



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 34533 B1**
- (51) Cl. internationale : **A01N 25/28; A01N 25/02; A01N 43/40; A01P 13/00**
- (43) Date de publication : **02.09.2013**
- 
- (21) N° Dépôt : **35748**
- (22) Date de Dépôt : **18.03.2013**
- (30) Données de Priorité : **17.08.2010 GB 1013799.0**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/CN2011/078475 16.08.2011**
- (71) Demandeur(s) : **ROTAM AGROCHEM INTERNATIONAL CO., LTD, 7/F CHEUNG TAT CENTRE 18 CHEUNG LEE STREET CHAI WAN HONG KONG (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **BRISTOW, James Timothy**
- (74) Mandataire : **CABINET PATENTMARK**
- 
- (54) Titre : **COMPOSITIONS HERBICIDES**
- (57) Abrégé : L'invention porte sur une composition herbicide, la composition comprenant une suspension aqueuse de microcapsules, les microcapsules ayant une enveloppe de capsule constituée d'un polymère de type produit de condensation poreux, les microcapsules contenant une solution de fluroxypyr dans un système solvant à base de colophane comprenant de la colophane et/ou un dérivé de colophane. L'invention porte également sur une composition herbicide comprenant des microcapsules, les microcapsules ayant une enveloppe de capsule constituée d'un polymère de type produit de condensation poreux, les microcapsules contenant du fluroxypyr et un solvant comprenant de la colophane et/ou un dérivé de colophane. L'invention porte également sur un procédé de préparation d'une composition herbicide, le procédé comprenant les étapes consistant à utiliser une phase non miscible avec l'eau comprenant du fluroxypyr et un isocyanate dissous dans un système solvant à base de colophane comprenant de la colophane et/ou un dérivé de colophane ; utiliser une phase aqueuse comprenant un ou plusieurs tensioactifs ; combiner la phase non miscible avec l'eau et la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse ; ajouter à la dispersion ainsi obtenue

une amine, ce qui forme de cette manière des microcapsules de polyurée contenant des gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau ; et faire durcir les microcapsules.

**ABRÉGÉ****COMPOSITIONS HERBICIDES**

5

La présente invention concerne une composition herbicide, la composition comprenant une suspension aqueuse de microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule en polymère condensé poreux, les microcapsules contenant une solution de fluroxypyr dans un système solvant rosine comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine. La présente invention concerne en outre une composition herbicide comprenant des microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule en polymère condensé poreux, les microcapsules contenant du fluroxypyr et un solvant comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine. La présente invention concerne en outre un procédé de préparation d'une composition herbicide, et l'utilisation des compositions de l'invention pour le contrôle de la croissance des plantes.

02 SEPT 2013

**COMPOSITIONS HERBICIDES**

La présente invention concerne des compositions herbicides et leur utilisation. La présente invention concerne en particulier la production de compositions d'herbicides pyridinoxyacide, en particulier le fluroxypyr, et l'utilisation de celles-ci dans le contrôle d'une croissance de plante indésirable.

Le fluroxypyr est un herbicide pyridinoxyacide utilisé pour contrôler les mauvaises herbes et broussailles à feuilles larges annuelles et pérennes. Des formulations de fluroxypyr sont connues et sont commercialisées. Une formulation commerciale de fluroxypyr est un concentré émulsifiable à base de solvant (EC). La formulation est typiquement préparée par dissolution de la substance active fluroxypyr dans un solvant liquide organique inerte, conjointement avec un système émulsifiant approprié. Le mélange de la combinaison résultante avec de l'eau forme spontanément une émulsion d'huile dans l'eau de la solution de fluroxypyr/solvant.

La pratique agricole moderne requiert un contrôle amélioré de l'application de composants biologiquement actifs sur les plantes cibles. Ce contrôle amélioré présente en conséquence plusieurs avantages. Premièrement, le contrôle amélioré de la substance active permet d'utiliser des composés qui ont une stabilité augmentée sur des durées prolongées. De plus, le contrôle amélioré conduit à une réduction du risque environnemental présenté par la composition herbicide. De plus, un contrôle amélioré conduit à une diminution de la toxicité aiguë de la composition et permet qu'une incompatibilité entre composants soit prise en compte.

