

## **UNA COMPOSICIÓN LÍQUIDA**

### **Campo de la divulgación:**

La presente divulgación se refiere a composiciones agroquímicas líquidas que comprenden insecticidas neonicotinoides, un proceso de preparación de las composiciones agroquímicas líquidas, uso de las composiciones líquidas para controlar las plagas y un método para controlar plagas usando las composiciones agroquímicas líquidas.

### **Antecedentes:**

Los plaguicidas neonicotinoides tienen un mecanismo de acción único. A diferencia de los plaguicidas que se evaporan o se dispersan poco tiempo después de la aplicación, los neonicotinoides son plaguicidas sistémicos. Tienen una toxicidad reducida en comparación con los organofosfatos y los carbamatos que proporcionan un control similar de amplio espectro contra numerosos insectos que dañan los cultivos. Los neonicotinoides paralizan a los insectos al bloquear una ruta que transmite los impulsos nerviosos en el sistema nervioso central de los insectos. Los neonicotinoides se usan para controlar una amplia diversidad de insectos. Los neonicotinoides comúnmente usados disponibles son imidacloprid, acetamiprid, clotianidina, dinotefurano, nitenpiram, tiacloprid y tiametoxam.

El acetamiprid es un plaguicida neonicotinoide que se usa en aplicaciones foliares y de tratamiento de semillas. El acetamiprid es ligeramente soluble en agua y, por lo tanto, sus formulaciones líquidas suelen presentar problemas de estabilidad. Se sabe que las formulaciones de concentrado en suspensión (SC), concentrado emulsionable (EC) y microemulsión (ME) de Acetamiprid tienen problemas de estabilidad. Los concentrados emulsionables son las formulaciones líquidas homogéneas de líquido estable que comprenden un principio activo insecticida, un disolvente y un agente emulsionante. Cuando se diluyen con agua,

forman una emulsión después de la dilución en agua. Una suspensión estable comprende constituyente o constituyentes activos con agua como la fase continua y está prevista para su dilución con agua antes de su uso. Las microemulsiones comprenden un principio activo, aceite y agua, y deben aplicarse directamente o después de la dilución en agua.

Se sabe que las formulaciones de concentrados en suspensión (SC) que comprenden acetamiprid son propensas a la formación rápida de cristales, gelificación, formación de torta y sedimentación. Se sabe que las formulaciones de concentrado emulsionable (EC) que comprenden acetamiprid sufren cristalización tras la dilución con agua y provocan la obstrucción de la boquilla. La microemulsión (ME) que comprende acetamiprid también enfrenta problemas de estabilidad y requiere una gran cantidad de tensioactivo para lograr la estabilidad termodinámica. Estos problemas se agravan aún más cuando los formuladores intentan lograr una alta carga de principios activos en formulaciones líquidas de acetamiprid solo o en combinación con otros principios activos que pueden soportar temperaturas extremas, especialmente temperaturas bajas.

Existe una necesidad de desarrollar composiciones agroquímicas estables que comprendan insecticidas neonicotinoides que no sufran de problemas de estabilidad y sean estables a baja temperatura.

#### **Objeto de la divulgación:**

Un objeto de la presente divulgación es proporcionar composiciones agroquímicas líquidas estables que comprendan insecticida neonicotinoide.

Otro objeto de la presente divulgación es proporcionar composiciones agroquímicas líquidas estables que comprenden insecticidas neonicotinoides de alta carga solos o en combinación con un plaguicida adicional.

Otro objeto más de la presente divulgación es proporcionar composiciones agroquímicas líquidas estables que comprenden insecticidas neonicotinoides de

alta carga solos o en combinación con un plaguicida adicional, capaz de soportar bajas temperaturas.

Otro objeto más de la presente divulgación es proporcionar un proceso para preparar composiciones agroquímicas líquidas que comprenden insecticida neonicotinoide de alta carga solo o en combinación con un plaguicida adicional.

### **Sumario de la divulgación:**

En un aspecto, la presente divulgación proporciona una composición agroquímica líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide;
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad; y
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

En otro aspecto, la presente divulgación proporciona una composición agroquímica líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide;
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad;
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de 10 a aproximadamente 18; y
- (d) un plaguicida adicional.

En otro aspecto más, la presente divulgación proporciona un proceso para preparar la composición agroquímica líquida, en donde el procedimiento comprende: combinar al menos un insecticida neonicotinoide con al menos un disolvente de amida de baja polaridad y al menos un tensioactivo que tenga un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

En otro aspecto, la presente divulgación proporciona un uso de una composición agroquímica líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide;

- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad; y
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18, para el control de plagas.

En otro aspecto, la presente divulgación proporciona el uso de la composición agroquímica líquida para controlar plagas mediante la aplicación a la planta o al lugar en el que la planta está creciendo o se pretende que crezca o a un material de propagación vegetal, o al área de hábitat.

En otro aspecto, la presente divulgación proporciona un método para controlar plagas, comprendiendo dicho método aplicar a una planta o a un lugar en el que la planta está creciendo o se pretende que crezca o a un material de propagación vegetal, o un área de hábitat, una composición agroquímica líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide;
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad; y
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

En otro aspecto, la presente divulgación proporciona un kit que comprende una pluralidad de componentes, cada uno de cuyos componentes puede incluir al menos uno, o más, de los ingredientes de la composición líquida de acuerdo con la presente divulgación.

Las características y ventajas adicionales de la presente divulgación serán evidentes a partir de la descripción detallada que sigue, que ilustra a modo de ejemplo, las características más preferidas de la presente divulgación que no deben interpretarse como limitantes del alcance de la divulgación descrita en el presente documento.

#### **Descripción detallada de la divulgación:**

Para los fines de la siguiente descripción detallada, ha de entenderse que la

divulgación puede asumir diversas variantes alternativas, salvo que se especifique expresamente lo contrario. Además, a diferencia de cualquier ejemplo de funcionamiento, o donde se indique de otro modo, todos los números que expresan, por ejemplo, cantidades de materiales/ingredientes usados en la memoria descriptiva, han de entenderse como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente".

A menos que se definan de otro modo, todos los términos técnicos y científicos usados en el presente documento tienen el mismo significado que el entendido comúnmente por un experto en la materia a la que pertenece la presente divulgación. En caso de conflicto, prevalecerá el presente documento, incluyendo las definiciones.

La enumeración de intervalos de valores solo pretende servir como método abreviado para referirse individualmente a cada uno de los distintos valores que se encuentren en el intervalo, a menos que se indique lo contrario en el presente documento, y cada uno de los distintos valores se incorpora a la memoria descriptiva como si se enumerara individualmente en el presente documento. Los valores extremos de todos los intervalos se incluyen dentro del intervalo y pueden combinarse de manera independiente. Como se usa en el presente documento, todos los valores numéricos o intervalos numéricos incluyen números enteros dentro de dichos intervalos y fracciones de los valores o los números enteros dentro de los intervalos, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Por lo tanto, por ejemplo, la referencia a un intervalo del 90-100 %, incluye el 91 %, 92 %, 93 %, 94 %, 95 %, 95 %, 97 %, etc., así como el 91,1 %, 91,2 %, 91,3 %, 91,4 %, 91,5 %, etc., 92,1 %, 92,2 %, 92,3 %, 92,4 %, 92,5 %, etc. y así sucesivamente. Todos los métodos descritos en el presente documento pueden realizarse en un orden adecuado a menos que se indique lo contrario en el presente documento o se contradiga claramente de otro modo en el contexto.

