



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 34534 B1**
- (51) Cl. internationale : **A01N 25/28; A01N 25/02;
A01N 43/40; A01N 47/36;
A01P 13/00**
- (43) Date de publication : **02.09.2013**
-
- (21) N° Dépôt : **35749**
- (22) Date de Dépôt : **18.03.2013**
- (30) Données de Priorité : **17.08.2010 GB 1013782.6**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/CN2011/078474 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 des microcapsules contenant une solution d'au moins un composé actif du point de vue herbicide qui est solide à température ambiante et qui a un point de fusion inférieur à 190°C, ledit composé actif de point de vue herbicide étant autre qu'une sulfonurylée, de préférence le fluroxypyr, dans un système solvant à base d'ester de polyol ; les microcapsules étant en suspension dans une phase continue d'un système solvant à base de polyol comprenant des particules finement divisées d'une ou plusieurs sulfonurylées en suspension dans celui-ci. L'invention porte également sur un procédé pour la préparation de la composition comprenant les étapes consistant à i) utiliser une phase liquide non miscible avec l'eau comprenant un ester de polyol, un composé actif qui est solide à température ambiante et qui a un point de fusion inférieur à 190°C et un premier composant formant une enveloppe ; ii) utiliser une phase aqueuse comprenant de l'eau et, éventuellement, un ou plusieurs agents tensioactifs ; iii) combiner la phase non miscible avec l'eau avec la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse continue ; iv) ajouter un second composant formant une enveloppe au mélange ainsi

obtenu, ce qui provoque la polymérisation interfaciale des premier et second composants formant une enveloppe et encapsule de cette manière les gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau ; v) utiliser une suspension d'une sulfonurée dans un ester de polyol, éventuellement avec un ou plusieurs dispersants ; et vi) combiner la composition préparée dans l'étape (iv) avec la composition préparée dans l'étape (v).

ABRÉGÉ

5

COMPOSITIONS HERBICIDES

La présente invention concerne une composition herbicide comprenant des microcapsules contenant une solution d'au moins un composé herbicide actif (autre
10 qu'une sulfonilurée) qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, de préférence le fluroxypyr, dans un système solvant ester de polyol ; les microcapsules étant en suspension dans une phase continue d'un système de solvant de polyol dans lequel des particules finement divisées d'une ou plusieurs sulfonilurées sont en suspension.

15 L'invention concerne aussi un procédé pour produire cette composition en l'utilisation de cette composition pour contrôler 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 pyridinoxyacides, en particulier le fluroxypyr, et des sulfonylurées. L'invention concerne en outre 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.

Les sulfonylurées (également appelées « sulfonamides » et appelées « SU », ces termes étant utilisés dans la présente description) sont une autre classe d'herbicides ayant une activité biologique différente du fluroxypyr.

Étant donné que le fluroxypyr et les SU sont chimiquement et biologiquement différents, et encore plus important, différents sur le plan physico-chimique (ayant des propriétés de solubilité, pression de vapeur, point de fusion, etc., différents), la formulation des deux classes de composés conjointement dans une composition unique, efficace est un défi. Des produits commercialisés combinant du fluroxypyr et des SU sont connus. En particulier, il est connu la production d'un produit à deux composants contenant des granules dispersibles dans l'eau d'un ou plusieurs SU, en

particulier le thifensulfuron méthyle et le tribénuron méthyle, conjointement avec une formulation de concentré émulsifiable de fluroxypyr dissous dans des distillats de pétrole.

5 La possibilité de combiner les deux classes des herbicides mentionnés ci-dessus dans une formulation de produit unique a le potentiel pour présenter des avantages significatifs par rapport aux combinaisons connues, en particulier dans le domaine de formulations pour le traitement de cultures céréalières. En conséquence, il serait particulièrement avantageux qu'une formulation herbicide unique des deux
10 classes générales de composés mentionnées ci-dessus puisse être produite.

WO 2009/152827 décrit une formulation de suspo-émulsion de certains SU avec du fluroxypyr. Cette formulation présente l'avantage de combiner le spectre d'activité des SU avec celui du fluroxypyr. La suspo-émulsion est formée par mise en
15 suspension d'une ou plusieurs sulfonylurées dans une huile et formation d'une émulsion concentrée de fluroxypyr dissous dans l'huile.

