



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 348 891**

⑫ Número de solicitud: 200930159

⑬ Int. Cl.:
A01N 25/14 (2006.01)
A01N 51/00 (2006.01)
A01P 7/04 (2006.01)

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **13.05.2009**

⑯ Prioridad: **28.05.2008 JP 2008-139363**

⑰ Fecha de publicación de la solicitud: **16.12.2010**

Fecha de la concesión: **04.10.2011**

⑲ Fecha de anuncio de la concesión: **17.10.2011**

⑳ Fecha de publicación del folleto de la patente:
17.10.2011

㉑ Titular/es:
SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
27-1, Shinkawa, 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 1048260, JP

㉒ Inventor/es: **Mizutani, Motofumi y**
Hoshina, Osamu

㉓ Agente: **Ungría López, Javier**

㉔ Título: **Gránulo dispersable en agua.**

㉕ Resumen:

Gránulo dispersable en agua.

Se proporciona un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólida a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es un sólido a 20°C, que se obtiene mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

(A) cargar una sustancia en polvo que contiene al menos una de las sustancia o sustancias agroquímicas activas solubles en agua o al menos uno del vehículo o vehículos sólidos solubles en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya, y

(B) pulverizar una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, o una solución acuosa de los ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco. El gránulo dispersable en agua tiene un rendimiento excelente.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Gránulo dispersable en agua.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un gránulo dispersable en agua.

Técnica anterior

10

Se conoce un gránulo dispersable en agua como una preparación agroquímica.

Descripción de la invención

15 Un objeto de la presente invención es proporcionar un gránulo dispersable en agua obtenido por un cierto método de granulación en lecho fluidizado.

Específicamente, la presente invención proporciona:

20 [1] Un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y es sólida a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C, que puede obtenerse mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

25 (A) cargar una sustancia en polvo que contiene al menos una de la sustancia agroquímica activa soluble en agua o al menos uno del vehículo sólido soluble en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya, y

30 (B) pulverizar una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, o una solución acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco;

35 [2] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con [1], en el que la proporción de la sustancia agroquímica activa soluble en agua en el gránulo dispersable en agua es del 10 al 80% en peso, la proporción del tensioactivo en el gránulo dispersable en agua es del 3 al 20% en peso y la proporción del vehículo sólido soluble en agua en el gránulo dispersable en agua es del 10 al 80% en peso;

40 [3] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con [1] o [2], en el que la sustancia en polvo consiste en al menos uno del vehículo sólido soluble en agua y la suspensión acuosa o la solución acuosa contienen el vehículo o vehículos sólidos solubles en agua que son diferentes de la sustancia en polvo;

[4] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [3], en el que la sustancia en polvo consiste en polvos de dextrina y la suspensión acuosa o la solución acuosa contienen urea;

45 [5] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua tiene un coeficiente de reparto octanol-agua (Log Pow) de -5 a 3;

[6] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es un compuesto insecticida agonista del receptor nicotínico de acetilcolina;

50

[7] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es un compuesto insecticida neonicotinoide;

55 [8] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es clotianidina; y

[9] El gránulo dispersable en agua de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [8], en el que el tensioactivo es un sulfonato de lignina, una sal de un condensado de ácido naftaleno sulfónico y formalina o policarboxilato.

60 Modo para realizar la invención

Los ejemplos específicos de la presente invención incluyen:

65 (1) un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y es sólida a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C, que puede obtenerse mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

ES 2 348 891 B1

(A) cargar una sustancia en polvo que consiste en al menos uno del vehículo sólido soluble en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya, y

5 (B) pulverizar una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo (en el que los ingredientes incluyen el vehículo sólido soluble en agua que es diferente del vehículo sólido soluble en agua usado en la etapa (A)), o una solución acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo (incluyendo los ingredientes el vehículo sólido soluble en agua que es diferente del vehículo sólido soluble en agua usado en la etapa (A)), en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco; y

10 (2) un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólido a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C, que puede obtenerse mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

15 (A) cargar polvo de dextrina en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir el polvo de dextrina fluya, y

(B) pulverizar una solución acuosa de urea e ingredientes distintos de dextrina del gránulo dispersable en agua, o una suspensión acuosa de urea ingredientes distintos de dextrina del gránulo dispersable en agua, en el lecho fluidizado
20 bajo un flujo de aire seco.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención es un gránulo dispersable en agua que contiene al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólido a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C, que
25 puede obtenerse mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

(A) cargar una sustancia en polvo que contiene al menos una de la sustancia agroquímicas activa soluble en agua o al menos uno del vehículo sólido soluble en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya (denominada en lo sucesivo en este documento “etapa (A)”), y
30

(B) pulverizar una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo o una solución acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco (denominada en lo sucesivo en este documento “etapa (B)”).
35

La sustancia agroquímica activa soluble en agua usada en la presente invención tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y es sólida a 20°C. Preferiblemente, la sustancia agroquímica activa soluble en agua usada en la presente invención es sólida incluso a 50°C. Preferiblemente, la sustancia agroquímica activa soluble en agua usada en la presente invención tiene un coeficiente de reparto octanol-agua (LogPow) de -5 a 3.
40

Los ejemplos de la sustancia agroquímica activa soluble en agua usados en la presente invención incluyen compuestos insecticidas solubles en agua, compuestos fungicidas solubles en agua y compuestos herbicidas solubles en agua.
45

Los ejemplos del compuesto insecticida soluble en agua incluyen compuestos insecticidas agonistas del receptor nicotínico de acetilcolina. Los ejemplos de compuestos insecticidas agonistas del receptor nicotínico de acetilcolina incluyen compuestos insecticidas neonicotinoides.