Como se usa en el presente documento, "un", "una", "el/la" y "al menos un/a" no representan una limitación de cantidad y pretenden incluir tanto el singular como el plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Por ejemplo, "un elemento" tiene el mismo significado que "al menos un elemento", a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Los términos primer o primero/a, segundo/a, etc., como se usan en el presente documento, no pretenden indicar ningún orden en particular, sino simplemente por conveniencia denotar una pluralidad de, por ejemplo, capas. Como se usa en el presente documento, las expresiones "que comprende", "que incluye", "que tiene", "que contiene", "que implica", y similares deben entenderse abiertas, es decir, significan "que incluye" pero no limitado a, a menos que se indique de otro modo. "Aproximadamente", como se usa en el presente documento, incluye el valor establecido y significa dentro de un intervalo aceptable de desviación para el valor particular según lo determinado por un experto en la materia, considerando la medición en cuestión y el error asociado con la medición de la cantidad particular (es decir, las limitaciones del sistema de medición). Por ejemplo, "aproximadamente" puede significar dentro de una o más desviaciones típicas o dentro de  $\pm 10\%$  o  $\pm 5\%$  del valor establecido. El uso de todos y cada uno de los ejemplos, o expresión ilustrativa (por ejemplo, "tales como"), tiene por objeto simplemente ilustrar mejor la invención y no plantea una limitación en el alcance de la invención, a menos que se reivindique de otro modo. Ninguna expresión de la memoria descriptiva ha de interpretarse como una indicación de que cualquier elemento no reivindicado sea esencial para la puesta en práctica de la invención, como se usa en el presente documento.

En cualquier aspecto o realización descritos a continuación en el presente documento, la expresión que comprende puede reemplazarse por las expresiones "que consiste en" o "que consiste esencialmente en" o "que consiste sustancialmente en". En estos aspectos o realización, la composición descrita

incluye o comprende, o consiste en, o consiste esencialmente en, o consiste sustancialmente en los componentes específicos enumerados en los mismos, con exclusión de otros ingredientes o excipientes no enumerados específicamente en los mismos.

Si bien la invención se ha descrito con referencia a realizaciones de ejemplo, los expertos en la materia entenderán que se pueden realizar diversos cambios y se pueden sustituir elementos de los mismos por equivalentes sin apartarse del alcance de la invención. Además, pueden realizarse muchas modificaciones para adaptar una situación o un material particular al contenido de la invención sin apartarse del alcance esencial de la misma. Por lo tanto, se pretende que la invención no se limite a la realización particular desvelada como el mejor modo contemplado para realizar la presente invención, sino que la invención incluya todas las realizaciones que se encuentren dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Cualquier combinación de los elementos anteriormente descritos en todas las posibles variaciones de los mismos está abarcado por la invención a menos que se indique lo contrario o el contexto lo contradiga claramente.

"Alquilo" significa un hidrocarburo alifático saturado de cadena lineal o ramificada que tiene el número especificado de átomos de carbono, específicamente de 1 a 12 átomos de carbono, más específicamente de 1 a 6 átomos de carbono. Los grupos alquilo incluyen, por ejemplo, grupos que tienen de 1 a 50 átomos de carbono (alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>50</sub>).

"Alquilenos" significa un grupo hidrocarburo alifático divalente, de cadena lineal o ramificada, saturada, (por ejemplo, metileno (-CH<sub>2</sub>-) o, propileno (-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-)).

Como se usa a lo largo de la divulgación, el insecticida neonicotinoide u otros principios activos, incluyen sus sales, ésteres, éteres, isómeros y polimorfos incluyendo solvatos e hidratos. Una sal incluye sales que conservan la eficacia

biológica y las propiedades del principio activo y que no son indeseables desde el punto de vista biológico o de otro tipo, e incluyen derivados de los compuestos desvelados en los cuales el compuesto parental se modifica mediante la formación de sales de adición de bases o ácidos inorgánicos y orgánicos, no tóxicos, de los mismos. Las sales pueden sintetizarse a partir del compuesto parental mediante métodos químicos convencionales. Un "solvato" significa el insecticida o su sal agrícolamente aceptable, en donde las moléculas de un disolvente adecuado se incorporan en la red cristalina. Un disolvente adecuado es fisiológicamente tolerable a la dosificación administrada. Algunos ejemplos de disolventes adecuados son etanol, agua y similares. Cuando el agua es el disolvente, la molécula se denomina un "hidrato". La formación de los solvatos variará dependiendo del compuesto y del solvato. En general, los solvatos se forman disolviendo el compuesto en el disolvente apropiado y aislando el solvato mediante enfriamiento o usando un antidisolvente. El solvato normalmente se seca o se destila azeotrópicamente en condiciones ambientales. En un aspecto, el solvato es un hidrato.

El término "planta" se refiere a todas las partes físicas de una planta, incluyendo semillas, plántulas, retoños, raíces, tubérculos, tallos, troncos, follaje y frutos. El término planta incluye plantas transgénicas y no transgénicas.

El término "emplazamiento", como se usa en el presente documento, se refiere a la vecindad, área o lugar en el que están creciendo las plantas, donde se siembran los materiales de propagación vegetal de las plantas (por ejemplo, se colocan en el suelo) y/o en donde se sembrarán los materiales de propagación vegetal de las plantas.

La expresión "material de propagación vegetal" se refiere a las partes generativas de una planta, tales como semillas, material vegetativo tal como esquejes o tubérculos, raíces, frutos, tubérculos, bulbos, rizomas y otras partes de plantas, plantas germinadas y/o plantas jóvenes, que deben trasplantarse después



de la germinación o después de la emergencia del suelo. Estas plantas jóvenes pueden protegerse antes del trasplante mediante un tratamiento/sistema de inmersión total o parcial.

Como se usa en el presente documento, "cantidad eficaz" es una cantidad de principio activo, tales como las combinaciones desveladas, que tiene un efecto adverso sobre los insectos y/o que previene enfermedades provocadas por ellos en una planta. El efecto adverso puede incluir la muerte de los insectos (insecticida), prevención del crecimiento del insecto, bloqueo de ruta o rutas biosintéticas o una combinación de los mismos.

Como se usa en el presente documento, una "sal agrícolamente aceptable" significa una sal que está aceptada para su uso agrícola u hortícola.

La estabilidad a baja temperatura es un requisito fundamental de las formulaciones agroquímicas líquidas tales como EC y ME ya que a menudo deben usarse en regiones de temperatura fría o exponerse a temperaturas frías. La precipitación de principios activos o la congelación de tales formulaciones líquidas a baja temperatura en regiones climáticas frías conduce a dificultades prácticas en el manejo de los productos y da como resultado una bioefectividad deficiente. La estabilidad, particularmente la estabilidad a temperaturas bajas, ha sido motivo de gran preocupación cuando las formulaciones líquidas se exponen a temperaturas frías, es decir, de aproximadamente 20 °C a aproximadamente -10 °C.

Sorprendentemente, los inventores de la presente divulgación han descubierto que las composiciones agroquímicas líquidas de insecticida neonicotinoide estable solas o en combinación con plaguicidas adicionales pueden obtenerse incorporando un disolvente de amida de baja polaridad y un tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18. Los inventores también descubrieron que la alta carga de insecticidas neonicotinoides en las composiciones agroquímicas líquidas es posible combinando un disolvente

de amida de baja polaridad y un tensioactivo con un valor de HLB de 10-18. Se descubrió que las composiciones de alta carga obtenidas de esta manera soportaban temperaturas extremadamente bajas y permanecían bastante estables durante el almacenamiento así como durante la aplicación tras la dilución con agua.

Por lo tanto, una realización de la presente divulgación proporciona una composición agroquímica líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide,
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad y
- (c) al menos un tensioactivo que tiene un valor de HLB de 10 a 18.

De acuerdo con otra realización, la composición agroquímica líquida es estable a baja temperatura.

En otra realización, la expresión "disolvente de amida de baja polaridad" se refiere a disolventes que comprenden grupo alquilpirrolidona N-C<sub>2-8</sub> y que tienen un valor de polaridad menor que 0,350.

En otra realización, la expresión "disolvente de amida de baja polaridad" se refiere a disolventes que comprenden grupo alquilpirrolidona N-C<sub>2-8</sub> y que tienen un valor de polaridad menor que 0,340 en la escala de polaridad de Reichardt ( $E_T^N$ ).

Como se usa a lo largo de toda la memoria descriptiva, la expresión "baja temperatura" se refiere a una temperatura que varía de 20 °C a aproximadamente -10 °C.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida es estable a temperatura menor que 20 °C.