Il est connu que la microencapsulation est une technique qui présente une pluralité d'avantages dans l'amélioration du contrôle pouvant être obtenu dans l'application de formulations herbicides, par rapport à d'autres techniques de

formulation dans le domaine des agents agrochimiques. Plusieurs procédés de base pour la préparation de formulations de microencapsulation de composés herbicides actifs ont été décrits et sont connus dans l'art. En particulier, des techniques connues pour la microencapsulation comprennent la coacervation, la polymérisation interfaciale et la polymérisation *in situ*. La plupart des formulations CS (suspension de microcapsules) commercialisées sont fabriquées par polymérisation interfaciale. Des exemples de formulations CS commercialisées préparées de cette manière comprennent Chlorpyrifos CS, Lambda-cyhalothrine CS, Clomazone CS, Fluorochloridone CS, et Méthylparation CS. Lorsque de telles formulations sont séchées, elles forment des microcapsules contenant des granules dispersibles dans l'eau, la substance active étant contenue dans les microcapsules. Les microcapsules agissent de manière à contenir la substance active, de sorte que lorsque la formulation est appliquée, par exemple sous la forme d'une dispersion dans l'eau, la substance active est libérée lentement depuis les microcapsules et sa propagation à l'extérieur du locus d'application est limitée.

Actuellement, bien qu'un nombre significatif de substances actives, telles que celles mentionnées ci-dessus, aient été formulées en utilisant la microencapsulation, il n'est pas connu la formation de formulations de fluroxypyr de cette manière.

EP 1 844 653 suggère une formulation de granules dispersibles dans l'eau (WG) de fluroxypyr microencapsulé. La description suggère l'utilisation du procédé de microencapsulation connu appliqué dans la préparation de formulations WG de chlorpyrifos. Cependant, le procédé produit une formulation ayant une distribution non satisfaisante des substances actives. Dans les exemples décrits, un produit est obtenu ayant un résidu de tamisage humide supérieur à 10 %, dont 50 % comprennent du fluroxypyr cristallisé présent à l'extérieur des microcapsules.

Un procédé connu de préparation d'une formulation CS est la polymérisation interfaciale. Dans ce procédé, la substance active est dissoute dans un solvant, conjointement avec des monomères et/ou des prépolymères. Le mélange résultant est dispersé dans une phase aqueuse contenant un ou plusieurs émulsifiants, facultativement un ou plusieurs colloïdes protecteurs et, facultativement, des prépolymères additionnels. Une paroi de capsule est formée autour des gouttelettes d'huile en conséquence de la polymérisation interfaciale se produisant à l'interface huile/eau en présence d'un catalyseur ou par chauffage.

Des solvants, bien que généralement inertes dans la formulation finale, sont utilisés dans la microencapsulation de substances actives pour remplir différentes fonctions, par exemple la dissolution du composant actif pour permettre l'encapsulation de substances actives solides, et l'ajustement du taux de diffusion de la substance active à travers la paroi polymère, contribuant à son tour à contrôler la libération des substances actives depuis les microcapsules lorsque la formulation a été appliquée. De plus, des solvants peuvent être sélectionnés, en plus de leur rôle de dissolution des composants actifs, pour influencer la qualité de l'émulsion, par exemple par maintien d'une faible viscosité pendant les étapes d'émulsification et/ou de polymérisation.

EP 1 652 433 décrit une formulation herbicide comprenant une composition de liquide aqueux dans laquelle sont mises en suspension une multitude de microcapsules solides, les microcapsules ayant une paroi de capsule de polymère condensé poreux d'au moins l'un parmi polyurée, polyamide et copolymère amide-urée. Les microcapsules sont formées de manière à encapsuler de la clomazone en tant que substance active, la clomazone étant dissoute dans un solvant organique inerte à point d'ébullition élevé, en particulier un ester d'alkyle ramifié di(C6-C3) d'acide 1,2-benzènedicarboxylique.

EP 0 792 100 décrit un procédé pour préparer une formulation de clomazone encapsulée. Le procédé met en œuvre une étape de production d'une phase liquide non miscible avec l'eau constituée de clomazone et d'isocyanate de polyméthylènepolyphényle, avec ou sans un solvant hydrocarbure aromatique.

