pared capsular, en donde el núcleo de la cápsula es un plaguicida, seleccionado específicamente entre cletodim, fluroxipir, dimetenamida, oxifluorfenol y fluazifop-p-butilo, etc.; la pared capsular es una pared capsular compuesta formada por la encapsulación de fibras naturales con un material polimérico; el documento CN106818734A divulga una preparación de microcápsula que incluye una cubierta de la microcápsula e ingredientes con actividad plaguicida encapsulados en la cubierta de la microcápsula, los ingredientes con actividad plaguicida incluyen piracloestrobina, abamectina y lambda-cihalotrina.

COMPENDIO

[0006] La presente divulgación pretende resolver el problema técnico de la fitotoxicidad del oxadiazón para los cultivos objetivo, especialmente la fitotoxicidad más grave en condiciones de lluvia o de riego excesivo tras el uso de productos químicos que contienen oxadiazón en los campos de cultivo. Es un método eficaz para liberar lentamente el oxadiazón a través de

microcápsulas para reducir los daños del oxadiazón en los cultivos. Sin embargo, un problema técnico difícil es que el punto de fusión del oxadiazón es de 87 °C, y es más seguro que la temperatura a la que se produce la reacción de polimerización interfacial durante el proceso de encapsulación sea inferior a 60 °C; esto hace que sea necesario garantizar que el oxadiazón pueda seguir manteniendo el estado de fase oleosa a una temperatura de reacción inferior a 60 °C durante la reacción de polimerización interfacial.

[0007] Generalmente, el compuesto activo puede disolverse en un disolvente para mantener el compuesto activo en la fase oleosa a una temperatura de polimerización interfacial inferior a su punto de fusión. Sin embargo, la solubilidad del oxadiazón en los disolventes convencionales es baja, lo que limita el contenido de oxadiazón y de la segunda sustancia activa herbicida que puede incluirse en la composición herbicida.

[0008] La presente invención descubrió sorprendentemente que la mezcla de oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida con un punto de fusión inferior a 90 °C y el calentamiento para obtener una mezcla que contiene oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida con un punto de fusión inferior a 90 °C en estado fundido. El punto de fusión de esta mezcla es inferior al punto de fusión de los compuestos individuales de oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida. Esto permite que la posterior reacción de polimerización interfacial se desarrolle de forma segura a unas temperaturas inferiores a 60 °C.

[0009] La presente invención combina de forma creativa las características de actividad biológica y las propiedades fisicoquímicas del oxadiazón con los defectos que existen en la preparación de microcápsulas. Al hacer que el oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida existan en estado fundido, la reacción de polimerización interfacial puede producirse de forma segura a una temperatura inferior a 60 °C; y el contenido de oxadiazón en la composición herbicida se incrementa en gran medida. Además, la masa fundida puede mantener el estado fundido durante mucho tiempo, lo que mejora la estabilidad de la composición herbicida.

[0010] Por lo tanto, la presente invención proporciona una composición herbicida que contiene microcápsulas, composición herbicida que comprende oxadiazón microencapsulado y una segunda sustancia activa herbicida microencapsulada, y opcionalmente una tercera sustancia activa herbicida microencapsulada o no microencapsulada; y la segunda sustancia activa

herbicida tiene un punto de fusión inferior a 90 °C.

[0011] Como se utiliza en el presente documento, "opcionalmente una tercera sustancia activa herbicida microencapsulada o no microencapsulada" significa que la tercera sustancia activa herbicida puede estar encapsulada simultáneamente en una microcápsula que contenga oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida, o utilizarse como una sustancia activa herbicida individual, no encapsulada en la microcápsula que contiene oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida.

[0012] La segunda sustancia activa herbicida se selecciona entre una cualquiera o una combinación de al menos dos de pendimetalina, oxadiazón, clomazona, oxifluorfenó, carfentrazona-etilo, cletodim, cihalofop-butilo, dimepiperato, trialato, piraclonilo, fentrazamida, butafenacilo, flumiclorac-pentirilo, butroxidim, cicloxidim, setoxidim, tepraloxidim, clefoxidim, aclonifeno, etoxifeno-etilo, fluoroglifeno-etilo, lactofeno, fluroxipir, clodinafop-propargilo, fenoxaprop-p, fluazifop-p-butilo, quizalofop-p-etilo, flufenacet, acetoclor, alaclor, butaclor, metazaclor, anilofós, metolacclor, s-metolacclor, pretilacclor, propisocclor, tenilclor, trifluralina, bentiocarb o indanofano.