De acuerdo con otra realización, la composición agroquímica líquida es estable a temperatura menor que 10 °C.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida es estable a temperatura menor que 5 °C.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida es

estable a temperatura menor que 0 °C.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida es estable a temperatura menor que -5 °C.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende al menos un insecticida neonicotinoide.

De acuerdo con otra realización, el insecticida neonicotinoide se selecciona del grupo que comprende acetamiprid, clotianidina, imidacloprid, nitenpiram, nitiazina, tiacloprid, tiametoxam y combinaciones de los mismos.

De acuerdo con otra realización más, el insecticida neonicotinoide comprende imidacloprid.

De acuerdo con una realización preferida, el insecticida neonicotinoide comprende acetamiprid.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 0,1 % a aproximadamente el 90 % p/p de insecticida neonicotinoide del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 80 % p/p de insecticida neonicotinoide del peso total de la composición líquida.

En una realización preferida, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 20 % a aproximadamente el 70 % p/p de insecticida neonicotinoide del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende al menos un disolvente de amida de baja polaridad.

De acuerdo con otra realización, el disolvente de amida de baja polaridad comprende grupo alquilpirrolidona N-C<sub>2-8</sub>.

De acuerdo con otra realización, la presente divulgación proporciona una composición líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide,
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad en donde el disolvente de amida de baja polaridad comprende alquilpirrolidona N-C<sub>2-8</sub> y
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con otra realización más, el disolvente de amida de baja polaridad se selecciona del grupo que comprende N-butilpirrolidona (NBP), N-octilpirrolidona y N-etilpirrolidona (NEP).

De acuerdo con otra realización más, el disolvente de amida de baja polaridad se selecciona del grupo que comprende N-butilpirrolidona (NBP) y N-etilpirrolidona (NEP).

De acuerdo con otra realización más de la presente divulgación, el disolvente de amida de baja polaridad es N-butilpirrolidona (NBP).

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 80 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad del peso total de la composición líquida.

En una realización preferida, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 20 % a aproximadamente el 75 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende al menos un tensioactivo con HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con otra realización, la composición agroquímica líquida comprende al menos un tensioactivo con HLB que varía de aproximadamente 10 a

aproximadamente 18 y se selecciona del grupo que comprende derivados de sorbitán y copolímeros de bloques de óxido de etileno-óxido de propileno (EO/PO).

De acuerdo con una realización de la presente divulgación, los derivados de sorbitán se seleccionan de ésteres de sorbitán y ésteres de sorbitán etoxilados con un HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con otra realización, los derivados de sorbitán se seleccionan del grupo que comprende Monooleato de polioxietileno, Monoestearato de polioxietileno, Monolaurato de polioxietileno, Monolaurato de polioxietilen sorbitán, Monolaurato de polioxietilen sorbitán, Monopalmitato de polioxietilen sorbitán, Monoestearato de polioxietilen sorbitán, Triestearato de polioxietilen sorbitán, Monooleato de polioxietilen sorbitán y Trioleato de polioxietilen sorbitán.

De acuerdo con otra realización más, el éster de sorbitán etoxilado es Monooleato de polioxietilen sorbitán.

De acuerdo con otra realización más, los copolímeros de bloques EO/PO con un HLB que varía de 10-18 se seleccionan del grupo que comprende el Copolímero de bloques de óxido de etileno, Óxido de Propileno y Propilenglicol, Oxirano, metil-, polímero con oxirano y polímero de bloques de butilo EO/PO.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 0,01 % p/p a aproximadamente el 50 % p/p de tensioactivo con un HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 40 % p/p de tensioactivo con un HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 0,5 % p/p a aproximadamente el 30 % p/p de

tensioactivo con un HLB que varía de 10-18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida puede formularse como concentrado emulsionable, líquido soluble, microemulsión, concentrado en suspensión, suspoemulsión y dispersión de aceite.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide,
- (b) al menos un plaguicida adicional,
- (c) al menos un disolvente de amida de baja polaridad y
- (d) al menos un tensioactivo que tiene un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende plaguicida adicional.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende uno o más insecticidas seleccionados de insecticidas de oxadiazina, insecticidas de avermectina, insecticidas de fosforamidotioato, insecticidas de fenilpirazol, insecticidas de benzoilurea, insecticidas piretroides, sus sales, ésteres, isómeros ópticamente activos y combinaciones de los mismos.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida comprende uno o más insecticidas seleccionados de insecticidas de oxadiazina tales como indoxacarb, insecticidas de avermectina como abamectina, doramectina, emamectina, eprinomectina, ivermectina y selamectina; insecticidas de fosforamidotioato tales como acefato, metamidofós, monocrotofós; insecticidas de fenilpirazol tales como flupirazofós, piraclofós, pirolano, etiprol, fipronil, flufiprol; insecticidas de piridilpirazol tales como clorantraniliprol, ciantraniliprol, ciclaniliprol, tetraclorantraniliprol, tetraniliprol; insecticida de benzoil urea tales como lufenurón, novalurón, dibenzurón, clorfuazurón; insecticidas piretroides tales como bifentrina,

ciflutrina, beta-ciflutrina, cihalotrina, gamma-cihalotrina, lambda-cihalotrina, cipermetrina, alfa-cipermetrina, beta-cipermetrina, theta-cipermetrina, zeta-cipermetrina, cifenotrina, deltametrina, dimeflutrina, fenvalerato y transflutrina.

De acuerdo con otra realización, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de insecticida neonicotinoide, del 1 % p/p a aproximadamente el 40 % p/p de insecticida adicional, de aproximadamente el 20 % p/p al 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad y de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 10 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB que varía de 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p al 90 % p/p de acetamiprid, del 1 % p/p al 40 % p/p de benzoato de emamectina, de aproximadamente el 20 % p/p al 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad comprende n-butilpirrolidona y de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 10 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB que varía de 10-18.

De acuerdo con otra realización más, la composición agroquímica líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p al 90 % p/p de acetamiprid, del 1 % p/p al 40 % p/p de indoxacarb, de aproximadamente el 20 % p/p al 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad que comprende n-butilpirrolidona y de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 10 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB que varía de 10 a aproximadamente 18.

De acuerdo con una realización, la composición agroquímica líquida puede comprender además uno o más disolventes adicionales.

De acuerdo con otra realización, el disolvente adicional se selecciona del grupo que comprende un disolvente no polar inmiscible en agua o un disolvente orgánico polar aprótico miscible en agua.

De acuerdo con otra realización más, el disolvente adicional en la composición líquida se selecciona de disolventes polares y no polares inmiscibles en agua, hidrocarburos aromáticos o alifáticos sustituidos o no sustituidos y ésteres de alquilo de aceites vegetales o mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende el disolvente polar adicional seleccionado del grupo que comprende ciclohexanona; ésteres dibásicos tales como, pero no limitado a, 2-metilglutarato de dimetilo y una mezcla de ésteres dibásicos compuesta por glutarato de dimetilo, succinato de dimetilo y adipato de dimetilo; éteres de glicol y éteres de polialquilendiglicol tales como, pero no limitado a, éter metílico de dipropilenglicol; carbonatos de alquileo tales como, pero no limitado a, carbonato de propileno; metil-5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato; cetonas tales como, pero no limitado a, ciclopentanona y ciclohexanona; los disolventes apróticos polares miscibles en agua incluyen, por ejemplo, lactatos de alquilo, lactato de isopropilo, carbonatos de alquilo, polietilenglicoles, éteres de alquilo de polietilenglicol, monopropilenglicol, polipropilenglicoles y éteres de alquilo de polipropilenglicol o mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización, el disolvente adicional en la composición líquida es un disolvente de éster de ácido graso tal como éster de ácido graso C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> preparado a partir de aceites vegetales.

De acuerdo con una realización, el disolvente adicional en la composición líquida se selecciona de uno o más de los hidrocarburos aromáticos derivados de benceno, tales como, por ejemplo, tolueno, xilenos, mesitileno, diisopropilbenceno y sus homólogos superiores, indano y derivados de naftaleno, tales como 1-metilnaftaleno, 2-metilnaftaleno; hidrocarburos alifáticos C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> (lineales, ramificados o cíclicos), tales como, pentano, hexano, ciclohexano, octano, 2-etilhexano, decano; alcoholes alifáticos C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> (lineales o ramificados), tales como



butan-1-ol, hexanol, 2-etil butanol, heptanol, octanol, 2-octanol y 2-etilhexanol; y alcoholes aromáticos tales como alcohol bencílico.