50 Los ejemplos específicos del compuesto insecticida usado en la presente invención incluyen:

DMTP: solubilidad en agua 200 mg/l (25°C), LogPow 2,2;

55 Acefato: solubilidad en agua 790 g/l (20°C), LogPow -0,89;

MIPC: solubilidad en agua 270 mg/l (20°C), LogPow 2,32;

Metomilo: solubilidad en agua 57,9 g/l (25°C), LogPow 0,093;

60 Clorhidrato de cartap: solubilidad en agua 200 g/l (25°C);

Nitenpiram: solubilidad en agua >590 g/l (pH 7, 20°C), LogPow-0,66 (28°C, pH no establecido);

Acetamiprid: solubilidad en agua 4,250 mg/l (25°C), LogPow 0,8;

65 Imidacloprid: solubilidad en agua 0,61 g/l (20°C), LogPow 0,57;

Tiametoxam: solubilidad en agua 4,1 g/l (25°C), LogPow -0,13;

ES 2 348 891 B1

Clotianidina: solubilidad en agua 0,304 g/l (pH 4, 20°C), LogPow 0,7;

Dinotefurano: solubilidad en agua 39,8 g/l (20°C), LogPow -0,549;

5 Tiociclam: solubilidad en agua 16,3 g/l (pH 6,8, 20°C), LogPow -0,07 (pH no establecido);

Tiosultap-sódico: solubilidad en agua 1,335 mg/l (20°C);

Tiacloprid: solubilidad en agua 185 mg/l (20°C), LogPow 1,26; y

10 Espinosad: solubilidad en agua 235 ppm (espinosina A, pH 7, 20°C), LogPow 4,0 (espinosina A).

Entre los compuestos insecticidas usados en la presente invención, los ejemplos del compuesto insecticida agonista del receptor nicotínico de acetilcolina incluyen compuestos insecticidas neonicotinoides tales como imidacloprid, tiacloprid, clotianidina, tiametoxam, nitenpiram, dinotefurano y acetamiprid; clorhidrato de cartap, tiociclam, tiosultap y espinosad.

Los ejemplos de compuestos fungicidas usados en la presente invención incluyen:

20 Ferimzona: solubilidad en agua 208 mg/l (20°C), LogPow 2,89;

Furametpir: solubilidad en agua 200 mg/l (20°C), LogPow 2,36;

25 Metominostrobin: solubilidad en agua 0,128 g/l (20°C), LogPow 2,32;

Microbutanilo: solubilidad en agua 132 mg/l (20°C), LogPow 2,94;

Piroquilon: solubilidad en agua 4 g/l (20°C), LogPow 1,6;

30 Triciclazol: solubilidad en agua 0,596 g/l (20°C), LogPow 1,42;

Probenazol: solubilidad en agua 150 mg/l; y

35 Validamicina: solubilidad en agua 610 x 103 mg/l (20°C), LogPow -4,21.

Los ejemplos del compuesto herbicida usado en la presente invención incluyen:

40 Fluometuron: solubilidad en agua 110 mg/l (20°C), LogPow 2,38;

Metribuzin: solubilidad en agua 1,05 g/l (20°C), LogPow 1,6;

Propanilo: solubilidad en agua 130 mg/l (20°C), LogPow 3,3;

45 Imazosulfurón: solubilidad en agua 155,6 mg/l (20°C), LogPow 0,05;

Bentazona: solubilidad en agua 570 mg/l (20°C), LogPow 0,77; y

50 Tebutiurón: solubilidad en agua 2,5 g/l (20°C), LogPow 1,82.

El gránulo dispersado en agua de la presente invención puede contener una o más sustancias agroquímicas activas solubles en agua. La proporción de la sustancia agroquímica activa soluble en agua en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es normalmente del 10 al 80% en peso.

55 El tensioactivo usado en la presente invención incluye un tensioactivo no iónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo catiónico y un tensioactivo anfótero. Los ejemplos del tensioactivo usado en la presente invención incluyen tensioactivos no iónicos tales como polioxietilentalquil éter, polioxietilentalquilaril éter, polioxietilentalcolin alcohol, condensado de polioxietilentalquilfenol y formalina, éster de ácido graso de polioxietilensorbitano, éster de ácido monograso de polioxietilenglicerilo, éster de ácido monograso de polioxipropilenglicol, éster de ácido graso de polioxietilensorbitol, derivado de aceite de ricino de polioxietileno, éster de ácido graso de polioxietileno, éster de glicerina de ácido graso superior, éster de ácido graso de sorbitano, éster de ácido graso de sacarosa, polímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno, amida de ácido graso de polioxietileno, alquilolamida y polioxietilentalquilamina;

65 tensioactivos catiónicos, por ejemplo clorhidrato de alquilamina tal como clorhidrato de dodecilamina; sal de alquilamonio cuaternario tal como sal de dodeciltrimetilamonio, sal de alquildimetilbencilamonio, sal de alquilpiridinio, sal de alquilsoquinolinio y sal de dialquilmorfolinio; cloruro de bencetonio; y sal de polialquilvinilpiridinio; tensioactivos amónicos por ejemplo ácido graso sódico tal como palmitato sódico; éster de carboxilato sódico tal co-

mo polioxietilenaúril éter carboxilato sódico; condensado de aminoácido de ácido graso superior tal como lauroil sarcosina sódica y N-lauroil glutamato sódico; éster sulfonato de ácido graso superior tal como sulfonato de alquilo superior y éster sulfonato de ácido láurico; dialquilsulfosuccinato tal como dioctilsulfosuccinato; amida sulfonato de ácido graso superior tal como sulfonato de oleamida; alquilarilsulfonato tal como dodecibenceno sulfonato sódico y diisopropilnaftaleno sulfonato; condensado de formalina y alquiaril sulfonato; sulfato de alcohol superior tal como pentadecano-2-sulfato; polioxietilenaúril fosfato tal como dipolioxietilendodecil éter fosfato; y copolímero de estireno-maleato y tensioactivos anfófilos tales como N-laurilalanina, ácido N,N,N-trimetilaminopropiónico, ácido N,N,N-trihidroxietilaminopropiónico, ácido N-hexil-N,N-dimetilaminoacético, 1-(2-carboxietil)pirimidinaumbetaina y lecitina.