EP 1844653 décrit une formulation agrochimique contenant une suspension de microcapsules dans une phase aqueuse, la formulation étant caractérisée en ce que
20 la substance active fluroxypyr est retenue dans les microcapsules et une ou plusieurs sulfonylurées sont présentes à l'extérieur des microcapsules. Pour l'incorporation des sulfonylurées et du fluroxypyr microencapsulé dans la même formulation, les sulfonylurées sont broyées pour former une suspension aqueuse concentrée (SC). La suspension de fluroxypyr encapsulé est ajoutée à la suspension concentrée des SU,
25 pour obtenir une formulation appelée ZC, dans laquelle des suspensions de fluroxypyr microencapsulé et de sulfonylurées broyées sont présentes dans la phase liquide. La formulation de ZC est ensuite séchée par pulvérisation à une température élevée (au-dessous du point de fusion de fluroxypyr, 57,5 °C) pour obtenir une

formulation dispersible dans de l'eau (WG (CS)).

Il existe un besoin d'une formulation améliorée combinant du fluroxypyr et une ou plusieurs sulfonyleurées. Il a désormais été découvert la production d'une formulation ZC améliorée de fluroxypyr ou d'autres composés similaires en combinaison avec une ou plusieurs sulfonyleurées, ayant des propriétés améliorées, en particulier une stabilité améliorée, la facilité de fabrication et un faible résidu de tamisage humide. La formulation ZC est particulièrement utile dans le traitement d'une croissance de plante indésirable dans des cultures céréalières.

10

Selon un premier aspect de la présente invention, il est décrit une composition herbicide comprenant des microcapsules contenant une solution d'au moins un composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et possède un point de fusion au-dessous de 190 °C, ledit composé herbicide actif étant autre qu'une sulfonyleurée, dans un système solvant ester de polyol ; les microcapsules étant en suspension dans une phase continue d'un système solvant ester de polyol dans lequel des particules finement divisées d'une ou plusieurs sulfonyleurées sont en suspension.

15

Il a été observé de manière inattendue que l'utilisation à la fois d'un système solvant ester de polyol dans les microcapsules en tant que solvant pour un composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et qui possède un point de fusion inférieur à 190 °C, tel que le fluroxypyr, et d'un système solvant ester de polyol pour la suspension des microcapsules et des une ou plusieurs sulfonyleurées finement divisées présente des avantages significatifs. En particulier, il a été observé que le composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, tel que le fluroxypyr, est mieux retenu dans les microcapsules, ce qui conduit à un résidu de tamisage humide de fluroxypyr qui est significativement

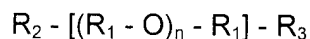
20

25

plus faible que pour les formulations de l'art antérieur. De plus, il a été observé que les substances actives non encapsulées, en particulier les une ou plusieurs sulfonylurées, sont sensiblement invisibles à l'œil nu dans la formulation. De plus, il a été observé que les formulations présentent une stabilité améliorée par rapport à des formulations connues des substances actives mentionnées ci-dessus.

Le système solvant ester de polyol présent dans les microcapsules et contenant un composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, tel que le fluroxypyr, peut être identique ou différent du système solvant ester de polyol dans lequel les microcapsules et les sulfonylurées finement divisées sont mises en suspension. De préférence, le système solvant ester de polyol dans les microcapsules est identique à celui de la phase continue dans laquelle les microcapsules sont mises en suspension.

Les références dans ce document à un système solvant ester de polyol concernent un solvant contenant un ou plusieurs esters de polyol. Le système solvant ester de polyol peut comprendre d'autres solvants. Plus préférablement, le système solvant ester de polyol est constitué essentiellement d'un ou plusieurs esters de polyol. Des esters de polyol pour utilisation dans la formulation de la présente invention sont connus dans l'art et sont commercialisés. De préférence, les esters de polyol (alcools polyhydriques) ont la formule générale suivante :



dans laquelle

R_1 est un groupe alkyle à chaîne linéaire ou à chaîne ramifiée ;