[0013] Es particularmente preferido que la segunda sustancia activa herbicida se seleccione entre una cualquiera o una combinación de al menos dos de oxadiazón, pendimetalina, acetocclor, butaclor, oxifluorfenó, metolacclor, s-metolacclor, flufenacet, cletodim, clomazona, anilofós, fluazifop-p-butilo o fluroxipir.

[0014] La relación en masa entre la segunda sustancia activa herbicida y el oxadiazón es de 1:10-10:1, preferentemente de 1:5-5:1.

[0015] La relación en masa entre la segunda sustancia activa herbicida y el oxadiazón puede ser, por ejemplo, de 1:10, 1:9, 1:8, 1:7, 1:6, 1:5, 1:4, 1:3, 1:2, 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, 5:1, 6:1, 7:1, 8:1, 9:1, 10:1.

[0016] Opcionalmente, las microcápsulas pueden contener también uno o más disolventes; y la relación en peso entre la sustancia activa herbicida y el disolvente en las microcápsulas es de 1:10-10:1, por ejemplo, puede ser 1:10, 1:9, 1:8, 1:7, 1:6, 1:5, 1:4, 1:3, 1:2, 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, 5:1, 6:1, 7:1, 8:1, 9:1, 10:1, preferentemente de 1:5-5:1, más preferentemente de 1:2.5-2.5:1.

[0017] El uno o más disolventes contenidos en las microcápsulas se seleccionan entre

disolventes de hidrocarburos aromáticos, palmitato de isooctilo, oleato de metilo, colofonia hidrogenada, colofonia polimerizada, éster de colofonia, colofonia hidrogenada o éster de polihidroxiálcohol.

[0018] La pared capsular de las microcápsulas es un material polimérico poroso para la pared capsular, y el material polimérico de la pared de la cubierta de la cápsula se selecciona entre poliurea, poliuretano, poliamida, policarbonato, polisulfonamida, formaldehído de urea, resina de melamina, resina de melamina urea, gelatina, combinación de goma arábica reticulada y no reticulada.

[0019] El material de la pared de la microcápsula de la presente invención puede contener preferentemente poliurea; la poliurea es una pared de la cubierta de poliurea obtenida mediante la reacción entre poliisocianato y poliamina. La poliamina tiene dos o más grupos amino por molécula; el poliisocianato tiene dos o más grupos isocianato por molécula. Preferentemente, cuando no se requiere una liberación mecánica (ruptura de la microcápsula), la liberación de la sustancia activa herbicida es controlada por la pared capsular de la microcápsula.

[0020] Se pueden preparar microcápsulas encapsulando el oxadiazón en la pared capsular. En el medio de reacción, el grupo amino debe estar contenido en un exceso de concentración molar equivalente con respecto a la del grupo isocianato, de forma que el componente de poliamina y el componente de poliisocianato reaccionen para formar la pared capsular de las microcápsulas. La relación molar entre la concentración equivalente molar de amina y la concentración equivalente molar de isocianato puede calcularse de acuerdo con la siguiente ecuación:

Relación de equivalencia molar = equivalente molar de amina/equivalente molar de poliisocianato

[0021] En la fórmula anterior, el equivalente molar de amina incluye la suma de los equivalentes molares de amina de todas las poliaminas del medio de reacción; el equivalente de poliisocianato incluye la suma de los equivalentes molares de todos los isocianatos del medio de reacción.

[0022] El material polimérico de la pared de la cubierta es una pared de la cubierta de poliurea obtenida mediante la reacción de un poliisocianato como primer componente formador de la pared y una poliamina como segundo componente formador de la pared.

[0023] El poliisocianato preferido como primer componente formador de la pared puede seleccionarse entre tetrametilendiisocianato, pentametilendiisocianato, hexametilendiisocianato, toluendiisocianato, difenilmetilen-4,4'-diisocianato, polifenilenisocianato, 2,4,4' difenil éter triisocianato, 3,3'-dimetil-4,4'-difenildiisocianato, 3,3'-dimetoxi-4,4'-difenildiisocianato, 1,5-naftilendiisocianato y 4,4',4''-trifenilmetantriisocianato. El primer componente formador de la pared preferido de poliisocianato es toluendiisocianato o polimetilenpolifenilisocianato.