5 EP 0 792 100 décrit la microencapsulation de clomazone par préparation d'une phase non miscible avec l'eau contenant des quantités spécifiées de clomazone et d'isocyanate de polyméthylènepolyphényle (PMPPi), conjointement avec un solvant aromatique. Le solvant est indiqué comme étant facultatif dans le cas de formulations avec des charges élevées de clomazone. Cependant, les formulations exemplifiées

10 contiennent généralement un solvant de pétrole en une quantité de 4 à 6 % en poids.

Il serait avantageux que le fluroxypyr puisse être formulé en utilisant des techniques de microencapsulation, par exemple d'une manière similaire aux formulations de clomazone microencapsulée connues. Cependant, come indiqué

15 ci-dessus, des tentatives pour microencapsuler du fluroxypyr n'ont pas rencontré un succès total. Il existe par conséquent un besoin d'une formulation améliorée de fluroxypyr, en particulier d'une formulation basée sur la microencapsulation de la substance active.

20 De manière inattendue, il a été observé que des formulations microencapsulées efficaces de fluroxypyr peuvent être préparées en utilisant de la rosine (colophane) et/ou des dérivés de rosine en tant que solvants. En particulier, il a été observé que l'utilisation de rosine et/ou dérivés de rosine confère au fluroxypyr une dispersibilité plus élevée, tout en permettant encore que la formulation soit aisément mise en suspension

25 dans de l'eau. De plus, la formulation présente un résidu de tamisage humide faible c'est-à-dire un degré de rétention élevé de la substance active fluroxypyr dans les microcapsules. Il a également été observé que la rosine et/ou les dérivés de rosine présentent une toxicité plus faible que les solvants utilisés dans les formulations de l'art

antérieur, en particulier les esters d'alkyle ramifiés di(C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>) d'acide 1,2-benzènedicarboxylique et les solvants d'hydrocarbure aromatique et de pétrole décrits ci-dessus.

5 En conséquence, dans un premier aspect, la présente invention concerne une composition herbicide comprenant une suspension aqueuse de microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule en polymère condensé poreux, les microcapsules contenant une solution de fluroxypyr dans un système solvant rosine comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine.

10

De manière inattendue, il a été observé que la microencapsulation de fluroxypyr dans un solvant comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine produit une formulation significativement améliorée, en particulier ayant des propriétés de dispersibilité élevée, facilité de formation et maintien en suspension, et un faible résidu  
15 de tamisage humide. Un autre avantage est que la rosine et les dérivés de rosine utilisés en tant que solvants pour le fluroxypyr sont significativement moins toxiques que les solvants connus et utilisés dans les formulations de l'art antérieur.

La formulation de fluroxypyr de la présente invention comprend des  
20 microcapsules en suspension dans une phase aqueuse. Les microcapsules contiennent une solution de fluroxypyr dans une phase de solvant comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine, de sorte que le fluroxypyr dans la formulation soit retenu dans les microcapsules.

25 Fluroxypyr est le nom commun de l'acide 4-amino-3,5-dichloro-6-fluoro-2-pyridyloxyacétique, un composé connu pour être un herbicide actif et commercialisé. La formulation de la présente invention peut comprendre le fluroxypyr en tant que seule substance active herbicide. En variante, une



ou plusieurs autres substances actives peuvent être présentes dans la formulation, dans les microcapsules et/ou dans la phase aqueuse.

La formulation peut comprendre du fluroxypyr en toute quantité adaptée pour  
5 obtenir le niveau d'activité requis, lorsqu'elle est appliquée à un locus pour le contrôle de croissance de plante. De préférence, la formulation contient du fluroxypyr en une quantité d'au moins 10 % en poids, plus préférentiellement au moins 20 %, encore plus préférentiellement au moins 40 %. Des formulations ayant au moins 50 % en poids de fluroxypyr sont également envisagées dans la présente invention.