R_2 est un groupe ester d'alkyle à chaîne linéaire ou à chaîne ramifiée, de préférence avec un groupe alkyle en C_1-C_6 , un groupe ester de phényle, un alkyle contenant un hydroxyle, de préférence avec un groupe alkyle en C_1-C_6 ou un groupe

phényle contenant un hydroxyle ; un alkyle polyhydrique de préférence avec un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe phényle polyhydrique ;

R₃ est un groupe ester d'alkyle à chaîne linéaire ou à chaîne ramifiée, de préférence avec un groupe alkyle en C₁-C₆, un groupe ester de phényle, un alkyle
5 contenant un hydroxyle de préférence avec un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe phényle contenant un hydroxyle ; un alkyle polyhydrique de préférence avec un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe phényle polyhydrique ;

et n est un entier, de préférence et un entier de 0 à 20, plus préférablement de 0 à 10.

10 Dans cette formule, au moins l'un des groupes R₂ et R₃ est un groupe ester, et les deux groupes R₂ et R₃ peuvent être simultanément un groupe ester.

Des exemples d'esters de polyol adaptés comprennent le dibenzoate de dipropylèneglycol, le dibenzoate de diéthylèneglycol, le diacétate d'éthylèneglycol, le
15 diacétate de diéthylèneglycol, le diacétate de triéthylèneglycol, le stéarate de pentaérythritol, le distéarate de polyéthylène-glycol 400, le distéarate de polyéthylène-glycol 6000, le triacétate de glycérol, le diacétate de glycol.

Comme indiqué ci-dessus, les microcapsules contiennent une solution d'un
20 composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, à condition que lesdits composés ne soient pas des sulfonilurées. Il a été observé que les herbicides pyridinoxyacides sont particulièrement adaptés pour microencapsulation et formulation selon la présente invention, le fluroxypyr étant une substance active particulièrement préférée. Les
25 formulations de la présente invention seront décrites plus avant en termes généraux en référence au fluroxypyr en tant que substance active microencapsulée. Cependant, il doit être entendu que les références ci-après au fluroxypyr incluent référence à d'autres composés herbicides actifs qui sont solides à température ambiante, ont un

OP1311-58-0680

point de fusion au-dessous de 190 °C, et sont solubles en quantités suffisantes dans un système solvant ester de polyol, de manière à leur permettre d'être formulés selon la présente invention.

5 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 dans les microcapsules. En variante, une ou plusieurs autres substances actives peuvent être
10 présentes dans les microcapsules de la formulation.

La formulation peut comprendre du fluroxypyr en toute quantité adaptée pour 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
15 quantité d'au moins 10 % en poids, plus préférablement au moins 15 %, encore plus préférablement au moins 20 %.

Les microcapsules peuvent contenir une solution constituée essentiellement d'un ou plusieurs esters de polyol et de fluoroxypyr. D'autres composants peuvent
20 être inclus dans le système de solvant, comme requis. 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
25 dans les microcapsules. Comme décrit de manière plus détaillée ci-dessous, la préparation de la formulation peut nécessiter le chauffage de la 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 présent en toute quantité adaptée pour réduire ou prévenir l'oxydation de la substance active et

5 maintenir sa stabilité. La quantité d'antioxydant peut être dans la plage de 0,005 à 1,0 % du poids des microcapsules, plus préférentiellement de 0,01 à 0,05 % en poids.

La taille des microcapsules peut être contrôlée par plusieurs facteurs dans la préparation de la composition de cette invention. En particulier, la taille des

10 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 peut influencer la taille des microcapsules formées dans la composition, des

15 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 séquencé peuvent être utilisés, en particulier ceux composés de polyglycol, par exemple le polypropylèneglycol, et des poly(acides gras) hydroxylés.

20 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 préférentiellement d'environ 5 à 25 % en poids des microcapsules.

25 Le système solvant 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'acétylènegcarbamide 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 (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.

Le système solvant ester de polyol dans les microcapsules contient le solvant, en particulier un ou plusieurs esters de polyol, en quantité suffisante pour dissoudre la quantité de fluroxypyr requise. De préférence, le rapport en poids du fluroxypyr au solvant ester de polyol est de 1:10 à 10:1, plus préférablement de 1:5 à 5:1, encore plus préférablement de 3:1 à 1:3. Un rapport d'environ 2:1 a été observé comme étant particulièrement adapté.