[0024] La poliamina, como segundo componente formador de la pared, puede seleccionarse entre etilendiamina, 1,3-propanodiamina, butanodiamina, pentanodiamina, hexametilendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, pentaetilenhexaamina, 4,9-dioxazoldodecan-1,12-diamina, 1,3-fenilendiamina, 2,4- y 2,6-toluendiamina y 4,4' -diaminodifenilmetano, o sus sales de adición de ácido. Las poliaminas preferidas de la presente invención se seleccionan entre etilendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina y tetraetilenpentamina.

[0025] El poliisocianato es preferentemente polimetilenpolifenilisocianato, difenilmetanisocianato, polimetilendifenilisocianato y toluendiisocianato.

[0026] La poliamina es preferentemente etilendiamina, dietiltriamina, trietilentetramina, 1,6-hexanodiamina, trietilamina y tetraetilenpentamina.

[0027] La relación entre el equivalente molar de amina contenido en la poliamina y el equivalente molar de isocianato contenido en el poliisocianato es de al menos 1.1:1.

[0028] La relación entre el equivalente molar de amina contenido en la poliamina y el equivalente molar de isocianato contenido en el poliisocianato es de 1.15:1 a 1.3:1.

[0029] El peso de la pared capsular de la microcápsula representa entre el 10 % y el 30 % de las microcápsulas, por ejemplo, puede ser del 10 %, 12 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 %, preferentemente del 2 % al 10 %. Se ha averiguado que el control del peso de la pared capsular favorece el control de la tasa de liberación del oxadiazón.

[0030] En las microcápsulas de la presente invención, el diámetro medio de las partículas de las microcápsulas es de 1 a 25 micrómetros, preferentemente de 2 a 10 micrómetros, más preferentemente de 3 a 7 micrómetros. En general, el tamaño de las partículas de las microcápsulas puede controlarse mediante el control de las condiciones de reacción, tales como la velocidad de mezclado, la fuerza de cizallamiento y el tiempo de mezclado.

[0031] En la composición herbicida de la presente invención, el contenido de la sustancia activa herbicida (es decir, todas las sustancias activas herbicidas de la composición herbicida) es del 15 % al 70 %, por ejemplo, del 15 %, 20 %, 25 %, 30 %, 35 %, 40 %, 45 %, 55 %, 60 %, 65 %, 70 %, preferentemente del 20 % al 66 %, más preferentemente del 25 % al 60 %.

5 **[0032]** La presente invención también puede incluir opcionalmente una tercera sustancia activa herbicida, que es la misma o diferente de la segunda sustancia activa herbicida; preferentemente, es la misma que la segunda sustancia activa herbicida.

[0033] La tercera sustancia activa herbicida puede ser acetoclor, acibenzolar, acibenzolar-S-metilo, acifluorfen, aclonifeno, alaclor, alidoclor, aloxidim, ametrina, amicarbazona, amidosulfurón, aminopiridid, amitrol, sulfamato de amonio, ancimidol, anilofós, asulam, atrazina, azafenidina, azimsulfurón, benfuresato, bensulfurón, bentazona, benzfendizona, benzobiciclón, benzofenap, benzoflúor, biciclopirona, bispiribac sódico, bromoxinilo, butafenacilo, butralina, cafenstrol, carbetamida, carfentrazón, clorimurón (clorimurón-etilo), cloromequat, clorotolurón, clorsulfurón, cinmetilina, cinosulfurón, cletodim, clomazona, clomeprop, clopiralida, cianacina, ciclanilida, ciclosulfamurón, cicloxidim, ciprozol, daimurón (dimurón), dicamba, diclofop-metilo, diclofop-P-metilo, diclosulam, dietatilo (dietatilo-etilo), diflufenicán, diflufenzopir (diflufenzopir-sodio), dimefurón, dimepiperato, dimetaclor, dimetametrina, difenamida, dipropetrina, diquat, diuron, etametsulfurón (etametsulfurón-metilo), etefón, etidimurón, etoxisulfurón, etobenzanida, fenoxaprop, fenoxaprop-P, fenoxaprop-etilo, fentrazamida, flazasulfurón, florasulam, fluazifop, fluazifop-P, fluazifop-butilo, fluazifop-P-butilo, fluazolato, flucarbazona (flucarbazona-sodio), flucetosulfurón, flufenacet, flumetralina, flumetsulam, flumioxazina, flumipropina, fluometurón, fluorodifeno, fluoroglicofeno (fluoroglicofeno-etilo), flupoxam, flupirsulfurón, fluridona, (flurocloridona), fluroxipir, flurtamona, flutamida, fomesafeno, glufosinato (glufosinato-amonio), glufosinato-P (glufosinato-P-amonio), glufosinato-P-sodio, glifosato, glifosato-isopropilamonio, halosafeno, haloxifop, haloxifop-P, haloxifop-etoxietilo, haloxifop-P-etoxietilo, haloxifop-metilo, haloxifop-P-metilo, hexazinona, imazametabenz (imazametabenz-metilo), imazamox (imazamox-amonio), imazapic, imazapir (imazapir-isopropilamonio), imazaquin (imazaquin-amonio), imazetapir (imazetapir-amonio), imazosulfurón, inabenfida, indanofano, iodosulfurón (iodosulfurón-metil-sodio), ioxinilo, isoproturón, isoxabeno, isoxaclortol,