Para suprimir la formación de espuma cuando el gránulo dispersable en agua de la presente invención se diluye, el tensioactivo usado en la presente invención es preferiblemente un sulfonato. Los ejemplos específicos de sulfonato incluyen sulfonato de lignina, sulfonato de alquil naftaleno, una sal de condensado de ácido naftaleno sulfónico y formalina y alquil aril sulfonato. En vista de la supresión de la formación de espuma cuando el gránulo dispersable en agua de la presente invención se diluye, se prefieren particularmente una sal sódica del condensado de ácido naftaleno sulfónico y formalina, y sulfonato de lignina.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención puede contener uno o más tensioactivos. La proporción de tensioactivo en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es normalmente del 3 al 20% en peso.

El vehículo sólido soluble en agua usado en la presente invención es preferiblemente un vehículo sólido soluble en agua que puede proporcionar una dilución clara cuando el gránulo dispersable en agua de la presente invención se diluye con agua. Como se usa en este documento, la expresión "vehículo sólido soluble en agua" se refiere a un vehículo sólido que tiene una solubilidad en agua de 1 g/l o mayor a 20°C. El vehículo sólido soluble en agua usado en la presente invención tiene preferiblemente una solubilidad en agua de 10 g/l o mayor a 20°C, más preferiblemente una solubilidad en agua de 50 g/l o mayor a 20°C.

El vehículo sólido soluble en agua usado en la presente invención tiene preferiblemente un pH de 4 a 9 a una concentración de aproximadamente el 1% (p/p) a 20°C, más preferiblemente un pH de 5 a 9 a una concentración del 1% (p/p) a 20°C. Los ejemplos del vehículo sólido soluble en agua usado en la presente invención incluyen sales inorgánicas tales como sulfato de amonio cloruro sódico, cloruro potásico, dihidrogenofosfato potásico, hidrogenocarbonato sódico, tiosulfato sódico, hidrogenofosfato disódico y acetato sódico; sacáridos tales como glucosa, sacarosa, fructosa y lactosa; urea; sales de ácido orgánico y aminoácido solubles en agua y los preferidos son los sacáridos. Los ejemplos de sacáridos incluyen sacarosa, lactosa, manitol y dextrina y se prefiere la dextrina. En la presente invención, puede usarse dextrina disponible en el mercado. Los ejemplos de dextrina disponibles en el mercado incluyen Dextrina ND-S (nombre comercial; NIPPON STARCH CHEMICAL CO., LTD), Dextrina MF-30 (nombre comercial; NIPPON STARCH CHEMICAL CO., LTD), Dextrina 4C (nombre comercial; NIPPON STARCH CHEMICAL CO., LTD), Tackidex B167 (nombre comercial; ROQUETTE), y Glucidex 1 Dextrina ND-S (nombre comercial; ROQUETTE).

El gránulo dispersable en agua de la presente invención puede contener uno o más vehículos sólidos solubles en agua. La proporción del vehículo sólido soluble en agua en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es normalmente del 10 al 80% en peso.

El contenido total de la sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólido a 20°C, el tensioactivo y el vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es normalmente del 40 al 100% en peso.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención puede contener un antiséptico, un colorante, un desespumante, un aglutinante, un aromatizante, un agente secuestrante y similares.

Los ejemplos del antiséptico incluyen p-hidroxibenzoato de metilo, p-hidroxibenzoato de butilo y p-hidroxibenzoato de propilo.

Los ejemplos de colorante incluyen rodaminas tales como Rodamina B y Solar Rhodamine; y pigmentos tales como amarillo puesta de sol FCF, azul brillante FCF, amaranto y verde de cianina.

Los ejemplos del desespumante incluyen una emulsión de silicona.

Los ejemplos del aglutinante incluyen celulosas tales como metil celulosa y carboximetil celulosa sódica, alginato sódico; alcohol polivinílico; polivinil pirrolidona; y goma arábiga. Cuando se usa un aglutinante en la presente invención, el contenido del aglutinante es normalmente del 0,5 al 10% en peso del gránulo dispersable en agua de la presente invención.

Los ejemplos del aroma incluyen aromas de tipo éster tales como acetato de etilo, enantato de etilo, cinamato de etilo y acetato de isoamilo; aromas de tipo ácido orgánico tales como ácido caproico y ácido cinámico; aromas de tipo alcohol tales como alcohol cinámico, geraniol, citral y alcohol decílico, aldehídos tales como vanilina, piperonal y peril aldehído; aromas de tipo cetona tales como maltol y metil β -naftil cetona y mentol.

ES 2 348 891 B1

Los ejemplos del agente secuestrante incluyen una sal disódica de ácido etilendiaminatetraacético y una sal tetrasódica del ácido etilendiaminatetraacético.

La sustancia en polvo (denominada en lo sucesivo en este documento, en ocasiones, la sustancia en polvo de la presente invención) usada en la etapa (A) contiene al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólida a 20°C, o al menos un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C, de ingredientes del gránulo dispersable en agua de la presente invención. El diámetro de partícula medio de la sustancia en polvo de la presente invención es normalmente de 0,1 a 100 µm, preferiblemente de 0,1 a 50 µm.