La phase liquide dans les microcapsules contient de préférence au moins 20 % en poids de fluroxypyr, plus préférablement au moins 40 %, encore plus préférablement au moins 60 % 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.

Le solvant ester de polyol 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 ester de polyol 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
5 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
10 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
15 avec une amine. Des isocyanates adaptés pour former les polyurées sont connus dans l'art et sont commercialisés, et comprennent à la fois des isocyanates aromatiques et des isocyanates aliphatiques, par exemple des isocyanates de polyméthylène polyphényle (PMPPI), l'isocyanate de diphenylméthylène (MDI), le polymère de l'isocyanate de diphenylméthylène (PADI), et le diisocyanate de toluène
20 (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, et comprennent l'éthylènediamine (EDA), la diéthyltriamine (DETA), la triéthylènetétramine (TETA), la 1,6-hexamine (HAD), et la triéthylamine (TEA).

25 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 préférentiellement 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.

5 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
10 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 un système solvant ester de polyol. Les détails du système solvant ester de polyol formant la phase
15 continue de la formulation sont comme précédemment décrits en ce qui concerne la composition liquide retenue dans les microcapsules. Les un ou plusieurs esters de polyol présents dans la phase continue peuvent être les mêmes que ceux présents dans les microcapsules ou peuvent être différents. De préférence, les mêmes un ou plusieurs esters de polyol sont présents dans la phase continue et dans les
20 microcapsules. Si plusieurs esters de polyol sont présents, ils sont de préférence présents dans les mêmes quantités relatives à la fois dans les microcapsules et dans la phase continue.

La phase continue comprend un ou plusieurs esters de polyol, conjointement
25 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 et des particules de sulfonilurée. Des composants adaptés pour inclusion dans la phase continue 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 des particules de sulfonylurée, et incluent un ou plusieurs tensioactifs, stabilisants, émulsifiants, modificateurs de viscosité, colloïdes protecteurs, et similaire.

5

La phase continue peut constituer toute quantité adaptée de la formulation, à condition que les microcapsules et les particules de sulfonylurée soient correctement dispersées et maintenues en suspension. Typiquement, la phase continue comprend de 5 à 50 % en poids de la formulation, plus préférablement de 10 à 40 %, encore plus préférablement de 15 à 30 %.

10

La quantité totale d'ester de polyol dans la composition de la présente invention, qui est la somme de l'ester à l'intérieur des microcapsules et dans la phase continue entourant les microcapsules peut être dans la plage de 1 à 95 % en poids, de préférence de 1 à 90 % en poids, plus préférablement de 5 à 90 % en poids.

15

Comme indiqué ci-dessus, la phase liquide continue contient une suspension des microcapsules et particules d'une ou plusieurs sulfonylurées mentionnées ci-dessus. Des sulfonylurées herbicides actifs sont connues dans l'art et sont des composés commercialisés. La formulation de la présente invention peut contenir toute sulfonylurée adaptée. Des exemples de sulfonylurées adaptées comprennent l'amidosulfuron, l'azimsulfuron, le bensulfuron, le chlorimuron, le chlorsulfuron, le cinosulfuron, le cyclosulfamuron, l'éthametsulfuron, l'éthoxysulfuron, le falzasulfuron, le flupyrsulfuron, le foramsulfuron, l'halosulfuron, l'imazosulfuron, l'iodosulfuron, le mésosulfuron, le nicosulfuron, l'oxasulfuron, le primisulfuron, le prosulfuron, le pyrazosulfuron, le rimsulfuron, le sulfométuron, le sulfosulfuron, le thifensulfuron, le triasulfuron, le tribénuron, le trifloxysulfuron, le triflusulfuron, le tritosulfuron et des mélanges de ceux-ci.

20

25

La composition de la présente invention peut avoir tout pH adapté. De préférence, la composition est acide, plus préférablement a un pH inférieur à 6, encore plus préférablement un pH inférieur à 5.

5

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

- 10 i) production d'une phase liquide non miscible avec l'eau comprenant un ester de polyol, un composé actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, et un premier composant formant une paroi ;
- 15 ii) production d'une phase aqueuse comprenant de l'eau et, facultativement, un ou plusieurs agents tensioactifs ;
- 20 iii) combinaison de la phase non miscible avec l'eau avec la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse continue ;
- 25 iv) ajout d'un deuxième composant formant une paroi au mélange résultant, causant la polymérisation interfaciale des premier et deuxième composants formant une paroi et encapsulant ainsi les gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau ;
- v) production d'une suspension d'une sulfonylurée dans un ester de polyol, facultativement avec un ou plusieurs dispersants ; et
- vi) combinaison de la composition préparée dans l'étape (iv) avec la



composition préparée dans l'étape (v).