De acuerdo con una realización, el disolvente en la composición líquida se selecciona de aceites minerales.

De acuerdo con una realización, el disolvente en la composición líquida se selecciona de disolventes apróticos polares miscibles en agua que incluyen, por ejemplo, desde lactatos de alquilo, lactato de isopropilo, carbonatos de alquilo, polietilenglicoles, éteres de alquilo de polietilenglicol, monopropilenglicol, polipropilenglicoles y éteres de alquilo de polipropilenglicol o mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p a aproximadamente el 99 % p/p de disolvente adicional del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 10 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de disolvente adicional del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, el disolvente adicional comprende agua.

De acuerdo con la realización preferida de la presente divulgación, la composición líquida comprende de aproximadamente el 30 % p/p a aproximadamente el 80 % p/p de disolvente del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con una realización, la composición líquida puede incluir uno o más adyuvantes seleccionados de tensioactivos (emulsionante), aceite de cultivo, fertilizantes, agentes dispersantes, agentes de compatibilidad, desespumantes, agentes antimicrobianos, antioxidantes, correctores y colorantes en aerosol (tintes).

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende un antioxidante seleccionado del grupo que comprende hidroxianisol butilado (BHA), hidroxitolueno butilado (BHT), butilhidroquinona terciaria (TBHQ) y galato de propilo

(PG) y mezclas de los mismos.

De acuerdo con otra realización, la composición líquida comprende un desespumante seleccionado del grupo que comprende compuestos basados en silicona, alcoholes, éteres de glicol, espíritus minerales, acetilendíoles, polisiloxanos, organosiloxanos, siloxanglicoles, productos de reacción de dióxido de silicio y polímero de organosiloxano, polidimetilsiloxanos o polialquilenglicoles solos o en combinación.

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende opcionalmente de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 40 % p/p de uno o más adyuvantes del peso total de la composición de concentrado emulsionable.

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende opcionalmente de aproximadamente el 0,5 % p/p a aproximadamente el 30 % p/p de uno o más adyuvantes del peso total de la composición de concentrado emulsionable.

De acuerdo con una realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de insecticida neonicotinoide, del 0,01 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad, de aproximadamente el 0,01 % p/p a aproximadamente el 50 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p a aproximadamente el 40 % p/p de insecticida neonicotinoide, del 10 % p/p a aproximadamente el 80 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad, de aproximadamente el 0,01 % p/p a aproximadamente el 30 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización, la composición líquida comprende de aproximadamente el 1 % p/p a aproximadamente el 40 % p/p de insecticida neonicotinoide, del 20 % p/p a aproximadamente el 75 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad, de aproximadamente el 0,01 % p/p a aproximadamente el 20 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 del peso total de la composición líquida.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, la composición líquida comprende de aproximadamente el 0,1 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de acetamiprid, del 0,01 % p/p a aproximadamente el 90 % p/p de disolvente de amida de baja polaridad que comprende n-butilpirrolidona, de aproximadamente el 0,01 % p/p a aproximadamente el 50 % p/p de tensioactivo con un valor de HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 que comprende monooleato de polioxietilen sorbitán del peso total de la composición líquida.

A menos que el contexto requiera otra cosa, la composición agroquímica líquida como se describe en cualquiera de las realizaciones de esta memoria descriptiva puede ser una Microemulsión (ME).

A menos que el contexto requiera otra cosa, la composición agroquímica líquida como se describe en cualquiera de las realizaciones de esta memoria descriptiva puede ser un Líquido Soluble (SL).

A menos que el contexto requiera otra cosa, la composición agroquímica líquida como se describe en cualquiera de las realizaciones de esta memoria descriptiva puede ser un Concentrado Emulsionable (EC).

En una realización, la presente divulgación proporciona un proceso para preparar la composición agroquímica líquida, en donde el procedimiento comprende: combinar al menos un insecticida neonicotinoide con al menos un disolvente de amida de baja polaridad y al menos un tensioactivo que tenga un valor de HLB de aproximadamente 10 a aproximadamente 18.

En una realización, la presente divulgación proporciona un proceso para preparar una composición agroquímica soluble, en donde el procedimiento comprende:

- combinar al menos un insecticida neonicotinoide con al menos un disolvente de amida de baja polaridad para obtener una mezcla;

- combinar agua y un tensioactivo con un valor de HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 con la mezcla; y

- homogeneizar la mezcla de al menos un insecticida neonicotinoide, al menos un disolvente de amida de baja polaridad, agua y el tensioactivo para obtener la composición agroquímica líquida soluble.

En una realización, la presente divulgación proporciona un proceso para preparar una composición agroquímica en concentrado emulsionable, en donde el procedimiento comprende:

- combinar al menos un insecticida neonicotinoide con al menos un disolvente de amida de baja polaridad para obtener una mezcla;

- combinar agua y un tensioactivo con un valor de HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 con la mezcla; y

- homogeneizar la mezcla de al menos un insecticida neonicotinoide, al menos un disolvente de amida de baja polaridad, agua y el tensioactivo para obtener la composición agroquímica en concentrado emulsionable.

En una realización, la presente divulgación proporciona un proceso para preparar una composición agroquímica en microemulsión, en donde el procedimiento comprende:

- combinar agua y al menos un insecticida neonicotinoide para obtener una mezcla

- combinar un tensioactivo con un valor de HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 con la mezcla; y

homogeneizar la mezcla de al menos un insecticida neonicotinoide, al menos un disolvente de amida de baja polaridad, agua y el tensioactivo para obtener la composición agroquímica en microemulsión.

En otra realización, el proceso de combinar al menos un insecticida neonicotinoide con al menos un disolvente de amida de baja polaridad para obtener una mezcla implica agitación.

En otra realización más, el proceso de combinar al menos un insecticida neonicotinoide con agua para obtener una mezcla implica agitación.

En otra realización más, el proceso de combinar al menos un insecticida neonicotinoide, agua y al menos un disolvente de amida de baja polaridad para obtener una mezcla implica agitación.

En otra realización más, en donde la composición agroquímica líquida comprende al menos un insecticida neonicotinoide y un plaguicida adicional, el proceso comprende combinar al menos un insecticida neonicotinoide y el plaguicida adicional con al menos un disolvente de amida de baja polaridad.

De acuerdo con una realización, la homogeneización comprende la reducción del tamaño de las partículas.

De acuerdo con otra realización, la reducción del tamaño de partícula se realiza aplicando cizallamiento a la mezcla de principios activos, disolvente de amida de baja polaridad y tensioactivo con HLB que varía de 10-18 y, opcionalmente, otros agentes auxiliares. Los dispositivos adecuados para aplicar cizallamiento incluyen cualquier dispositivo de cizallamiento alto, por ejemplo, mezcladores de alto cizallamiento, tales como aparatos Ultra-Turrax y disolventes, mezcladores estáticos, por ejemplo, sistemas que tienen boquillas mezcladoras, molinos de perlas, molinos vibratorios, molinos de perlas con agitador, molinos de coloides, molinos de cono, molinos circulantes (molinos de bolas con agitador con sistema de trituración de pasadores), molinos de discos, molinos de cámara anular,

molinos de doble cono, dispersores u homogeneizadores de piñones y otros homogeneizadores.

De acuerdo con una realización, la composición líquida está prevista para diluirse con agua (o un líquido basado en agua) para formar las formulaciones agroquímicas de uso final correspondientes, normalmente formulaciones de pulverización.

De acuerdo con una realización, la composición líquida tiene un pH que varía de 5-7.

De acuerdo con una realización, la composición líquida tiene una variación en el pH de no más del 20 % cuando está a 54 °C entre 24 horas y 28 días.

De acuerdo con una realización de la presente invención, la composición líquida tiene una variación en el pH de no más del 10 % cuando está a 54 °C entre 24 horas y 28 días.