La suspensión acuosa o la solución acuosa usada en la etapa (B) (denominada en lo sucesivo en este documento, en ocasiones, líquido acuoso de la presente invención) es una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo de la presente invención, o una solución acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo de la presente invención. Un ejemplo de un método de granulación en lecho fluidizado para producir el gránulo dispersable en agua de la presente invención incluye un método de granulación en lecho fluidizado que comprende usar, como la sustancia en polvo de la presente invención, una sustancia en polvo que contiene un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C (por ejemplo, dextrina) y usar, como el líquido acuoso de la presente invención, una suspensión acuosa que contiene un vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C (por ejemplo, urea) y es diferente del vehículo sólido soluble en agua contenido en la sustancia en polvo de la presente invención o una solución acuosa que contiene un vehículo sólido soluble que es sólido a 20°C (por ejemplo, urea) y es diferente del vehículo sólido soluble en agua contenido en la sustancia en polvo de la presente invención.

Cuando el líquido acuoso de la presente invención es una solución acuosa el líquido acuoso de la presente invención puede prepararse disolviendo los ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo de la presente invención, en agua.

Cuando el líquido acuoso de la presente invención es una suspensión acuosa, el líquido acuoso de la presente invención puede prepararse, por ejemplo, por los siguientes métodos.

(1) Un método de preparación que comprende ingredientes finamente molidos que deben suspenderse en agua por un método de molienda en húmedo tal como un molino de perlas y después mezclar una suspensión de los ingredientes suspendidos en agua con otros ingredientes del líquido acuoso de la presente invención.

(2) Un método de preparación que comprende moler finamente todos los ingredientes del líquido acuoso de la presente invención en agua mediante un método de molienda en húmedo.

(3) Un método de preparación que comprende ingredientes finamente molidos que podrían suspenderse por un método de molienda en seco y mezclar los ingredientes finamente molidos con un líquido acuoso que contiene otros ingredientes del líquido acuoso de la presente invención.

La concentración del líquido acuoso de la presente invención (obtenido restando el peso de los ingredientes tales como agua a retirar como resultado de la pulverización y secado del peso total del líquido acuoso de la presente invención para calcular el peso de los ingredientes restantes, y después calcular la proporción del peso de los ingredientes restantes respecto al peso total del líquido acuoso de la presente invención) no está limitada particularmente y puede ajustarse apropiadamente. La concentración del líquido acuoso de la presente invención es preferiblemente de aproximadamente el 10 al 70% en peso.

La viscosidad del líquido acuoso de la presente invención no está limitada particularmente y puede ajustarse apropiadamente. La viscosidad del líquido acuoso de la presente invención es normalmente de aproximadamente 50 a 20.000 mPa.s (20°C, viscosímetro tipo B, rotor N° 2, velocidad de rotación 6 rpm), preferiblemente de aproximadamente 300 a 5.000 mPa.s.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención consiste en un componente derivado de la sustancia en polvo de la presente invención y un componente derivado del líquido acuoso de la presente invención. Una proporción de contenido del componente derivado de la sustancia en polvo de la presente invención al componente derivado del líquido acuoso de la presente invención en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es normalmente 10:90 a 90:10 (componente derivado de la sustancia en polvo de la presente invención: componente derivado del líquido acuoso de la presente invención) en peso, preferiblemente 25:75 a 75:25 en peso.

Un método de granulación en lecho fluidizado puede realizarse usando un granulador disponible en el mercado. Los ejemplos de un granulador disponible en el mercado incluyen STREA-1 (Powrex Corporation), LAB-01 (Powrex Corporation), MP-01 (Powrex Corporation), GPCG-1 (Powrex Corporation), GX-20 (Freund Corporation), FLO-5 (Freund Corporation), GPCG-2 (Glatt), GPCG-3 (Glatt), Procell 5 (Glatt), MP-200 (Powrex Corporation), FLO-120 (Freund Corporation), GX-125 (Freund Corporation), GF20 (Glatt), y GFG 500 (Glatt).

Los ejemplos de un granulador disponible en el mercado usado para granulación en lecho fluidizado mediante un método de pulverización en seco en lecho fluidizado incluyen FGA-8 (OHKAWARA KAKOHKI CO., LTD), FSD-4 (NIRO), y FGA-20 (OHKAWARA KAKOHKI CO., LTD).

El gránulo dispersable en agua de la presente invención puede obtenerse por un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las siguientes dos etapas (A) y (B) (denominado en lo sucesivo en este documento, el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención).

5 Etapa (A) de:

cargar una sustancia en polvo que contiene al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en una sustancia o sustancias agroquímicas activas solubles en agua y el vehículo o vehículos sólidos solubles en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya.

10

Etapa (B) de:

pulverizar una suspensión acuosa o una solución acuosa que consiste en agua e ingredientes del gránulo dispersable en agua incluyendo al menos una de las sustancia agroquímica activa soluble en agua o al menos uno del vehículo sólido soluble en agua, en el que dichos ingredientes son distintos del ingrediente o ingredientes contenidos en la sustancia en polvo de la etapa (A), en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco.

15

El método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención comprende una etapa de cargar la sustancia en polvo de la presente invención en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco, es decir, en un lecho fluidizado en el que se hace fluir un gas seco; y se permite que la sustancia en polvo de la presente invención fluya (etapa (A)) y una etapa de pulverización del líquido acuoso de la presente invención (etapa (B)).

20

En el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención, la etapa (B) puede realizarse después de la etapa (A), o la etapa (A) y la etapa (B) pueden realizarse simultáneamente.

25

Los ejemplos del gas que se permite que fluya en un lecho fluidizado para el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención incluyen aire y nitrógeno gas.

30

El gas seco que se permite que fluya en un lecho fluidizado normalmente se obtiene calentando un gas. La temperatura del gas seco que se permite que fluya en un lecho fluidizado es normalmente de 40 a 200°C en la parte de entrada de gas proporcionada al lecho fluidizado. La temperatura del gas seco puede ajustarse apropiadamente dependiendo de las propiedades físicas y de calidad requeridas para el gránulo dispersable en agua de la presente invención así como las propiedades físicas tales como el punto de fusión de la sustancia en polvo de la presente invención usada en el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención. El caudal de gas seco se ajusta apropiadamente dependiendo de la fluidez de la sustancia en polvo de la presente invención y el gránulo dispersable en agua de la presente invención así como las propiedades físicas y la calidad requerida para el gránulo dispersable en agua de la presente invención.