Dans le procédé de la présente invention, une phase liquide non miscible avec l'eau est formée, qui comprend l'ester de polyol, le composé actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, tel que le fluroxypr, un composant formant une paroi, tel qu'un isocyanate, et facultativement un ou plusieurs agents tensioactifs. Séparément, une composition aqueuse d'eau et, facultativement, d'un ou plusieurs agents tensioactifs est préparée et combinée avec la phase liquide non miscible avec l'eau dans des conditions de cisaillement, pour former une émulsion uniforme de la phase non miscible avec l'eau dispersée dans la phase aqueuse continue. Un autre matériau formant une paroi, tel qu'une amine, est ensuite ajouté au mélange résultant, sous agitation, pour former une paroi de polymère entourant les gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau dispersée, par polymérisation interfaciale. La composition résultante peut être soumise à une étape de durcissement, par exemple par chauffage de la composition, afin de durcir les parois des microcapsules. Le produit résultant peut être filtré, pour obtenir une formulation CS stable. 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 1 à 5 heures, plus typiquement d'environ 2 à 4 heures.

20

Une suspension concentrée (SC) d'une ou plusieurs sulfonylurées dans un ou plusieurs esters de polyol est formée. La composition d'ester de polyol est de préférence la même que celle utilisée pour préparer la phase non miscible avec l'eau. La composition de suspension concentrée (SC) peut être préparée d'une manière connue. Par exemple, la substance active sulfonylurée, conjointement avec un ou plusieurs dispersants et autres additifs adaptés, tels qu'un agent antigel et/ou un agent antimousse, et une quantité requise de l'ester de polyol peuvent être initialement mélangés correctement et finement broyés en utilisant un broyeur à billes

25

agité horizontal.

5 Finalement, la formulation de substance active encapsulée (CS) et la suspension concentrée de la sulfonylurée (SC) sont combinées, par exemple par mélange, pour former la composition de la présente invention, dans laquelle les microcapsules et la sulfonylurée finement divisée sont mises en suspension dans la phase continue d'un ou plusieurs esters de polyol.

10 L'eau présente dans la composition peut être éliminée. Plus préférablement, l'eau présente dans la composition est émulsifiée dans le système de solvant d'ester de polyol dans la suspension concentrée de sulfonylurée (SC) pour former une dispersion de gouttelettes d'eau dans le solvant, à l'aide d'un ou plusieurs tensioactifs présents dans la composition.

15 La composition 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.

20 Dans un autre aspect, la présente invention concerne l'utilisation d'une composition herbicide comme précédemment décrite dans le contrôle de croissance de plante.

25 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 au locus d'une composition comme précédemment décrite.

Des modes de réalisation de la présente invention sont décrits ci-après, à titre

d'illustration uniquement, au moyen des exemples suivants.

Exemple 1

5

Une composition herbicide comprenant du fluroxypyr (250 g/l) et du thifensulfuron (10 g/l) a été préparée avec la composition suivante :

Composant	Composition (%)
Atlox 4913	4,08
Acide citrique	0,05
Catalyseur (émulsion de triéthylamine à 20 %)	0,1
Eau	13,18
Sous-total	17,41
Fluroxypyr	22,23
PAPI	1,35
dibenzoate de dipropylèneglycol	10,00
Sous-total	33,58
Atlox 4913	16,77
Agent dispersant LFH	0,30

Antimousse	0,16
Urée	8,40
Thifensulfuron méthyle	0,97
dibenzoate de dipropylèneglycol	21,41
Sous-total	50,01
TOTAL	100

Les PAPI, fluroxypyr et dibenzoate de dipropylèneglycol ont été combinés sous agitation pour former un mélange liquide uniforme. 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 était lentement ajouté, pour former une émulsion uniforme de la phase non miscible avec l'eau dispersée uniformément dans la phase continue aqueuse. 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 que la réaction de polymérisation s'est terminée, la composition résultante a été durcie par chauffage à 50 °C pendant 2 heures. Le produit résultant a été refroidi et filtré, pour obtenir une formulation CS stable de fluroxypyr microencapsulé.