De acuerdo con una realización de la presente invención, la composición líquida tiene una variación en el pH de no más del 5 % cuando está a 54 °C entre 24 horas y 28 días.

De acuerdo con una realización, la composición líquida proporciona una formulación que permite que la planta/los organismos diana absorban los compuestos activos.

De acuerdo con una realización, la composición líquida se usa como la fuente de ingredientes agroquímicos activos y se diluye para formar formulaciones de uso final, normalmente formulaciones de pulverización.

En una realización, la dilución puede ser con agua de 1 a 10 000, particularmente de 10 a 1 000, veces el peso total de la composición para formar la formulación de pulverización.

En una realización, en la composición diluida, la concentración de principio activo agroquímico puede estar en el intervalo de aproximadamente el 0,001 % en

peso a aproximadamente el 1 % en peso de la formulación de pulverización total.

En una realización, las formulaciones de pulverización pueden fabricarse por dilución sencilla de las composiciones agroquímicas líquidas.

En otra realización, las formulaciones de pulverización pueden fabricarse combinando los componentes individuales usados en la preparación de las composiciones agroquímicas líquidas y agua.

Normalmente, dicha mezcla de uso final se lleva a cabo en el tanque desde el que se pulveriza la formulación o, como alternativa, en un tanque de almacenamiento para cargar el tanque de pulverización. Tales procesos de mezcla y mezclas normalmente se denominan proceso de mezcla en tanque y mezclas en tanque.

De acuerdo con otra realización, se proporciona un método para controlar plagas, comprendiendo dicho método aplicar a una planta o a un lugar en el que la planta está creciendo o se pretende que crezca o a un material de propagación vegetal, o un área de hábitat, una composición líquida que comprende:

- (a) al menos un insecticida neonicotinoide;
- (b) al menos un disolvente de amida de baja polaridad; y
- (c) al menos un tensioactivo con un valor de HLB de 10-18.

De acuerdo con otra realización, el método de control de plagas comprende aplicar las composiciones líquidas que comprenden acetamiprid.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, el método de control de plagas comprende aplicar las composiciones líquidas que comprenden acetamiprid y los plaguicidas adicionales.

Los ejemplos de cultivos en los que pueden usarse las presentes composiciones incluyen, no se limitan a, maíz, arroz, trigo, cebada, centeno, avena, sorgo, algodón, soja, cacahuete, trigo sarraceno, remolacha, colza, girasol, caña de azúcar, tabaco, etc.; verduras: verduras solanáceas tales como berenjena, tomate,

pimentón, pimienta, patata, etc., verduras cucurbitáceas tales como pepino, calabaza, calabacín, sandía, melón, calabacita, etc., verduras crucíferas tales como rábano, nabo blanco, rábano picante, colinabo, col china, repollo, mostaza de hoja, brócoli, coliflor, etc., verduras asteráceas tales como bardana, margarita corona, alcachofa, lechuga, etc., verduras liliáceas tales como cebolla verde, cebolla, ajo y espárragos, verduras amiáceas tales como zanahoria, perejil, apio, chirivía, etc., verduras quenopodiáceas tales como espinacas, acelgas, etc., verduras lamiáceas tales como *Perilla frutescens*, menta, albahaca, etc., fresa, batata, *Dioscorea japonica*, colocasia, etc., flores, plantas de follaje, hierbas para césped, frutos: frutas tipo pomo tales como manzana, pera, membrillo, etc., frutos carnosos con hueso tales como melocotón, ciruela, nectarina, *Prunus mume*, cereza, albaricoque, ciruela pasa, etc., frutas cítricas tales como naranja, limón, lima, pomelo, etc., frutos secos tales como castañas, nueces, avellanas, almendra, pistacho, anacardos, nueces de macadamia, etc. bayas tales como arándano azul, arándano rojo, mora, frambuesa, etc., uva, caqui, aceituna, ciruela, plátano, café, palmera datilera, cocos, etc., árboles distintos de árboles frutales; té, morera, plantas de flor, árboles tales como fresno, abedul, cornejo, Eucalipto, *Ginkgo biloba*, lila, arce, *Quercus*, chopo, árbol de Judas, *Liquidambar formosana*, platanera, zelkova, árbol de la vida japonés, abeto maderero, cicuta, enebro, *Pinus*, *Picea* y *Taxus cuspidata*, etc.

En una realización, las plagas controladas por las presentes composiciones incluyen, pero no se limitan a, *Planococcus citri* y *Panonychus citri*.

De acuerdo con una realización, el kit que comprende la composición líquida comprende una pluralidad de componentes, cada uno de cuyos componentes puede incluir al menos uno, o más, de los ingredientes de la composición líquida.

Las composiciones descritas a lo largo de la presente divulgación son insecticidamente activas y son estables. Se ha descubierto que la combinación de un disolvente de amida de baja polaridad y un tensioactivo con un HLB que varía de



aproximadamente 10 a aproximadamente 18 proporciona una excelente estabilidad a lo largo del tiempo y a diversas temperaturas e incluso cuando dicha composición líquida se somete a fuerzas de cizallamiento, por ejemplo, al mezclar. También, la composición líquida obtenida tiene una excelente capacidad de suspensión, capacidad de dispersión, muy baja o nula sedimentación y poca degradación de partículas.

Todas las características descritas en esta divulgación pueden combinarse con cualquiera de los otros aspectos o realizaciones, en cualquier combinación.

Estas y otras ventajas de la divulgación pueden resultar más evidentes a partir de los ejemplos que se exponen en el presente documento a continuación. Estos ejemplos se proporcionan meramente como ilustraciones de la divulgación y no pretenden interpretarse como una limitación de la misma.

Todas las pruebas y propiedades físicas enumeradas se han determinado a presión atmosférica y temperatura ambiente (es decir, 25 °C), a menos que se indique de otro modo en el presente documento o a menos se indique de otro modo en los métodos y procedimientos de prueba a los que se hace referencia.

## **Ejemplos**

### **Ejemplo 1: Acetamiprid 200 g/l Líquido Soluble (SL) (ejemplo de trabajo)**

Los materiales de la Tabla 1 se usaron para preparar una composición líquida soluble de Acetamiprid 200 g/l.

**Tabla 1**

| <b>Ingredientes</b>                                    | <b>Cantidad (g/l)</b> |
|--------------------------------------------------------|-----------------------|
| Acetamiprid Técnico                                    | 200                   |
| N-butilpirrolidona                                     | 654,5                 |
| Monooleato de polioxietilen sorbitán (valor de HLB 15) | 43                    |
| Antiespumante de silicona                              | 2                     |

|      |      |
|------|------|
| Agua | C.S. |
|------|------|

Se cargaron 654,5 g de N-butilpirrolidona en un recipiente de mezcla seguido de la adición de 200 g de acetamiprid y se mezcló hasta que se disolvió. Se añadió agua al mismo recipiente de mezcla para obtener una mezcla. Se añadieron a la mezcla 43 g de monooleato de polioxietilen sorbitán y 2 g de antiespumante de silicona y se homogeneizó durante aproximadamente 5 minutos para obtener una formulación líquida soluble.

### **Datos de estabilidad**

La composición del Ejemplo 1 se tomó para el estudio físico-químico en diversas condiciones de prueba tales como prueba a temperatura ambiental (a temperatura ambiente) y a baja temperatura. La prueba a baja temperatura se realizó después de mantener la composición del Ejemplo 1 durante 7 días a 0 °C, la estabilidad en el horno se realizó como estabilidad térmica acelerada (AHS) después de mantener la muestra en el horno durante 2 semanas a 54 °C y también durante 8 semanas a 40 °C. El estudio de baja temperatura se realizó según el método CIPAC n.º 39.3 en donde las composiciones se mantuvieron a 0 °C durante 1 h y después se registró el volumen de cualquier materia sólida u oleaginosa separada. El almacenamiento a 0 °C se continúa durante 7 días, cualquier materia sólida se sedimenta por centrifugación y se registra su volumen. En las cuatro condiciones de estabilidad, la composición del Ejemplo 1 permaneció como un líquido amarillento transparente. La densidad de la composición permaneció en aproximadamente 1 y la degradación del principio activo permaneció dentro del intervalo aceptable. La espuma persistente en la composición permaneció dentro del intervalo aceptable. Y se descubrió que el pH de la composición estaba alrededor de 7 en todas las condiciones.