10

Dans la formulation de la présente invention, le fluroxypyr est maintenu en solution dans un système de solvant organique dans les microcapsules. Le solvant comprend de la rosine et/ou un dérivé de rosine. D'autres solvants peuvent être présents dans les microcapsules. Cependant, il est préféré que le solvant soit constitué  
15 essentiellement de rosine et/ou un ou plusieurs dérivés de rosine. La rosine et ses dérivés sont insolubles dans l'eau. La rosine et ses dérivés sont connus dans l'art et sont commercialisés. Des dérivés de rosine qui peuvent être utilisés tels quels ou inclus dans le système solvant de la formulation comprennent tout dérivé qui est un liquide dans des conditions ambiantes et dans lequel le fluroxypyr est soluble. Des dérivés  
20 adaptés comprennent la rosine hydrogénée, la rosine polymérisée, des esters de rosine ou de rosine hydrogénée, en particulier des esters méthyliques de rosine ou de rosine hydrogénée, des esters de glycérol de rosine ou de rosine hydrogénée, des esters de triéthylèneglycol de rosine ou de rosine hydrogénée et des esters de pentaérythritol de rosine ou de rosine hydrogénée.

25

Les microcapsules peuvent contenir une solution constituée essentiellement de rosine et/ou un ester de rosine et de fluoroxypyr. D'autres composants peuvent être inclus dans le système solvant, en fonction des besoins. D'autres composants qui

peuvent être présents dans la solution sont connus dans l'art et comprennent des tensioactifs, des stabilisants et similaire. En particulier, des antioxydants peuvent être inclus dans le système solvant dans les microcapsules. Comme décrit de manière plus détaillée ci-dessous, la préparation de la formulation peut nécessiter le chauffage de la

5 formulation pour durcir les parois de polymères des microcapsules. Le chauffage de la formulation peut augmenter le taux d'oxydation des composants actifs. En conséquence, un ou plusieurs antioxydants peuvent être inclus. Des antioxydants adaptés sont connus dans l'art et sont commercialisés. Des exemples comprennent l'hydroxytoluène butylé (BHT) et l'hydroxyanisole butylé (BHA). L'antioxydant peut être

10 présent en toute quantité adaptée pour réduire ou prévenir l'oxydation de la substance active et maintenir sa stabilité. La quantité d'antioxydant peut être dans la plage de 0,005 à 1,0 % du poids des microcapsules, plus préférablement de 0,01 à 0,05 % en poids.

15 La taille des microcapsules peut être contrôlée par plusieurs facteurs dans la préparation de la composition de cette invention. En particulier, la taille des microcapsules peut être contrôlée en incluant un ou plusieurs autres composants dans la phase liquide non miscible avec l'eau dans les microcapsules, en particulier un ou plusieurs tensioactifs. La balance hydrophile-lipophile (HLB) des tensioactifs utilisés

20 peut influencer la taille des microcapsules formées dans la composition, des tensioactifs ou des combinaisons de tensioactifs ayant un HLB plus faible produisant des microcapsules ayant un diamètre plus faible. Des tensioactifs liposolubles adaptés sont connus et commercialisés, par exemple Atlox 4912, un tensioactif copolymère séquencé A-B-A ayant un HLB faible d'environ 5,5. D'autres tensioactifs copolymère

25 séquencé peuvent être utilisés, en particulier ceux composés de polyglycol, par exemple le polypropylèneglycol, et des poly(acides gras) hydroxylés. Les tensioactifs peuvent être présents en toute quantité adaptée pour conférer la taille de particule requise aux microcapsules pendant la préparation de la composition. Une concentration

préférée dans la phase non miscible avec l'eau est de 1 à 30 %, plus préférablement d'environ 5 à 25 % en poids des microcapsules.

5 Le système solvant à base de rosine dans les microcapsules peut comprendre en outre un ou plusieurs agents de réticulation liposolubles. Des agents de réticulation adaptés comprennent des carbamides, tels que l'acétylèncarbamide et des dérivés de celui-ci, des lipides ou des résines, tels que le produit de copolymérisation de styrène et d'anhydride maléique. De tels agents de réticulation sont connus dans l'art et sont commercialisés, par exemple Powder Link 1174  
10 (1,3,4,6-tétrakis(méthoxyméthyl)glycoluril). L'agent de réticulation et la quantité présente peuvent être utilisés pour contrôler la porosité de la paroi de polymère des microcapsules. De préférence, la composition comprend l'agent de réticulation en une quantité de 0,1 à 20 %, plus préférablement de 0,5 à 15 % en poids des microcapsules.