10
15
20
25
30

isoxapirifop, lactofeno, lenacilo, mefenacet, mefluidida, cloruro de mepiquat, mesosulfurón (mesosulfurón-metilo), mesotriona, metabenzthiazurón, metamitrón, metazaclor, metazol, metiopirsulfurón, metoxifenona, metildimón, metolaclor, S-metolaclor, metosulam, metoxurón, metribuzin, metsulfurón (metsulfurón-metilo), molinato, monosulfurón, éster de monosulfurón, monurón, napropamida, nicosulfurón, oxadiazón, oxasulfurón, oxaziclomefona, oxifluorfenol, paclobutrazol, paraquat (dicloruro de paraquat), pentoxazona, petoxamida, picloram, picolinafeno, pinoxadeno, piperofós, pretilaclor, probenazol, profluazol, prifluralina, profoxidim, prometrina, propanilo, propazina, profam, propisoclor, propirisulfurón, propizamida, prosulfocarb, prosulfurón, prinaclor, piraflufeno (piraflufeno-etilo), pirazosulfurón (pirazosulfurón-etilo), piribambenz-isopropilo, piribambenz-propilo, piribenzoxim, piributicarb, piriftalida, piriminobac (piriminobac-metilo), pirimisulfán, piritibac (piritibac-sodio), piroxasulfona, piroxsulam, quinclorac, quinmerac, quizalofop, quizalofop-P, quizalofop-P-etilo, rimsulfurón, saflufenacilo, sebumetón, setoxidim, sidurón, sulcotriona, sulfentrazona, sulfometurón (sulfometurón-metilo), tidiazurón, tifensulfurón (tifensulfurón-metilo), tiobencarb, tiocarbazilo, triasulfurón, triaziflam, tribenurón (tribenurón-metilo), TCA, triclopir, tridifano, trifloxisulfurón (trifloxisulfurón-sodio), trifluralina, triflusulfurón, triflusulfurón-metilo, trimeturón, trinexapac (trinexapac-etilo), tritosulfurón, uniconazol.

[0034] La relación en peso entre la tercera sustancia activa herbicida y el oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida puede ser seleccionada por los expertos en la materia dentro de un intervalo razonable según las necesidades reales, y la presente invención no la limita específicamente.

[0035] La composición herbicida que contiene oxadiazón microencapsulado proporcionada por la presente invención puede lograr el propósito de la presente invención controlando la combinación de dos o más de las siguientes variables: (1) la relación molar equivalente entre la poliamina y el poliisocianato; (2) la relación en peso entre la pared capsular y las microcápsulas; (3) el tamaño de las partículas de las microcápsulas; (4) la relación en peso entre el oxadiazón y el disolvente.

[0036] La tasa de liberación del oxadiazón desde las microcápsulas encapsuladas puede controlarse seleccionando las propiedades y la composición de las microcápsulas y seleccionando los parámetros variables mencionados anteriormente. Por lo tanto, la composición herbicida de la

presente invención, que puede aplicarse antes de que se plante el cultivo o antes de que el cultivo emerja, puede obtenerse para proporcionar simultáneamente un control de las malas hierbas y del daño a los cultivos comercialmente aceptable.

[0037] La distribución de la tasa de liberación de la composición herbicida proporcionada por la presente invención proporciona una seguridad de los cultivos y un control de las malas hierbas comercialmente aceptables.