35

No hay una limitación particular sobre una posición de pulverización del líquido acuoso de la presente invención en un lecho fluidizado siempre y cuando sea posible pulverizar el líquido acuoso de la presente invención en el lecho fluidizado. El líquido acuoso de la presente invención puede pulverizarse desde una o más posiciones.

40

El método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención puede realizarse mediante un método discontinuo o un método continuo. De acuerdo con el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención, el líquido acuoso de la presente invención puede pulverizarse en la dirección opuesta a la dirección de flujo de un gas en una parte de entrada de gas proporcionada a un lecho fluidizado, un líquido acuoso de la presente invención puede pulverizarse en la misma dirección que la dirección de flujo de un gas en una parte de entrada de gas proporcionada en un lecho fluidizado.

45

Un ejemplo del método de granulación del lecho fluidizado de la presente invención incluye un método que comprende soplar un gas hacia arriba en un lecho fluidizado desde una parte de entrada del gas proporcionado a una parte inferior del lecho fluidizado y al mismo tiempo pulverizar el líquido acuoso de la presente invención hacia arriba desde una parte inferior del lecho fluidizado. En el caso de usar un método discontinuo como el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención, la cantidad del gránulo dispersable en agua de la presente invención producido en un lote se selecciona apropiadamente dependiendo de los ingredientes del gránulo dispersable en agua de la presente invención, la clase de granulador de lecho fluidizado y similares. En el caso de usar un método continuo como el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención, la cantidad de gránulo dispersable en agua de la presente invención producido por unidad de tiempo se selecciona apropiadamente dependiendo de los ingredientes del gránulo dispersable en agua de la presente invención, la clase de un granulador de lecho fluidizado y similares. Por ejemplo, cuando el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención se realiza usando STREA-1, GPCG-3 o Procell 5, la cantidad de producción es normalmente de aproximadamente 300 g a 5 kg, preferiblemente de aproximadamente 500 g a 3 kg en el caso de un método de tipo discontinuo, y la cantidad de producción es normalmente de 1 kg a 5 kg/h, preferiblemente aproximadamente de 1,5 kg a 3,5 kg/h en el caso de un método continuo.

50

65

Una proporción cuantitativa de la sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólida a 20°C, el tensioactivo y el vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C usado en el método de granulación en lecho fluidizado en la presente invención se determina apropiadamente

dependiendo de la inclusión deseada del gránulo dispersable en agua de la presente invención. Para la inclusión del gránulo dispersable en agua de la presente invención, normalmente, se usan 100 partes en peso de la sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólida a 20°C, de aproximadamente 3 a 200 partes en peso del tensioactivo y aproximadamente de 12 a 800 partes en peso del vehículo sólido soluble en agua que es sólido a 20°C.

El método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención puede realizarse en diversas condiciones de producción ajustadas apropiadamente. El método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención normalmente se realiza de 20 a 100°C en un lecho fluidizado tras la granulación del lecho fluidizado y a una humedad relativa del 30 al 80% en un lecho fluidizado.

Los gránulos producidos por el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención como se ha descrito anteriormente pueden usarse directamente como el gránulo dispersable en agua de la presente invención. Como alternativa, los gránulos producidos por el método de granulación en lecho fluidizado de la presente invención como se ha descrito anteriormente pueden tamizarse para obtener gránulos que tienen el tamaño deseado con menor variación en el tamaño de partícula, y los gránulos obtenidos pueden usarse como el gránulo dispersable de la presente invención.

Los ejemplos del gránulo dispersable de la presente invención incluyen una preparación que tiene un alto contenido de gránulos que tienen un tamaño de 200 a 1.800 μm tamizados por tamizado en seco, una preparación que tiene una gravedad específica aparente de 0,2 a 1,0 g/ml y una preparación que tiene de 0,3 a 0,9 g/ml.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención se usa para controlar plagas o para regular el crecimiento de las plantas dependiendo de la sustancia agroquímica activa contenida en el gránulo dispersable en agua. Cuando la sustancia agroquímica activa contenida en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es un compuesto insecticida, el gránulo dispersable en agua de la presente invención puede usarse, por ejemplo como un insecticida para verduras o árboles frutales.

Por ejemplo, el gránulo dispersable en agua de la presente invención se diluye con agua y después se aplica a los cultivos, al suelo o similares con un pulverizador y demás. El gránulo dispersable en agua de la presente invención normalmente se diluye de 10 a 10.000 veces con agua, aunque la proporción de dilución varía dependiendo de la clase o cantidad de sustancia agroquímica activa contenida en el gránulo dispersable en agua de la presente invención así como de la clase de plaga en cuestión y del escenario de aplicación.

Dependiendo del vehículo sólido usado en el gránulo dispersable en agua de la presente invención, incluso cuando una dilución en agua del gránulo dispersable en agua de la presente invención se pulveriza directamente sobre árboles frutales o verduras, la superficie de las frutas y demás se manchan menos. Por lo tanto, cuando la sustancia agroquímica activa contenida en el gránulo dispersable en agua de la presente invención es un compuesto insecticida y el vehículo sólido usado es adecuado, el gránulo dispersable en agua de la presente invención es adecuado para controlar plagas que provocan problemas de alimentación de las frutas o verduras. Los ejemplos de dichos árboles frutales y verduras incluyen pera, manzana, cereza, melocotón, uva cítricos, caqui, pepino, sandía, melón, tomate y pimienta verde.