L'Atlox 4913, l'agent dispersant LFH, l'agent antimousse, l'urée, le thifensulfuron méthyle et le dibenzoate de dipropylèneglycol ont été combinés par mélange et finement broyés pour former une suspension concentrée (SC) de substance active thifensulfuron méthyle dans du dibenzoate de dipropylèneglycol.

Finalement, la formulation CS de fluroxypyr microencapsulé et la formulation SC de thifensulfuron méthyle ont été combinées par mélange, pour former une composition stable, avec du fluroxypyr microencapsulé et du thifensulfuron méthyle

mis en suspension dans une phase continue de dibenzoate de dipropylèneglycol.

Un essai de stabilité de conservation sur la composition finale a été effectué avec les résultats suivants :

5

La composition a été soumise à essai pour évaluer sa stabilité après conservation dans les conteneurs et aux températures indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1.

Paramètre d'essai	Initial	Verre 54 °C après conservation	Plastique 54 °C après conservation	Verre 0 °C après conservation	Plastique 0 °C après conservation
Teneur en fluroxypyr % en poids	22,3	21,4	21,8	21,45	21,77
Teneur en thifensulfuron méthyle % en poids	1,02	0,98	0,99	1,01	1,02

5

A titre de comparaison, une formulation équivalente comprenant du fluroxypyr et du thifensulfuron méthyle dans les mêmes quantités a été préparée en omettant le dibenzoate de dipropylèneglycol et en utilisant les enseignements de EP 1 844 653. La composition résultante a été soumise aux mêmes essais de stabilité de

10 conservation comme décrit ci-dessus, avec les résultats décrits dans le tableau 2.

Tableau 2.

Paramètre d'essai	Initial	Verre 54 °C après conservation	Plastique 54 °C après conservation	Verre 0 °C après conservation	Plastique 0 °C après conservation
Teneur en fluroxypyr % en poids	22,3	19,4	16,8	18,45	19,77
Teneur en thifensulfuron méthyle % en poids	1,05	0,87	0,88	0,79	0,76

5 À partir d'une comparaison des résultats dans les tableaux 1 et 2, il peut être observé que la formulation avec du dibenzoate de dipropylèneglycol selon la présente invention produit une composition ayant une stabilité de conservation significativement augmentée.

10 Les propriétés physico-chimiques de la composition de la présente invention préparée dans l'exemple 1 sont soumises à essai. Les résultats sont décrits dans le tableau 3.

Tableau 3.

Paramètre d'essai	Initial	Verre 54 °C après conservation	Plastique 54 °C après conservation	Verre 0 °C après conservation	Plastique 0 °C après conservation
Valeur de pH	4,6	4,8	4,8	4,8	4,8
Densité	1,1267	1,1245	1,1256	1,1267	1,1287
Capacité de suspension [% en poids]	91	92	91	90	91
Dispersibilité [% en poids]	99	99	99	98	98
Mouillabilité [s]	0	0	0	0	0
Mousse persistante [ml]	0	0	0	0	0

À partir des résultats présentés dans le tableau 3, il peut être observé que la composition de l'exemple 1 préparée selon la présente invention présente les propriétés avantageuses suivantes :

1. Une très bonne dispersion des microcapsules ;
2. Une compatibilité très élevée avec une SC, dans laquelle les mêmes liquides peuvent être utilisés pour formuler la substance active dans les microcapsules et dans la phase continue ;
3. Une dispersibilité très élevée ;
4. Un résidu de tamisage humide très faible ;
5. Un matériau actif sulfonurée non encapsulé pratiquement invisible ; et
6. Une stabilité de formulation élevée.

REVENDICATIONS

1. Composition herbicide comprenant des microcapsules contenant une solution d'au moins un composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, ledit composé herbicide actif étant
5 autre qu'une sulfonilurée, dans un système solvant ester de polyol ; les microcapsules étant en suspension dans une phase continue d'un système solvant ester de polyol dans lequel des particules finement divisées d'une ou plusieurs sulfonilurées sont en suspension.