[0038] La presente invención también proporciona un método para preparar la composición herbicida que contiene microcápsulas, que comprende las siguientes etapas:

i) proporcionar una fase oleosa mixta que contenga oxadiazón en estado fundido, una segunda sustancia activa herbicida en estado fundido, un primer componente formador de la pared capsular y, opcionalmente, uno o más disolventes;

ii) proporcionar una fase acuosa que contenga agua y, opcionalmente, uno o más tensioactivos;

iii) combinar la fase oleosa mixta mencionada anteriormente con la fase acuosa para formar una dispersión de la fase oleosa en una fase acuosa continua;

iv) añadir un segundo componente formador de la pared capsular a la dispersión anterior, de modo que el primer componente formador de la pared capsular y el segundo componente formador de la pared capsular polimericen interfacialmente, envolviendo así las gotitas de la fase oleosa; en donde la temperatura de la reacción de polimerización interfacial es de 25 °C-60 °C;

v) mezclar las microcápsulas obtenidas que contienen oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida y, opcionalmente, la tercera sustancia activa herbicida en presencia de al menos un aditivo agrícola aceptable para formar la composición herbicida que contiene las microcápsulas.

[0039] Preferentemente, la temperatura de la reacción de polimerización interfacial está entre 25 °C y 60 °C, por ejemplo, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, 50 °C, 55 °C, 60 °C.

[0040] En el estado de la técnica se han divulgado métodos adecuados de polimerización interfacial para preparar microcápsulas que contengan compuestos plaguicidas, por ejemplo, en los documentos US3577515A1, US4280833A1, US5049182A1, WO95/13698A1,

WO03/099005A1, EP619073A1 o EO1109450A1, que hacen referencia a todas estas patentes.

[0041] En el método de preparación de la composición herbicida, las microcápsulas obtenidas que contienen oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida y, opcionalmente, la tercera sustancia activa herbicida, se mezclan en presencia de al menos un aditivo agrícolamente aceptable para preparar la composición herbicida que contiene las microcápsulas.

[0042] Los aditivos agrícolamente aceptables incluyen diluyentes o portadores líquidos, diluyentes o portadores sólidos, emulsionantes, dispersantes, espesantes y estabilizantes.

[0043] El diluyente o portador líquido son normalmente compuestos aromáticos tales como xileno, tolueno o alquilnaftaleno; compuestos aromáticos clorados o hidrocarburos alifáticos clorados tales como clorobenceno, cloruro de vinilo o diclorometano; alcanos alifáticos tales como ciclohexano, o parafinas tales como los destilados del petróleo, aceites minerales y vegetales; alcoholes tales como butanol o glicol y éteres y ésteres de los mismos; cetonas tales como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona o ciclohexanona, N-metilpirrolidona; disolventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, o agua.

[0044] Los diluyentes o portadores sólidos son: por ejemplo, sales de amonio; y minerales naturales triturados, tales como caolín, arcilla, talco, cuarzo, atapulgita, montmorillonita o silicato; y minerales sintéticos triturados, tales como sílice muy dispersada, sílice y silicato.

[0045] Los emulsionantes adecuados son: por ejemplo, emulsionantes no iónicos y aniónicos, tales como ácido graso de polioxietileno, éter de alcohol graso de polioxietileno, tales como éter de poliglicol alquilarilado, sulfonato de alquilo, sulfato de alquilo, sulfonato de arilo o hidrolizado de proteínas. Los dispersantes adecuados son: por ejemplo, licor de residuos de lignosulfito y metilcelulosa.

[0046] Se pueden utilizar aglutinantes tales como carboximetilcelulosa; y polímeros naturales y sintéticos en forma de polvo, partículas o látex, tales como goma arábica, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo; o fosfolípidos naturales, tales como cefalina y lecitina; y fosfolípidos sintéticos. Otros aditivos son aceite mineral y aceite vegetal.

[0047] La presente invención también proporciona un método para controlar las malas hierbas en un campo de cultivo. El método comprende la aplicación de la composición herbicida que contiene microcápsulas de la presente invención al campo en una cantidad herbicida eficaz, y la

aplicación de la composición herbicida al campo (i) antes de que se plante el cultivo o (ii) antes de que emerja el cultivo.

[0048] Las malas hierbas incluyen principalmente gramíneas, tales como brome japonés, *Aegilops tauschii*, avena silvestre y *Alopecurus aequalis*; malas hierbas de hoja ancha, tales como *Galium aparine*, *Descurainia sophia*, bolsa de pastor, celidonia, *Veronica polita*, *Lithospermum arvense*, y así sucesivamente.

[0049] La composición herbicida que contiene microcápsulas proporcionada por la presente invención proporciona un control más duradero de las malas hierbas.