El gránulo dispersable en agua de la presente invención puede envasarse en un recipiente usado convencionalmente para envasar un gránulo o un polvo humedecible tal como una bolsa de aluminio, una bolsa de papel, un envase de papel o un frasco de polietileno. Para evitar la absorción de humedad durante el almacenamiento, se prefieren un frasco de polietileno, una bolsa de aluminio y una bolsa de papel que tienen un revestimiento de aluminio y una bolsa de plástico. Para evitar la absorción de humedad durante el almacenamiento, mejorar la seguridad y mejora la utilizabilidad tras la dilución, el gránulo dispersable en agua de la presente invención puede envasarse en un envase soluble en agua y después ponerse en el recipiente descrito anteriormente.

Ejemplos

La presente invención se describirá en detalle mediante los siguientes ejemplos a los que no está limitada la presente invención.

Ejemplo 1

48 partes en peso de clotianidina, 3 partes en peso de NEWKALGEN WG-4 (nombre comercial; lignina sulfonato sódico, TAKEMOTO OIL & FAT Co., Ltd.), 0,1 partes en peso de butilparabeno (p-hidroxibenzoato de butilo, Yoshitomi Fine Chemicals, Ltd.), 0,3 partes en peso de ANTIFOAM E-20 (nombre comercial; emulsión de silicona, Kao Corporation) y 48,6 partes en peso de agua para intercambio de iones se mezclaron y después se molieron en húmedo usando Dyno Mili KDL-1,5 (nombre comercial) para obtener una suspensión de clotianidina que tenía un diámetro medio en volumen de aproximadamente 1,6 μm (denominado, en ocasiones, en lo sucesivo en este documento la suspensión de clotianidina). A 100 partes en peso de la suspensión, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico (Solvey), 5 partes en peso de urea (BASF), 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 (nombre comercial; sal sódica del condensado de formaldehído de ácido naftalenosulfónico, TAKEMOTO OIL & FAT Co., Ltd.), seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 115,5 partes en peso

ES 2 348 891 B1

de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 33,1 partes en peso de Glucidex 1 (nombre comercial; dextrina, ROQUETT) fluyeran, se granularon y se secaron usando Procell 5 (nombre comercial; Glatt) como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 50 ml/min.

Humedad relativa en el lecho: del 40 al 60%

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 2

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido, de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 117,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 31,1 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 50 ml/min.

Humedad relativa en el lecho: del 40 al 60%

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 3

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 8,5 partes en peso de Arabicol SS (nombre comercial; goma arábica, San-ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.), seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 126,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 22,6 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2-0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

ES 2 348 891 B1

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 50 ml/min.

5 Humedad relativa en el lecho: del 40 al 60%

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 4

10

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 9 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 8,5 partes en peso de Arabicol SS, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 15 128,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 20,6 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

20 Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

25

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

30 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 50 ml/min.

Humedad relativa en el lecho: del 40 al 60%

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

35

Ejemplo 5

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguida de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 113,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos hacia un lecho en el que se permitió que 35,1 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 (nombre comercial Powrex Corporation) como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

45

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 60°C

50

Presión de pulverización; 0,6 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

55 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 l/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

60

Ejemplo 6

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 5 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 115,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 33,1 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 como un granulador de lecho

65

ES 2 348 891 B1

fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 60°C

Presión de pulverización: 0,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 ml/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 7

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 117,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 31,1 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 60°C

Presión de pulverización: 0,6 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 ml/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 8

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 8,5 partes en peso de goma arábica, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 126,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 22,6 partes en peso de Glucidex 1 fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 60°C

Presión de pulverización: 0,6 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 ml/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

ES 2 348 891 B1

Ejemplo 9

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 5 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 8,5 partes en peso de goma arábica, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 124,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 24,6 partes en peso de Dextrina MF30 (nombre comercial; dextrina, NIPPON STARCH CHEMICAL CO., LTD.) fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado; 60°C

Presión de pulverización: 0,6 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 ml/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo 10

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de Geropon SC/213 (nombre comercial; policarboxilato potásico, Rhodia), seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 110,7 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS y 32,9 partes en peso de Dextrina MF30 fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCG-3 (nombre comercial; Glatt) como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización; 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 29 a 73 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 11

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,5 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 105,7 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 32,9 partes en peso de Dextrina MF50 fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCC-3 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,5 atm.

ES 2 348 891 B1

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

5 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 49 a 69 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 12

10

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,5 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 109,2 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 29,4 partes en peso de Dextrina MF30 fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

15

20

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado; 100°C

Presión de pulverización: 2,5 atm.

25

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

30

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 51 a 73 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 13

35

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 1 partes en peso de PVP K30 (polivinil pirrolidona, BASF), seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 110,2 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 28,4 partes en peso de Dextrina MF30 fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

40

45

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,5 atm.

50

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

55

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 49 a 69 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 14

60

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,5 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 109,2 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 29,4 partes en peso de Dextrina NDS (nombre comercial; dextrina, NIPPON STAROH CHEMICAL CO., LTD.) fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCG-3 como un granulador de

65

ES 2 348 891 B1

lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2-5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 49 a 79 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 15

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 2, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 10 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,5 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 119,2 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 19,4 partes en peso de Dextrina MF30 fluyeran, se granularon y se secaron usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 31 a 63 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 16

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 7 partes en peso de urea y 0,2 partes en peso, de ANTIFOAM E-20, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 22,6 partes en peso de Glucidex 1 y 0,3 partes en peso de verde de cianina se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 115,7 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: de 90 a 95°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 15 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 54 g/min.

ES 2 348 891 B1

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 17

5 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,3 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 7 partes en peso de urea y 22,6 partes en peso de Glucidex
10 1 se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 109,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

15 Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 90°C

20 Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

25 Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 16 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 43 g/min.

30 Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 18

35 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 7 partes en peso de urea y 5 partes en peso de NEWKALGEN W3-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de 8,5 partes en peso de Arabicol SS y 22,6 partes en peso de Glucidex 1 se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 117,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho
40 a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de, clotianidina.