Tabla 2

| Parámetros                                        | Especificación                         | Ambiente<br>(25 °C)                    | Estabilidad<br>a baja<br>temperatura<br>(0 °C) 7 días | Estabilidad<br>en el horno<br>(54 °C)<br>2 semanas |
|---------------------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| Apariencia                                        | Líquido<br>amarillento<br>transparente | Líquido<br>amarillento<br>transparente | Líquido<br>amarillento<br>transparente                | Líquido<br>amarillento<br>transparente             |
| Contenido de<br>principio activo –<br>Acetamiprid | 188->212 g/l                           | 196,48                                 | 194,68                                                | 196,55                                             |
| Densidad a 25 °C                                  | 1,024±0,005 g/cm <sup>3</sup>          | 1,025                                  | 1,025                                                 | 1,025                                              |
| pH al 1 % de agua<br>destilada                    | 06-08                                  | 7,39                                   | 7,38                                                  | 7,39                                               |
| Espuma persistente                                | Máx. 40 ml                             | Nula                                   | Nula                                                  | Nula                                               |

**Ejemplo 2: Acetamiprid 120 g/l + Benzoato de emamectina 15 g/l ME (ejemplo de trabajo)**

Los materiales de la Tabla 3 se usaron para preparar Acetamiprid 120 g/l + Benzoato de emamectina 15 g/l ME.

Tabla 3

| Ingredientes                    | Cantidad (g/l) |
|---------------------------------|----------------|
| Acetamiprid (98 %)              | 122,4          |
| Benzoato de emamectina (95,1 %) | 16,0           |
| Hidroxianisol butilado          | 7,0            |
| Propilenglicol                  | 12,5           |

| <b>Ingredientes</b>                                         | <b>Cantidad (g/l)</b> |
|-------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Butan-1-ol (calidad AR)                                     | 38,5                  |
| N, Butilpirrolidona                                         | 764,8                 |
| Monooleato de polioxietilen (20) sorbitán (valor de HLB 15) | 8,0                   |
| Antiespumante de silicona                                   | 0,3                   |
| Agua                                                        | c.s.                  |

Se cargaron 12,5 g de propilenglicol en un recipiente de mezcla seguido de la adición de 38,5 g de butan-1-ol con agitación para obtener una mezcla. Se añadieron a la mezcla 7 g de hidroxianisol butilado y agua y se mezcló durante aproximadamente 5 minutos. En la misma mezcla, se añadieron 16 g de benzoato de emamectina en mezcla continua seguido de la adición de 764,8 g de n-butilpirrolidona. Se añadieron 122,4 g adicionales de acetamiprid y se mezclaron durante alrededor de 30 minutos hasta que se disolvieron por completo. Se añadieron 8 g de monooleato de polioxietilen (20) sorbitán y 0,3 g de antiespumante de silicona y se mezclaron para obtener una microemulsión.

#### **Datos de estabilidad**

La composición del Ejemplo 2 se tomó para el estudio físico-químico en diversas condiciones de prueba tales como prueba a temperatura ambiental (a temperatura ambiente) y a baja temperatura. La prueba a baja temperatura se realizó después de mantener la composición del Ejemplo 2 en el refrigerador durante 7 días a 0 °C, la estabilidad en el horno se realizó como prueba de estabilidad térmica acelerada (AHS) después de mantener la muestra en el horno durante 2 semanas a 54 °C y también durante 8 semanas a 40 °C. En las cuatro condiciones de estabilidad, la composición del Ejemplo 2 permaneció como un líquido homogéneo y transparente. La densidad de la composición se mantuvo en

0,993, la degradación del principio activo se mantuvo dentro del intervalo aceptable. La espuma persistente en la composición permaneció dentro del intervalo aceptable. Y se descubrió que el pH de la composición estaba alrededor de 6 en todas las condiciones.

Tabla 4

| <b>Prueba</b>                                             | <b>Especificaciones</b>          | <b>Ambiente</b>                  | <b>Baja temperatura<br/>(0 °C) 7 días</b> | <b>Estabilidad en el horno<br/>(54 °C)<br/>2 semanas</b> | <b>Estabilidad en el horno<br/>(40 °C)<br/>8 semanas</b> |
|-----------------------------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------------|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Estado físico                                             | Líquido homogéneo y transparente | Líquido homogéneo y transparente | Líquido homogéneo y transparente          | Líquido homogéneo y transparente                         | Líquido homogéneo y transparente                         |
| Densidad                                                  | 0,993 ± 0,005 g/ml               | 0,993                            | 0,993                                     | 0,993                                                    | 0,993                                                    |
| Contenido de principio activo<br>- Acetamiprid            | 114 – 126 g/l                    | 123,98                           | 122,30                                    | 123,50                                                   | 123,91                                                   |
| Contenido de principio activo<br>- Benzoato de emamectina | 12,75 – 17,25 g/l                | 14,50                            | 14,49                                     | 13,94                                                    | 15,66                                                    |
| Espuma persistente<br>(1 % dil. a 1 min.)                 | Máx. 60 ml                       | 40                               | -                                         | 45                                                       | 40                                                       |
| pH (1 % en 342 ppm)                                       | -                                | 6,06                             | 6,04                                      | 6,10                                                     | 6,08                                                     |

### **Ejemplo 3: Acetamiprid 146 + Indoxacarb 54 concentrado emulsionable (EC)**

Los materiales de la Tabla 5 se usaron para preparar Acetamiprid 146 + Indoxacarb 54 concentrado emulsionable (EC).

Tabla 5

| <b>Ingredientes</b>              | <b>Cantidad (g/l)</b> |
|----------------------------------|-----------------------|
| Acetamiprid Técnico              | 149,00 g              |
| Indoxacarb Técnico               | 56,84 g               |
| n-butilpirrolidona               | 350,00 g              |
| Ciclohexanona                    | 360,00 g              |
| Polímero de bloques butilo EO.PO | 100,00 g              |

Se cargaron 360 g de ciclohexanona en un recipiente de mezcla. Se añadieron 350 g de n-butilpirrolidona al mismo recipiente de mezcla en agitación continua. Además, se añadieron 56,84 g de indoxacarb y 149 g de acetamiprid con agitación continua para obtener una mezcla. Se añadieron a la mezcla 100 g adicionales de polímero de bloques de butil EO.PO butilo y los 60g restantes de ciclohexanona y se mezclaron durante alrededor de 30 minutos para obtener un concentrado emulsionable.

#### **Datos de estabilidad**

La composición del Ejemplo 3 se tomó para el estudio físico-químico en diversas condiciones de prueba tales como prueba ambiental (a temperatura ambiente), prueba a baja temperatura realizada después de mantener la composición del Ejemplo 3 en el refrigerador durante 7 días a 0 °C, estabilidad en el horno realizada como estabilidad térmica acelerada (AHS) después de mantener la muestra en el horno durante 2 semanas a 54 °C y también durante 8 semanas a

40 °C. En las cuatro condiciones de estabilidad, la composición del Ejemplo 1 permaneció como un líquido homogéneo y transparente. La densidad de la composición se mantuvo en 1,02. La degradación del principio activo se mantuvo dentro del intervalo aceptable. La espuma persistente en la composición permaneció dentro del intervalo aceptable. Y se descubrió que el pH de la composición estaba alrededor de 5 en todas las condiciones.