[0050] La presente invención también proporciona un método para reducir los daños a los cultivos, que comprende la aplicación de la composición herbicida que contiene microcápsulas de la presente invención al campo (i) antes de que se plante el cultivo o (ii) antes de que emerja el cultivo.

[0051] En el caso de los agentes individuales de oxadiazón habituales en el mercado, tales como los productos EC, cuando se producen lluvias intensas o un exceso de riego, los principios activos se infiltran debido al lavado de la lluvia, lo que provocará cierta fitotoxicidad en los cultivos de semillas germinadas. Sin embargo, la aplicación de la composición herbicida que contiene las microcápsulas proporcionadas por la presente invención en el campo antes de que se plante el cultivo o antes de que emerja el cultivo puede reducir significativamente el daño causado por el oxadiazón en el cultivo.

[0052] El cultivo se selecciona entre soja, algodón, cacahuete, arroz, trigo, colza, alfalfa, caña de azúcar, sorgo y girasol.

[0053] En comparación con la técnica anterior, los efectos beneficiosos de la presente invención son:

[0054] (1) En la presente invención, se mezclan el oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida que tiene un punto de fusión inferior a 90 °C, y se calientan para obtener una mezcla que contiene oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida en estado fundido, que tiene un punto de fusión inferior al del compuesto individual de oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida. Esto permite que la posterior reacción de polimerización interfacial se complete de forma segura a menos de 60 °C;

[0055] (2) La presente invención aumenta en gran medida el contenido de oxadiazón en la composición herbicida mediante la obtención de una mezcla de oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida con un punto de fusión inferior a 90 °C en estado fundido;

[0056] (3) La presente invención mejora la estabilidad durante el almacenamiento de la composición herbicida proporcionando una mezcla que contiene oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida con un punto de fusión inferior a 90 °C en estado fundido, y microencapsulando la mezcla;

[0057] (4) La composición herbicida que contiene microcápsulas proporcionada por la presente invención reduce significativamente el daño del oxadiazón a los cultivos y proporciona un control más duradero de las malas hierbas.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0058] Para facilitar la comprensión de la presente invención, a continuación se enumeran algunos ejemplos de la presente invención. Los expertos en la materia deben entender que las realizaciones descritas son únicamente para ayudar a comprender la presente invención y no deben considerarse como limitaciones específicas de la presente invención.

Ejemplo 1

[0059] Esta realización proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y pendimetalina como núcleo, y la composición se muestra en la siguiente tabla.

Componente	Contenido
Oxadiazón	10 %
Pendimetalina	25 %
Polimetilenpolifenilisocianato	6 %
Dietilentriamina	2.6 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %

Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

[0060] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas es:

la mezcla de oxadiazón, pendimetalina y polimetilenpolifenilisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso posterior. El sulfonato de lignina y el antiespumante se añadieron a aproximadamente la mitad del agua como fase acuosa para su uso posterior. La fase acuosa se calentó a 55 °C. La fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, de forma que el tamaño medio de las partículas de las gotitas de aceite fuera de aproximadamente 6 µm, y se añadió lentamente gota a gota la dietilentriamina en condiciones de cizallamiento hasta su completa microencapsulación. La temperatura del agua se mantuvo a 55-58 °C durante todo el proceso de reacción, el líquido anterior se enfrió hasta la temperatura ambiente, y la mitad restante del agua, la goma xantana, el bactericida y el ajustador del pH se añadieron al líquido anterior. La mezcla se agitó uniformemente para obtener una suspensión de microcápsulas con un 10 % de oxadiazón + 25 % de pendimetalina.

Ejemplo 2

[0061] Esta realización proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y pendimetalina como núcleo, y la composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	21 %
Pendimetalina	36 %
Polimetilenpolifenilisocianato	8.4 %
Dietilentriamina	3.6 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %

Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

[0062] De acuerdo con el método de preparación del ejemplo 1, se preparó una suspensión de microcápsulas con un 21 % de oxadiazón + 36 % de pendimetalina.

Ejemplo 3

- 5 **[0063]** Esta realización proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y butaclor como núcleo, y su composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	8 %
Butaclor	45 %
Polimetilenpolifenilisocianato	8.2 %
Dietilentriamina	3.8 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

[0064] De acuerdo con el método de preparación del ejemplo 1, se preparó una suspensión de microcápsulas con un 8 % de oxadiazón + 45 % de butaclor.