45 Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 95°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

50 Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 11 g/min.

55 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 43 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

60 Ejemplo 19

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico y 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de
65 8,5 partes en peso de Arabicol SS, 0,3 partes en peso de verde de cianina, 7 partes en peso de urea, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 22,6 partes en peso de Glucidex 1 se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 105,2 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de

ES 2 348 891 B1

lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 92°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 17 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 45 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 20

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de 8,5 partes en peso de Arabicol SS y 29,6 partes en peso de Glucidex 1 se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 110,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de un boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 95°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 15 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 44 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 21

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras un polvo de 38,1 partes en peso de Glucidex 1 se cargaba continuamente a un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 110,5 partes en peso, de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 95°C

Presión de pulverización: 2,0 atm

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

ES 2 348 891 B1

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 15 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 46 g/min.

5 Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 22

10 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 3,5 partes en peso de Arabicol SS, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,3 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras una mezcla en polvo de 5 partes en peso de Arabicol SS, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 22,6 partes en peso de Glucidex 1 se cargaba continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 116,0 partes en peso de la suspensión
15 de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

20 Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 98°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

25 Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 15 g/min.

30 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 54 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

35 Ejemplo 23

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 3 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,3 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador
40 con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras 35,1 partes en peso de Glucidex 1 se cargaban continuamente en un lecho y se permitió que fluyera a su interior, 113,5 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

45 Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 95°C

50 Presión de pulverización: 2-0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

55 Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 15 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 46 g/min.

60 Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo 24

65 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 3 partes en peso de Glucidex 1, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20 y 0,3 partes en peso de verde de cianina, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, mientras 35,1 partes en peso de Glucidex 1 se cargaban continuamente en un lecho y se permitió que fluyeran a su interior, 113,5 partes en peso de

ES 2 348 891 B1

la suspensión de pulverización se pulverizaron continuamente al lecho a través de una boquilla de dos fluidos, se granularon y se secaron usando Procell 5 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener el gránulo dispersable en agua de la presente invención que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 95°C

Presión de pulverización: 2,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia arriba

Velocidad de carga de polvo mixto: aproximadamente 13 g/min.

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: aproximadamente 42 g/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.800 μm .

Ejemplo Comparativo 1

48 partes en peso de clotianidina, 3 partes en peso de NEWKALGEN WG-4, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico y 35,7 partes en peso de Glucidex 1 se mezclaron y se molieron con un mortero. A 96,7 partes en peso de la mezcla en polvo, se le añadió una solución acuosa que consistía en 10 partes en peso de agua, 0,3 partes en peso de verde de cianina y 3 partes en peso de urea, seguido de amasado con un mortero. Después, la mezcla amasada se extruyó y se granuló usando un granulador de una sola cúpula (DALTON). Los gránulos obtenidos de esta manera se secaron en un lecho fluidizado a 60°C durante 30 minutos para obtener un gránulo dispersable en agua que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Ejemplo Comparativo 2

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 7 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 3,3 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 8,5 partes en peso de Arabicol SS, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después, 126,0 partes en peso de la suspensión de pulverización se pulverizaron a través de una boquilla de dos fluidos hacia un lecho en el que se permitió que 22,6 partes en peso de Argirec B22 (nombre comercial; arcilla caolinita, AGS) fluyeran, se granularon y se secaron usando STREA-1 como un granulador de lecho fluidizado. Los gránulos obtenidos de esta manera se tamizaron para obtener un gránulo dispersable en agua que contenía un 48% en peso de clotianidina.

Las condiciones de granulación y las condiciones de tamizado son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 60°C

Presión de pulverización: 0,6 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de aproximadamente 10 a 20 ml/min.

Intervalo de tamizado después de la granulación y el secado: de 300 a 1.700 μm .

Ejemplo Comparativo 3

A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 32,9 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 5 partes en peso de goma arábiga, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

ES 2 348 891 B1

Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

5 Presión de pulverización: 3,0 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

10 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 30 a 44 g/min.

Ejemplo Comparativo 4

15 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 37,9 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

Las condiciones de granulación son las siguientes.

25 Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: de 3,0 a 2,5 atm.

30 Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 29 a 70 g/min.

35 Ejemplo Comparativo 5

40 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 26,7 partes en peso de dihidrogenofosfato potásico (PRAYON), 16,2 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

45 Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

50 Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

55 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 28 a 50 g/min.

Ejemplo Comparativo 6

60 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 29,7 partes en peso de dihidrogenofosfato potásico 16,2 partes en peso de urea, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 2 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

Las condiciones de granulación son las siguientes.

ES 2 348 891 B1

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: de 2,5 a 2,0 atm.

5 Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

10 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 28 a 63 g/min.

Ejemplo Comparativo 7

15 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 37,9 partes en peso de Dextrina NDS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina y 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

20 Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

25 Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

30 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 32 a 70 g/min.

Ejemplo Comparativo 8

35 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 33,4 partes en peso de Dextrina NDS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2 y 5 partes en peso de Arabicol SS, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

Las condiciones de granulación son las siguientes.

45 Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

50 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 32 a 57 g/min.

55 Ejemplo Comparativo 9

60 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 5 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 33,4 partes en peso de Dextrina NDS, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 5 partes en peso de Geropon SC/213 y 5 partes en peso de Arabicol SS, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

65 Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

ES 2 348 891 B1

Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

5 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 24 a 51 g/min.

10 Ejemplo Comparativo 10

15 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 15 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de Gerocon SC/213, 5 partes en peso de Arabicol SS y 22,9 partes en peso de Borresperse NA (lignina sulfonato sódico, Borregaard), seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

20 Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

25 Presión de pulverización: de 1,3 a 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

30 Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 31 a 36 g/min.