15 Le système solvant rosine dans les microcapsules contient le solvant, en particulier la rosine et/ou des dérivés de rosine, en quantité suffisante pour dissoudre la quantité de fluroxypyr requise. De préférence, le rapport en poids du fluroxypyr au solvant rosine (rosine et/ou dérivé) est de 1:10 à 10:1, plus préférablement de 1:5 à 5:1, encore plus préférablement de 2:5 à 5:2.

20 La phase liquide dans les microcapsules contient de préférence au moins 20 % en poids de fluroxypyr, plus préférablement au moins 30 %, encore plus préférablement au moins 50 % en poids de fluroxypyr. Le fluroxypyr peut être présent dans le matériau encapsulé en une quantité de 1 % à 95 % en poids, plus préférablement de 1 % à 90 %, encore plus préférablement de 5 % à 90 % en poids.  
25

Le solvant rosine et/ou dérivé de rosine est de préférence présent dans le liquide dans les microcapsules en une quantité d'au moins 10 % en poids, plus préférablement

au moins 20 % en poids, encore plus préférablement au moins 30 % en poids.

La solution de fluroxypyr dans le système solvant rosine est contenue dans les microcapsules. Les microcapsules peuvent être formées de tout polymère adapté. Le polymère des microcapsules est poreux, de manière à permettre la libération contrôlée de la substance active fluroxypyr depuis l'intérieur des microcapsules. Le taux de libération de la substance active depuis les microcapsules peut être contrôlé d'une manière connue, par exemple par la sélection appropriée des polymères utilisés pour préparer les microcapsules, la sélection de la taille des microcapsules, la porosité du polymère, et la présence de composants dans les microcapsules. Des systèmes de polymère adaptés pour utilisation dans la formulation de microencapsulation de la présente invention sont connus dans l'art. Le polymère formant la paroi des microcapsules est de préférence formé par polymérisation interfaciale. Des exemples de polymères adaptés pour former les microcapsules comprennent des polymères condensés poreux d'un ou plusieurs parmi polyurée, polyamide et copolymère amide-urée.

Les polyurées sont des polymères préférés pour les microcapsules. Les polyurées peuvent être formées par la polymérisation interfaciale d'un isocyanate, en particulier un isocyanate polyfonctionnel, avec une amine. Des isocyanates adaptés pour former les polyurées sont connus dans l'art et sont commercialisés, comprenant des isocyanates de polyméthylène polyphényle (PMPPi), l'isocyanate de diphénylméthylène (MDI), le polymère d'isocyanate diphénylméthylène (PADI), et le diisocyanate de toluène (TDI). L'amine peut être une amine mono- ou polyfonctionnelle. Des amines adaptées pour former la paroi en polymère des microcapsules sont connues et l'art et sont commercialisées, comprenant l'éthylènediamine (EDA), la diéthyltriamine (DETA), la triéthylènetétramine (TETA), la 1,6-hexamine (HAD), et la triéthylamine (TEA).

Comme indiqué ci-dessus, la taille des microcapsules peut être choisie pour conférer les propriétés requises à la formulation, en particulier le taux de libération de la substance active fluroxypyr depuis les microcapsules. Les microcapsules peuvent avoir une taille de particule dans la plage de 0,5 à 60 microns, plus préférablement de 1 à 60 microns, encore plus préférablement de 1 à 50 microns. une plage de taille de particule de 1 à 40 microns, plus préférablement de 1 à 30 microns a été observée comme étant particulièrement adaptée.

Les microcapsules peuvent comprendre le polymère en une quantité adaptée pour produire les propriétés requises de la formulation. De préférence, le polymère est présent en une quantité de 2 % à 25 % en poids des microcapsules, plus préférablement de 3 à 20 %, encore plus préférablement de 5 à 15 % en poids. Une quantité particulièrement adaptée de polymère dans les microcapsules est dans la plage de 5 à 12 % en poids.