10 Ejemplo 4

[0065] Esta realización proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y

pendimetalina como núcleo, y la composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	10 %
Pendimetalina	25 %
Polimetilenpolifenilisocianato	7 %
Palmitato de isooctilo	10 %
1,6-Hexanodiamina	3.5 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

[0066] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas es:

la mezcla de oxadiazón, pendimetalina polimetilenpolifenilisocianato y palmitato de isooctilo se calentó hasta una fase oleosa líquida para su uso posterior. El sulfonato de lignina y el antiespumante se añadieron a la mitad del agua como fase acuosa. La fase acuosa se calentó a 50 °C. La fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, de forma que el tamaño medio de las partículas de las gotitas de aceite fuera de aproximadamente 6 µm, y se añadió lentamente gota a gota 1,6-hexametilendiamina en condiciones de cizallamiento hasta su completa microencapsulación. La temperatura del agua se mantuvo a 50-56 °C durante todo el proceso de reacción, el líquido anterior se enfrió hasta la temperatura ambiente, el resto del agua, la goma xantana, el bactericida y el regulador del pH se añadieron al líquido anterior. La mezcla se agitó para obtener una suspensión de microcápsulas con un 10 % de oxadiazón + 25 % de pendimetalina.

Ejemplo 5

[0067] Esta realización proporciona una formulación compuesta de microcápsulas con oxadiazón y pendimetalina como núcleo y una suspensión de sulcotriona. La composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	6 %
Pendimetalina	33 %
Mesotriona	15 %
Polimetilenpolifenilisocianato	6 %
Dietilentriamina	2.6 %
Sulfonato de lignina	3 %
Policarboxilato	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Modificador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

- 5 **[0068]** El método de preparación de la forma de dosificación compuesta incluye las siguientes etapas:

la mezcla de oxadiazón, pendimetalina y polimetilenpolifenilisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso posterior. La mitad del sulfonato de lignina y la mitad del antiespumante se añadieron a la mitad del agua como fase acuosa para su uso posterior.

- 10 La fase acuosa se calentó a 45 °C, la fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, de forma que el tamaño medio de las partículas de las gotitas de aceite fuera de aproximadamente 5 µm, y se añadió lentamente gota a gota dietilentriamina en condiciones de cizallamiento hasta su completa microencapsulación. La temperatura del agua se mantuvo a 45-50 °C durante todo el proceso de reacción, el líquido anterior se enfrió hasta la

temperatura ambiente, la mesotriona, la cantidad restante de agua, la cantidad restante de sulfonato de lignina, el policarboxilato, la goma xantana, el bactericida y el ajustador del pH se prepararon en una suspensión de mesotriona mediante molienda con arena. El producto microencapsulado se mezcló con la suspensión de mesotriona y se agitó uniformemente para
 5 obtener una formulación compuesta de suspensión de microcápsulas con un 6 % de oxadiazón + 33 % de pendimetalina + 15 % de mesotriona.

Ejemplo 6

[0069] Este ejemplo proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y pretilaclor como núcleo, y su composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	10 %
Pretilaclor	35 %
Polimetilenpolifenilisocianato	7 %
Trietilamina	2 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

10

[0070] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas es:

la mezcla de oxadiazón, pretilaclor y polimetilenpolifenilisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso posterior. El sulfonato de lignina y el antiespumante se añadieron a la mitad del agua como fase acuosa para su uso posterior. La fase
 15 acuosa se calentó a 48 °C, la fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, de forma que el tamaño medio de las partículas de las gotitas de aceite fuera de

aproximadamente 4 μm , y se añadió lentamente gota a gota trietilamina en condiciones de cizallamiento hasta su completa microencapsulación. La temperatura del agua se mantuvo a 48-52 °C durante todo el proceso de reacción, el líquido anterior se enfrió hasta la temperatura ambiente, el resto del agua, la goma xantana, el bactericida y el ajustador del pH se añadieron al
 5 líquido anterior. La mezcla se agitó uniformemente para obtener una suspensión de microcápsulas con un 10 % de oxadiazón + 35 % de pretilaclor.