Tabla 6

|                                                      | Especificaciones                       | Ambiente                               | Estabilidad a<br>baja<br>temperatura<br>(0 °C) 7 días | Estabilidad en<br>el horno<br>(54 °C)<br>2 semanas | Estabilidad en<br>el horno<br>(40 °C)<br>8 semanas |
|------------------------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| Aspecto del<br>estado físico                         | Líquido<br>homogéneo y<br>transparente | Líquido<br>homogéneo y<br>transparente | Líquido<br>homogéneo y<br>transparente                | Líquido<br>homogéneo y<br>transparente             | Líquido<br>homogéneo y<br>transparente             |
| Densidad                                             | 1,020 ± 0,005 g/ml                     | 1,02                                   | 1,02                                                  | 1,02                                               | 1,021                                              |
| Contenido de<br>principio<br>activo -<br>Acetamiprid | 137 – 154 g/l                          | 146,74                                 | 146,72                                                | 146,20                                             | 145,11                                             |
| Contenido de<br>principio<br>activo -<br>Indoxacarb  | 49 – 59 g/l                            | 54,52                                  | 54,55                                                 | 53,44                                              | 52,59                                              |
| Espuma<br>persistente<br>(1 % dil. a<br>1 min.)      | Máx. 40 ml                             | 6                                      | 6                                                     | 5                                                  | 6                                                  |
| pH (1 % en<br>agua<br>destilada)                     | -                                      | 5,26                                   | 5,32                                                  | 5,1                                                | 5,14                                               |

### Estabilidad tras la dilución



Se probó la estabilidad de dilución de las composiciones de los Ejemplos 1-3 en donde cada composición se diluyó con agua convencional para hacer una alícuota de dilución del 1 %. La estabilidad de la composición diluida se evaluó a varios intervalos de tiempo. Se realizó una evaluación adicional después de 24,5 horas después de volver a emulsionar las composiciones. Esto también se repitió dos veces. La composición del Ejemplo 1 permaneció como un líquido homogéneo y estable durante todos los intervalos de tiempo especificados anteriormente. De manera similar, la composición del Ejemplo 2 y del Ejemplo 3 permaneció bastante estable sin ninguna formación de crema o aceite apreciable.

Tabla 7

|              | Emulsión (0,5 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O A al<br>1 % de dil.) | Emulsión (0,5 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O D al<br>1 % de dil.) | Emulsión (2,0 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O A al<br>1 % de dil.) | Emulsión (2,0 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O D al<br>1 % de dil.) | Reemulsificación –<br>(24,5 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O A al 1 % de<br>dil.) | Reemulsificación –<br>(24,5 h)<br>(Std. H <sub>2</sub> O D al 1 % de<br>dil.) |
|--------------|-----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| Ejemplo<br>1 | Homogéneo y<br>estable                                          | Homogéneo y<br>estable                                          | Homogéneo y<br>estable                                          | Homogéneo y<br>estable                                          | Homogéneo y<br>estable                                                        | Homogéneo y<br>estable                                                        |
| Ejemplo<br>2 | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                                      | Sin crema,<br>Sin aceite                                                      |
| Ejemplo<br>3 | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                        | Sin crema,<br>Sin aceite                                                      | Sin crema,<br>Sin aceite                                                      |

Std. H<sub>2</sub>O A significa agua convencional CIPAC A con una dureza de 20 ppm;  
Std. H<sub>2</sub>O D significa agua convencional CIPAC D con una dureza de 342 ppm.

### **Cribado de disolventes y tensioactivos aptos para composición líquida estable a baja temperatura**

Los Ejemplos 4-7 son para composiciones de formulación ME de acetamiprid

y Benzoato de emamectina. Se probaron diversos disolventes y tensioactivos para preparar composiciones líquidas basadas en neonicotinoides que permanecen estables a baja temperatura. Las composiciones se tomaron para el estudio de estabilidad de dilución según CIPAC 41.1 en donde dichas composiciones se diluyeron en agua y se dejó reposar durante 24 horas, después de lo cual se evaluó la cantidad y naturaleza de cualquier material separado. La composición del Ejemplo 4 se preparó usando una mezcla de tensioactivos aniónicos/no iónicos con un valor de HLB de 9,6. Al realizar la estabilidad de la dilución, se observaron 1 ml de crema y algo de aceite después de 0,5. Por lo tanto, falló en la prueba y no pudo considerarse para pruebas de estabilidad adicionales. La composición del Ejemplo 5 se preparó usando una sal de sulfonato de dodecilbenceno que tenía HLB 8,6. BHA permaneció inmisible en el solvente. La composición no logró formar la formulación ME y, por lo tanto, se descubrió que era inadecuado para la prueba de baja temperatura. De manera similar, la composición del Ejemplo 6 y el Ejemplo 7 se prepararon usando dimetilsulfóxido (DMSO) y carbonato de propileno, respectivamente. Ambas composiciones exhibieron cristalización en las pruebas de estabilidad de dilución que indicaron la formación de cristales al mantenerlas a 0 °C.

Tabla 8

|    | Ingredientes                       | *Ej. 4                                                                                                                  | *Ej. 5                                                                                     | *Ej. 6                                                                                          | *Ej. 7                                           |
|----|------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| 1  | Benzoato de emamectina             | 1,6                                                                                                                     | 1,61                                                                                       | 1,6                                                                                             | 1,6                                              |
| 2  | Acetamiprid                        | 12,4                                                                                                                    | 12,36                                                                                      | 12,4                                                                                            | 12,4                                             |
| 3  | Agua                               | 2,1                                                                                                                     | 2,15                                                                                       | 2,1                                                                                             | 2,1                                              |
| 4  | BHA - Hidroxi anisol butilado      | 0,7                                                                                                                     | 0,71                                                                                       | 0,7                                                                                             | 0,7                                              |
| 5  | Propilenglicol                     | 1,3                                                                                                                     | 1,26                                                                                       | 1,3                                                                                             | 1,3                                              |
| 6  | Butan-1-ol (calidad AR)            | 3,9                                                                                                                     | 3,89                                                                                       | 3,9                                                                                             | 3,9                                              |
| 7  | N-Butilpirrolidona                 | 77                                                                                                                      | 77                                                                                         | -                                                                                               | -                                                |
| 8  | Dimetilsulfóxido (DMSO)            | -                                                                                                                       | -                                                                                          | c.s.                                                                                            | -                                                |
| 9  | Carbonato de propileno             | -                                                                                                                       | -                                                                                          | -                                                                                               | c.s.                                             |
| 10 | Antiespumante de silicona          | 0,03                                                                                                                    | 0,03                                                                                       | 0,03                                                                                            | 0,03                                             |
| 11 | Sal de sulfonato de dodecilbenceno | -                                                                                                                       | 0,8                                                                                        | -                                                                                               | -                                                |
| 12 | Combinación aniónica/no iónica     | 0,8                                                                                                                     | -                                                                                          | -                                                                                               | -                                                |
|    | Observaciones                      | se observaron 1 ml de crema y algo de aceite después de 0,5 horas cuando se mantuvo para la estabilidad de la dilución. | BHA permaneció inmisible en el solvente. La composición no logró formar la formulación ME. | La solución se encontró turbia después de la dilución. Cristales observados a baja temperatura. | La solución cristalizó tras la dilución en agua. |

\*Ej= Ejemplo

Las composiciones de los ejemplos 8-11 son composiciones EC que

comprenden acetamiprid e indoxacarb. La composición del Ejemplo 8 se preparó usando una mezcla de tensioactivos aniónicos/no iónicos con un valor de HLB de 9,6. De manera similar, la composición del Ejemplo 9 se preparó usando una sal de sulfonato de dodecilbenceno que tenía HLB 8,6. En ambas composiciones, se observaron 1 ml de aceite y 2 ml de crema cuando se mantuvieron para la estabilidad de la dilución y no se pudieron considerar para pruebas de estabilidad adicionales. La composición del Ejemplo 10 y el Ejemplo 11 se prepararon usando dimetilsulfóxido (DMSO) y carbonato de propileno, respectivamente. Ambas composiciones exhibieron cristalización en las pruebas de estabilidad de dilución que indicaron la formación de cristales al mantenerlas a 0 °C.