La formulation du premier aspect de la présente invention comprend les microcapsules comme décrit ci-dessus mises en suspension dans une phase aqueuse. La phase aqueuse comprend de l'eau, conjointement avec d'autres composants requis pour conférer les propriétés souhaitées à la formulation, par exemple la stabilité de la suspension et la dispersibilité des microcapsules. Des composants adaptés pour inclusion dans la phase aqueuse de la formulation sont connus dans l'art et sont commercialisés. Des composants adaptés sont ceux qui améliorent et maintiennent la dispersibilité et la suspension des microcapsules, et comprennent un ou plusieurs tensioactifs, stabilisants, émulsifiants, modificateurs de viscosité, colloïdes protecteurs, et similaire.

La phase aqueuse peut représenter toute quantité adaptée de la formulation, à condition que les microcapsules soient correctement dispersées et maintenues en

suspension. Typiquement, la phase aqueuse représente de 15 à 50 % en poids de la formulation, plus préférablement de 20 à 40 %, encore plus préférablement de 25 à 30 %.

5 La formulation de la présente invention peut être utilisée d'une manière connue pour contrôler la croissance de plantes. En particulier, la formulation peut être diluée avec de l'eau à la concentration requise de substance active et appliquée à un locus d'une manière connue, telle que par pulvérisation.

10 Il a également été observé que la formulation de la présente invention peut être préparée sous une forme séchée, c'est-à-dire sans que les microcapsules soient en suspension dans une phase aqueuse. En conséquence, dans un autre aspect, la présente invention concerne une composition herbicide comprenant des microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule d'un polymère condensé poreux, où les  
15 microcapsules contiennent du fluroxypyr et un solvant comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine.

Des détails des microcapsules et leur composition sont tels que précédemment décrits.

20

La formulation de cet aspect de l'invention, en utilisation, est typiquement mélangée avec de l'eau au niveau de dilution requis pour former une suspension de microcapsules dans une phase aqueuse, qui peut ensuite être utilisée et appliquée d'une manière connue, comme décrit ci-dessus.

25

Les formulations de la présente invention peuvent être préparées d'une manière analogue à la préparation de formulations de microencapsulation connues. En général, les réactifs formant le polymère des parois des microcapsules sont dispersés entre une

phase liquide organique et une phase liquide aqueuse, de sorte que la polymérisation se produise à l'interface entre les deux phases. Par exemple, dans le cas de microcapsules formées à partir de polyurée, l'isocyanate est dispersé dans le système solvant rosine, conjointement avec la substance active fluroxypyr, tandis que l'amine est  
5 dispersée dans la phase aqueuse. Les deux phases sont ensuite mélangées, pour permettre que le polymère se forme à l'interface.

Dans un autre aspect, la présente invention concerne un procédé pour préparer une composition herbicide, le procédé comprenant les étapes de :

10 production d'une phase non miscible avec l'eau comprenant du fluroxypyr et un isocyanate dissous dans un système solvant rosine comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine ;

production d'une phase aqueuse comprenant un ou plusieurs tensioactifs ;

15 combinaison de la phase non miscible avec l'eau et de la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse ;

ajout à la dispersion résultante d'une amine, de manière à former des microcapsules de polyurée contenant des gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau ; et

durcissement des microcapsules.

20

Le procédé comprend la combinaison d'une phase non miscible avec l'eau et d'une phase aqueuse. Celle-ci est conduite dans des conditions, telles que sous agitation, pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse. L'amine est de préférence ajoutée à la dispersion résultante sous la forme  
25 d'une solution aqueuse, de manière à initier la réaction de polymérisation.

La phase aqueuse contient au moins un tensioactif ou émulsifiant, pour faciliter la formation de la dispersion de la phase immiscible avec l'eau dans la phase aqueuse.

D'autres composants requis pour conférer les propriétés souhaitées à la composition finale, comme indiqué ci-dessus, peuvent être inclus dans la phase aqueuse.

Les microcapsules sont formées par des réactions de polymérisation interfaciale  
5 entre l'isocyanate et l'amine. De préférence, on laisse la réaction de polymérisation se poursuivre tandis que la dispersion est agitée. Les microcapsules une fois formées sont durcies, de préférence par chauffage, pour durcir les parois de polymère des microcapsules. Le durcissement se produit typiquement à une température de 30 à 60 °C, plus préférentiellement de 40 à 50 °C, pendant une durée adaptée, typiquement de  
10 1 à 5 heures, plus typiquement d'environ 2 à 4 heures.