Ejemplo 7

[0071] Esta realización proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y acetoclor como núcleo, y la composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	9 %
Acetoclor	45 %
Difenilmetandiisocianato	8 %
1,6-Hexanodiamina	4.2 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

10

[0072] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas es:

la mezcla de oxadiazón, acetoclor y difenilmetandiisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso. El sulfonato de lignina y el antiespumante se añadieron a la mitad del agua como fase acuosa para su uso. La fase acuosa se calentó a 48 °C, la fase oleosa
 15 se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, de modo que el tamaño medio de las partículas de las gotitas de aceite fuera de unos 5 μm , y la 1,6-hexanodiamina se

añadió lentamente gota a gota en condiciones de cizallamiento hasta su completa microencapsulación. La temperatura del agua se mantuvo a 48-52 °C durante todo el proceso de reacción, el líquido anterior se enfrió hasta la temperatura ambiente, el resto del agua, la goma xantana, el bactericida y el ajustador del pH se añadieron al líquido anterior, se agitaron
 5 uniformemente para obtener una suspensión de microcápsulas con un 9 % de oxadiazón + 45 % de acetoclor.

Ejemplo comparativo 1

[0073] Este ejemplo comparativo proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón como núcleo, y su composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	10 %
Polimetilenpolifenilisocianato	3 %
Dietilentriamina	1.3 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

10

[0074] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas incluye las siguientes etapas:

la mezcla de oxadiazón y polimetilenpolifenilisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso posterior, se añadió sulfonato de lignina y antiespumante a la
 15 mitad del agua como fase acuosa para su uso posterior; la fase acuosa se calentó a 60 °C, la fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento, y las gotitas de aceite formaron gradualmente partículas de cristal y sedimentaron. Durante este proceso, las

partículas de cristal siguieron creciendo hasta que las partículas pudieron observarse a simple vista, y el proceso de microencapsulación no pudo continuarse. Por lo tanto, este método no puede preparar una suspensión cualificada de microcápsulas de oxadiazón.

Ejemplo comparativo 2

- 5 **[0075]** Este ejemplo comparativo proporciona una suspensión de microcápsulas con oxadiazón y picolinafeno como núcleo, y su composición se muestra en la siguiente tabla:

Componente	Contenido
Oxadiazón	10 %
Picolinafeno	25 %
Polimetilenpolifenilisocianato	6 %
Dietilentriamina	2.6 %
Sulfonato de lignina	3 %
Propilenglicol	5 %
Antiespumante	0.2 %
Bactericida	0.2 %
Goma xantana	0.2 %
Regulador del pH	2 %
Agua desionizada	Completar hasta el 100 %

[0076] El método de preparación de la suspensión de microcápsulas incluye las siguientes etapas:

- 10 la mezcla de oxadiazón, picolinafeno y polimetilenpolifenilisocianato se calentó para fundirla en una fase oleosa líquida para su uso posterior. El sulfonato de lignina y el antiespumante se añadieron a la mitad del agua como fase acuosa para su uso posterior. La fase acuosa se calentó a 60 °C, y la fase oleosa se añadió gota a gota a la fase acuosa en condiciones de cizallamiento. Las gotitas de aceite formaron gradualmente partículas cristalinas y
- 15 sedimentaron. Durante este proceso, las partículas de cristal siguieron creciendo hasta que las partículas pudieron observarse a simple vista, y el proceso de microencapsulación no pudo

continuarse. Este método no puede preparar una suspensión cualificada de microcápsulas de oxadiazón y picolinafeno.

5 **[0077]** En resumen, la presente invención mezcló oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida con un punto de fusión inferior a 90 °C, y la mezcla se calentó para obtener una mezcla que contiene oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida en estado fundido. El punto de fusión de la mezcla era menor que el del compuesto individual de oxadiazona y la segunda sustancia activa herbicida. Esto permitió que la posterior reacción de polimerización interfacial se completara de forma segura a menos de 60 °C. Mediante la obtención de una mezcla de oxadiazón y la segunda sustancia activa herbicida en estado fundido, se mejoró en gran medida el contenido de oxadiazón en la composición herbicida. Al proporcionar una mezcla que contiene oxadiazón y una segunda sustancia activa herbicida en estado fundido, y microencapsular la mezcla, se mejoró la estabilidad durante el almacenamiento de la composición herbicida. La composición herbicida que contiene la microcápsula proporcionada por la presente invención reduce significativamente el daño del oxadiazón a los cultivos y proporciona un control más duradero de las malas hierbas.

15 **[0078]** Las realizaciones específicas descritas anteriormente describen además detalladamente la finalidad, las soluciones técnicas y los efectos beneficiosos de la presente invención. Debe entenderse que las descripciones anteriores son únicamente realizaciones específicas de la presente invención y no pretenden limitar la presente invención. Cualquier modificación, sustitución equivalente, mejora, etc., realizada dentro del espíritu y el principio de la presente invención se incluirá en el ámbito de protección de la presente invención.