Tabla-9

|   | Composiciones                                                                                     | Ej. 8         | Ej. 9         | Ej. 10           | Ej. 11          |
|---|---------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|---------------|------------------|-----------------|
| 1 | Acetamiprid                                                                                       | 149,00        | 149,00        | 149,00           | 149,00          |
| 2 | Indoxacarb                                                                                        | 56,84         | 56,84         | 56,84            | 56,84           |
| 3 | Ciclohexanona                                                                                     | 360,00        | 360,00        | 360,00           | 360,00          |
| 4 | N-Butilpirrolidona                                                                                | 350,00        | 350,00        | -                | -               |
| 5 | Alcohol etopropoxilado                                                                            | -             | -             | 100,00           | 100,00          |
| 6 | Sal de sulfonato de dodecilbenceno                                                                | -             | 100           | -                | -               |
| 7 | Mezcla de triestirilfenol etoxilado y dodecilbencenosulfonato de calcio en isobutanol             | 100           | -             | -                | -               |
| 8 | Mezcla de solvente de petróleo aromático pesado, disolvente de petróleo alifático medio y benceno | -             | -             | 350              | -               |
| 9 | Carbonato de propileno                                                                            | -             | -             | -                | 350             |
|   | Observaciones                                                                                     | Se observaron | Se observaron | Principio activo | Cristales finos |

|  | Composiciones | Ej. 8                                                                                                                             | Ej. 9                                                                                                                             | Ej. 10                  | Ej. 11                                      |
|--|---------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|---------------------------------------------|
|  |               | 1 ml de aceite<br>y 2 ml de<br>crema<br>después de<br>0,5 horas<br>cuando se<br>mantuvo para<br>la estabilidad<br>de la dilución. | 1 ml de aceite<br>y 2 ml de<br>crema<br>después de<br>0,5 horas<br>cuando se<br>mantuvo para<br>la estabilidad<br>de la dilución. | encontrado<br>insoluble | observados en los<br>3 días de<br>formación |

Las composiciones de los ejemplos 12-15 son composiciones SL que comprenden acetamiprid e indoxacarb. La composición del Ejemplo 12 se preparó usando una sal de sulfonato de dodecilbenceno que tenía HLB 8,6. De manera similar, la composición del Ejemplo 13 se preparó usando una mezcla de tensioactivos aniónicos/no iónicos con un valor de HLB de 9,6. En ambas composiciones, se observaron cristales en las 24 horas cuando se mantuvo para la estabilidad de la dilución. La composición del Ejemplo 14 y el Ejemplo 15 se prepararon usando dimetilsulfóxido (DMSO) y carbonato de propileno, respectivamente. Ambas composiciones exhibieron cristalización en las pruebas de estabilidad de dilución que indicaron la formación de cristales al mantenerlas a 0 °C.

Tabla-10

|   | Composiciones                           | Ej. 12 | Ej. 13 | Ej. 14 | Ej. 15 |
|---|-----------------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| 1 | Acetamiprid Técnico                     | 200    | 200    | 200    | 200    |
| 2 | Monooleato de polioxietilen<br>sorbitán | -      | -      | 43     | 43     |

|    |                                                                                       |                                       |                                       |                            |                            |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|----------------------------|----------------------------|
| 3  | Antiespumante de silicona                                                             | 2                                     | 2                                     | -                          | -                          |
| 4  | Agua                                                                                  | 126                                   | 126                                   | 126                        | 126                        |
| 5  | N-butilpirrolidona                                                                    | 654,6                                 | 654,7                                 | -                          | -                          |
| 9  | DMSO                                                                                  | -                                     | -                                     | c.s.                       |                            |
| 11 | Carbonato de propileno                                                                | -                                     | -                                     | -                          | c.s.                       |
| 14 | Sal de sulfonato de dodecilbenceno                                                    | 43                                    | -                                     | -                          | -                          |
| 15 | Mezcla de triestirilfenol etoxilado y dodecilbencenosulfonato de calcio en isobutanol |                                       | 43                                    | -                          | -                          |
|    | Observaciones                                                                         | Cristales observados en las 24 horas. | Cristales observados en las 24 horas. | Cristales finos observados | Cristales finos observados |

## Estudio de aplicación de campo

**Cultivo:** Naranja dulce

**Ubicación para la Prueba 1:** Groblersdal, Limpopo en Sudáfrica

**Ubicación para la Prueba 2:** Mooinooi, noroeste de Sudáfrica

La eficacia de las composiciones del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3 se evaluó en cítricos para el control de cochinillas harinosas. La cochinilla harinosa provoca daños físicos y cosméticos en los cítricos, haciéndolos inadecuados para la exportación. La composición del Ejemplo 2 se probó a una tasa de dosificación de 54 ml. La composición del Ejemplo 3 se probó a una tasa de dosificación de 36 ml. Se estudió la eficacia de las composiciones frente a un control no tratado. El número

de cochinillas harinosas se contó por parcela en 25 frutas cítricas muestreadas por parcela en varios intervalos, a saber 7DAT (días después del tratamiento), 14DAT y 21DAT. El estudio se realizó en dos ubicaciones diferentes (Prueba 1 y Prueba 2) para las composiciones del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3. Se descubrió que la composición del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3 en ambas dosis controlaba más del 96 % de las cochinillas harinosas y protegió con éxito el cultivo.

Tabla-11

| Tratamientos | Tasa de dosis/100 l de agua | Control en porcentaje % |        |        |          |        |        |
|--------------|-----------------------------|-------------------------|--------|--------|----------|--------|--------|
|              |                             | Prueba 1                |        |        | Prueba 2 |        |        |
|              |                             | 7 DAT                   | 14 DAT | 21 DAT | 7 DAT    | 14 DAT | 21 DAT |
| Sin tratar   |                             | 0 %                     | 0 %    | 0 %    | 0 %      | 0 %    | 0 %    |
| Ejemplo 2    | 54 ml                       | 98                      | 98     | 98     | 96       | 97     | 94     |
| Ejemplo 3    | 36 ml                       | 97                      | 98     | 98     | 96       | 96     | 97     |

La eficacia de las composiciones del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3 se evaluó en cítricos para el control de arañas rojas. La araña roja (*P. ulmi*) es una de las plagas comunes de los cítricos que provocan daño a las hojas más viejas y los frutos. La composición del Ejemplo 2 se probó a una tasa de dosificación de 54 ml. La composición del Ejemplo 3 se probó a una tasa de dosificación de 36 ml. Se estudió la eficacia de las composiciones frente a un control no tratado. El número de ácaros contados en una muestra de 30 hojas por parcela y el porcentaje de control de la araña roja se calcularon a varios intervalos, a saber, 7DAT (días después del tratamiento), 14DAT y 21DAT. El estudio se realizó en dos ubicaciones diferentes (Prueba 1 y Prueba 2) para las composiciones del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3. Se

encontró que las composiciones del Ejemplo 2 y el Ejemplo 3 en ambas dosis y en ambos ensayos controlan más del 90 % de los ácaros rojos y protegieron con éxito el cultivo.

Tabla-12

| Tratamientos | Tasa de<br>dosis/100 l de<br>agua | Control en porcentaje % |        |        |          |        |        |
|--------------|-----------------------------------|-------------------------|--------|--------|----------|--------|--------|
|              |                                   | Prueba 1                |        |        | Prueba 2 |        |        |
|              |                                   | 7 DAT                   | 14 DAT | 21 DAT | 7 DAT    | 14 DAT | 21 DAT |
| Sin tratar   |                                   | 0 %                     | 0 %    | 0 %    | 0 %      | 0 %    | 0 %    |
| Ejemplo 2    | 54 ml                             | 97                      | 98     | 98     | 96       | 96     | 97     |
| Ejemplo 3    | 36 ml                             | 98                      | 98     | 98     | 96       | 97     | 94     |

Por lo tanto, los inventores de la presente divulgación estabilizaron con éxito diversas composiciones líquidas de insecticidas neonicotinoides solos y en combinación con otros plaguicidas usando un disolvente de amida de baja polaridad y un tensioactivo con HLB que varía de 10-18. La combinación de disolvente de amida de baja polaridad y un tensioactivo con un HLB que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 estabilizó con éxito el insecticida neonicotinoide en la composición, así como impartió estabilidad a baja temperatura a la composición. La composición líquida estable también mostró estabilidad tras la dilución. Se descubrió que las composiciones líquidas eran altamente eficaces en el control de plagas. Debe entenderse que la divulgación no se limita a los detalles de las realizaciones anteriores, que se describen a modo de ejemplo solamente.