La composition résultante est de préférence ensuite filtrée, après refroidissement, pour produire une suspension des microcapsules dans la phase aqueuse. Le produit résultant est une formulation CS de fluroxypyr adaptée pour utilisation et application  
15 comme décrit ci-dessus, en particulier par dilution avec de l'eau et application par pulvérisation. S'il est nécessaire de préparer des microcapsules sèches, la composition résultante est soumise à une étape de séchage, pour éliminer la phase aqueuse. Toutes les techniques de séchage adaptées peuvent être utilisées, le séchage par pulvérisation étant particulièrement efficace.

20

La composition peut être préparée avec des microcapsules formées d'autres polymères, comme indiqué précédemment, en utilisant les réactifs de formation de paroi appropriés d'une manière analogue à la procédure ci-dessus.

25 Dans un autre aspect, la présente invention concerne l'utilisation d'une formulation de fluroxypyr comme précédemment décrit dans le contrôle de croissance de plante.



Dans un autre aspect supplémentaire, la présente invention concerne un procédé de contrôle de croissance de plante à un locus, le procédé comprenant l'application sur le locus d'une formulation de fluroxypyr microencapsulé comme précédemment décrite.

5 Des modes de réalisation de la présente invention sont décrits ci-dessous, à titre d'illustration uniquement, au moyen des exemples suivants.

## **Exemple 1**

### **Préparation d'une formulation de fluroxypyr microencapsulé**

10

Une phase non miscible avec l'eau et une phase aqueuse sont préparées, qui ont les compositions suivantes (les quantités des composants exprimées en % en poids de la composition finale) :

15

#### Phase non miscible avec l'eau

Fluroxypyr 50,0

PAPI (ex. Dow Chemicals) 3,50

Ester méthylique de rosine hydrogénée 20,0

20

#### Phase aqueuse

Atlox 4913

(tensioactif ; ex. Croda International) 0,6

25

Acide citrique 0,14

Triéthylamine (catalyseur, émulsion à 20 %) 0,25

Eau 25,51

Les PAPI, fluroxypyr et dérivé de rosine ont été combinés sous agitation pour former un mélange liquide uniforme non miscible avec l'eau. Une solution d'Atlox 4913 dans de l'eau a été chauffée dans une cuve de mélangeur Warning à environ 50 °C. La solution a été agitée tandis que le mélange liquide non miscible avec l'eau était  
5 lentement ajouté, pour former une émulsion uniforme de la phase non miscible avec l'eau dispersée uniformément dans la phase aqueuse continue. La solution aqueuse de triéthylamine a été ajoutée lentement, après quoi une polymérisation interfaciale s'est produite, produisant des microcapsules ayant une taille de particule de 1 à 30 microns. Une fois la réaction de polymérisation terminée, la composition résultante a été durcie  
10 par chauffage à 50 °C pendant 2 heures. Le produit résultant a été refroidi et filtré, pour obtenir une formulation CS de fluroxypyr microencapsulé adaptée pour l'agriculture.

Le produit résultant a été soumis à des essais de dispersibilité et de suspensibilité des microcapsules, et de résidu de tamisage humide. Il a été observé que la formulation  
15 a une suspensibilité de plus de 90 %, une dispersibilité de plus de 90 % et un résidu de tamisage humide de moins de 0,1 %. Les résultats montrent que les formulations de la présente invention, en utilisant un système solvant rosine pour la substance active fluroxypyr, présentent des propriétés significativement améliorées par rapport aux formulations de l'art antérieur.

20

## REVENDEICATIONS

1. Composition herbicide comprenant une suspension aqueuse de microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule en polymère condensé poreux, les  
5 microcapsules contenant une solution de fluroxypyr dans un système solvant rosine comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine.

2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle du fluroxypyr est présent dans la composition en une quantité d'au moins 20 % en poids ou dans laquelle du  
10 fluroxypyr est présent dans la composition en une quantité d'au moins 50 % en poids.

3. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le système solvant rosine est constitué essentiellement de rosine et/ou d'un dérivé de rosine ou dans laquelle le système solvant rosine comprend un dérivé de  
15 rosine choisi parmi la rosine hydrogénée, la rosine polymérisée, des esters de rosine ou de rosine hydrogénée, en particulier des esters méthyliques de rosine ou de rosine hydrogénée, des esters de glycérol de rosine ou de rosine hydrogénée, des esters de triéthylèneglycol de rosine ou de rosine hydrogénée et des esters de pentaérythritol de rosine ou de rosine hydrogénée.

20

4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,

- dans laquelle le rapport en poids du fluroxypyr au solvant rosine est de 1:10 à 10:1, plus préférablement de 1:5 à 5:1, encore plus préférablement de 2:5 à 5:2 ;  
ou
- 25 • dans laquelle la phase liquide dans les microcapsules contient au moins 20 % en poids de fluroxypyr, plus préférablement au moins 30 %, encore plus préférablement au moins 50 % en poids de fluroxypyr ; ou
- dans laquelle du fluroxypyr est présent dans la phase liquide encapsulée en

une quantité de 1 % à 95 % en poids, plus préférablement de 1 % à 90 %, encore plus préférablement de 5 % à 90 % en poids ; ou

- dans laquelle la rosine et/ou le dérivé de rosine est présent dans le liquide dans les microcapsules en une quantité d'au moins 10 % en poids, plus préférablement au moins 20 % en poids, encore plus préférablement au moins 30 % en poids.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle les parois des microcapsules sont formées d'un polymère condensé poreux d'un ou plusieurs composés choisis parmi polyurée, polyamide et copolymère amide-urée.

6. Composition selon la revendication 5, dans laquelle les parois des microcapsules sont formées d'une polyurée formée par la polymérisation interfaciale

- d'un isocyanate, notamment choisi parmi des isocyanates de polyméthylène polyphényle (PMPPI), l'isocyanate de diphenylméthylène (MDI), le polymère d'isocyanate de diphenylméthylène (PADI), et le diisocyanate de toluène (TDI), et
- d'une amine, notamment choisie parmi l'éthylènediamine (EDA), la diéthyltriamine (DETA), la triéthylènetétramine (TETA), la 1,6-hexamine (HAD), et la triéthylamine (TEA).

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,

- dans laquelle les microcapsules ont une taille de particule comprise dans la plage de 0,5 à 60 microns, plus préférablement de 1 à 60 microns, encore plus préférablement de 1 à 50 microns, encore plus préférablement de 1 à 40 microns, encore plus préférablement de 1 à 30 microns ; ou
- dans laquelle le polymère est présent dans les microcapsules en une quantité

de 2 à 25 % en poids des microcapsules, plus préférablement de 3 à 20 %, encore plus préférablement de 5 à 15 % en poids, encore plus préférablement de 5 à 12 % en poids ; ou

- 5 • dans laquelle la phase aqueuse comprend un ou plusieurs tensioactifs, stabilisants, modificateurs de viscosité, ou colloïdes protecteurs ; ou
- dans laquelle la phase aqueuse comprend de 15 à 50 % en poids de la formulation, plus préférablement de 20 à 40 %, encore plus préférablement de 25 à 30 %.

10 8. Composition herbicide comprenant des microcapsules, les microcapsules ayant une paroi de capsule en polymère condensé poreux, les microcapsules contenant du fluroxypyr et un solvant comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine.

15 9. Procédé pour préparer une composition herbicide, le procédé comprenant les étapes de :

- production d'une phase non miscible avec l'eau comprenant du fluroxypyr et un isocyanate dissous dans un système solvant rosine comprenant de la rosine et/ou un dérivé de rosine ;
- production d'une phase aqueuse comprenant un ou plusieurs tensioactifs ;
- 20 • combinaison de la phase non miscible avec l'eau et de la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse ;
- ajout à la dispersion résultante d'une amine, de manière à former des microcapsules de polyurée contenant des gouttelettes de la phase non miscible
- 25 avec l'eau ; et
- durcissement des microcapsules ; et éventuellement
- séchage de la composition résultante pour éliminer la phase aqueuse.