10

2. Composition herbicide selon la revendication 1, dans laquelle le système solvant ester de polyol comprend un ou plusieurs esters choisis parmi le dibenzoate de dipropylèneglycol, le dibenzoate de diéthylèneglycol, le diacétate d'éthylèneglycol, le diacétate de diéthylèneglycol, le diacétate de triéthylèneglycol, le stéarate de
15 pentaérythritol, le distéarate de polyéthylène-glycol 400, le distéarate de polyéthylène-glycol 6000, le triacétate de glycérol, le diacétate de glycol.

3. Composition herbicide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le composé herbicide actif qui est solide à température
20 ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C est un herbicide pyridinoxyacide ou bien est le fluroxypyr.

4. Composition herbicide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le composé herbicide actif qui est solide à température
25 ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C est présent en une quantité d'au moins 10 % en poids, plus préférablement au moins 15 % en poids, encore plus préférablement au moins 20 % en poids.

5. Composition herbicide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le rapport en poids du composé herbicide actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C au solvant ester de polyol est de 1:10 à 10:1, plus préférablement de 1:5 à 5:1, encore plus préférablement de 3:1 à 1:3, encore plus préférablement d'environ 2:1.

6. Composition herbicide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le solvant ester de polyol 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.

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

8. Composition herbicide selon la revendication 9, 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 polyméthylènepolyphényle (PMPPI), l'isocyanate de diphenylméthylène (MDI), le polymère de l'isocyanate 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).

9. Composition herbicide selon l'une quelconque des revendications précédentes,

- 5 • 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
- 10 • 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
- 15 • dans laquelle le système solvant ester de polyol dans les microcapsules comprend les mêmes esters de polyol que la phase continue ; ou
- 20 • dans laquelle la phase continue représente de 5 à 50 % en poids de la formulation, plus préférablement de 10 à 40 %, encore plus préférablement de 15 à 30 % ; ou
- 25 • dans laquelle la quantité totale d'ester de polyol dans la composition, qui est la somme de l'ester à la fois à l'intérieur des microcapsules et dans la phase continue entourant les microcapsules, est dans la plage de 1 à 95 % en poids, de préférence de 1 à 90 % en poids, plus préférablement de 5 à 90 % en poids ; ou
- 25 • dans laquelle la sulfonilurée est choisie parmi l'amidosulfuron, l'azimsulfuron, le bensulfuron, le chlorimuron, le chlorsulfuron, le cinosulfuron, le cyclosulfamuron, l'éthametsulfuron, l'éthoxysulfuron, le falzasulfuron, le flupyrsulfuron, le foramsulfuron, l'halosulfuron, l'imazosulfuron, l'iodosulfuron, le mésosulfuron, le nicosulfuron, l'oxasulfuron, le primisulfuron, le prosulfuron, le pyrazosulfuron, le rimsulfuron, le sulfométuron, le sulfosulfuron, le thifensulfuron, le triasulfuron, le tribénuron, le trifloxysulfuron, le triflusulfuron, le

tritosulfuron et des mélanges de ceux-ci ; ou

- dans laquelle le pH est acide, de préférence inférieur à 6, plus préférablement inférieur à 5.

5 10. Procédé pour préparer une composition herbicide, le procédé comprenant les étapes de :

- 10
- i) production d'une phase liquide non miscible avec l'eau comprenant un ester de polyol, un composé actif qui est solide à température ambiante et a un point de fusion au-dessous de 190 °C, et un premier composant formant une paroi ;
- ii) production d'une phase aqueuse comprenant de l'eau et, facultativement, un ou plusieurs agents tensioactifs ;
- 15 iii) combinaison de la phase non miscible avec l'eau avec la phase aqueuse pour former une dispersion de la phase non miscible avec l'eau dans la phase aqueuse continue ;
- iv) ajout d'un deuxième composant formant une paroi au mélange résultant, causant la polymérisation interfaciale des premier et deuxième composants formant une paroi et encapsulant ainsi les gouttelettes de la phase non miscible avec l'eau ;
- 20 v) production d'une suspension d'une sulfonylurée dans un ester de polyol, facultativement avec un ou plusieurs dispersants ; et
- vi) combinaison de la composition préparée dans l'étape (iv) avec la composition préparée dans l'étape (v).