Ejemplo Comparativo 11

35 A 100 partes en peso de la suspensión de clotianidina descrita en el Ejemplo 1, se le añadieron 15 partes en peso de hidrogenocarbonato sódico, 0,2 partes en peso de ANTIFOAM E-20, 0,5 partes en peso de verde de cianina, 5 partes en peso de NEWKALGEN WG-2, 10 partes en peso de Arabicol SS y 17,9 partes en peso de Borresperse NA, seguido de agitación y mezclando bien usando un agitador con propulsor para obtener una suspensión de pulverización. Después la suspensión de pulverización se pulverizó y se granuló usando GPCG-3 como un granulador de lecho fluidizado. Sin embargo, ocurrió craqueo en el lecho y, por lo tanto, no pudo obtenerse un gránulo dispersable en agua.

40 Las condiciones de granulación son las siguientes.

Temperatura del aire caliente suministrado: 100°C

45 Presión de pulverización: 2,5 atm.

Dirección de soplado del aire caliente: dirección hacia arriba

50 Dirección de pulverización: dirección hacia abajo

Velocidad de suministro de la suspensión mixta: de 32 a 57 g/min.

55 En los Ejemplos y Ejemplos Comparativos, el verde de cianina (pigmento) estaba disponible en el mercado en Mitsui BASF Dyes Limited, Miike Dyes Works Ltd., o KASEIHIN SHOJI CO., LTD.

60

65

TABLA 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Hidrogenocarbonato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea	5,0	7,0	7,0	9,0	3,0
Arabiccol SS			8,5	8,5	
Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Glucidex 1	33,1	31,1	22,6	20,6	35,1
Dextrina MF30					
Granulador	Procell 5	Procell 5	Procell 5	Procell 5	STREA 1

TABLA 2

	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0
Hidrogenocarbonato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea	5,0	7,0	7,0	5,0
Arabiccol SS			8,5	8,5
Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,3	0,3	0,3	0,3
Glucidex 1	33,1	31,1	22,6	
Dextrina MF30				24,6
Granulador	STREA 1	STREA 1	STREA 1	STREA 1

TABLA 3

	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14
Clotianidina	48,0	48,0	51,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2		5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Geropon SC-213	5,0				
Hidrogenocarbonato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea					
Arabiccol SS	5,0	5,0	8,5	8,5	8,5
PVP K30				1,0	
Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Glucidex 1					
Dextrina MF30	32,9	32,9	29,4	28,4	
Dextrina NDS					29,4
Granulador	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3

TABLA 4

	Ejemplo 15	Ejemplo 16	Ejemplo 17	Ejemplo 18
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0
Geropon SC-213				
Hidrogenocarbonato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea	10,0	7,0	7,0	7,0
Arabiccol SS	8,5	8,5	8,5	8,5
PVP K30				

ES 2 348 891 B1

Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,5	0,3	0,3	0,3
Glucidex 1		22,6	22,6	22,6
Dextrina MF30	19,4			
Dextrina NDS				
Granulador	GPCG-3	Procell 5	Procell 5	Procell 5

TABLA 5

	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Hidrogenocarbonato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea	7,0			7,0	3,0	
Arabiccol SS	8,5	8,5		8,5		
Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Glucidex 1	22,6	29,6	38,1	22,6	35,1	38,1
Granulador	Procell 5	Procell 5	Procell 5	Procell 5	Procell 5	Procell 5

ES 2 348 891 B1

TABLA 6

	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Comparativo 5
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Geropon SC-213					
Hidrogenocarb- nato sódico	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Urea	3,0	7,0	32,9	37,9	16,2
Dihidrogenofos- fato potásico					26,7
Arabiccol SS		8,5	5,0		
Butil parabeno		0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20		0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,3	0,3	0,5	0,5	0,5
Glucidex 1	35,7				
Dextrina NDS					
Argirec B22		22,6			
Método de granulación	extrusión	lecho fluidizado	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3

TABLA 7

	Ejemplo Comparativo 6	Ejemplo Comparativo 7	Ejemplo Comparativo 8	Ejemplo Comparativo 9
Clotianidina	48,0	48,0	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2	2,0	5,0	5,0	

	Ejemplo Comparativo 6	Ejemplo Comparativo 7	Ejemplo Comparativo 8	Ejemplo Comparativo 9
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0	3,0	3,0
Geropon SC-213				5,0
Hidrogenocarbonato sódico		5,0	5,0	5,0
Urea	16,2			
Dihidrogenofosfato potásico	29,7			
Arabiccol SS			5,0	5,0
Butil parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1
Antiespumante E-20	0,5	0,5	0,5	0,5
Verde de Cianina	0,5	0,5		
Glucidex 1				
Dextrina NDS		37,9	33,4	33,4
Argirec B22				
Método de granulación	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3	GPCG-3

TABLA 8

	Ejemplo Comparativo 10	Ejemplo Comparativo 11
Clotianidina	48,0	48,0
NEWKALGEN WG-2		5,0
NEWKALGEN WG-4	3,0	3,0
Geropon SC-213	5,0	
Borresperse NA	22,9	17,9
Reax 85		
Hidrogenocarbonato sódico	15,0	15,0
Sulfato de amonio		
Arabiccol SS	5,0	10,0

	Butil parabeno	0,1	0,1
5	Antiespumante E-20	0,5	0,5
	Verde de Cianina	0,5	0,5
	Argirec B22		
10	Método de granulación	GPCG-3	GPCG-3

Ejemplo de Ensayo 1

Medición de la Disgregación en Agua

En un cilindro de medición con tapón de 250 ml lleno con agua dura que tenía una dureza de agua de 3 grados, se añadieron 0,0625 g de un gránulo dispersable en agua de ensayo (dilución de 4.000 veces). El cilindro se invirtió durante 2 segundos/una vez y la inversión se repitió hasta que el gránulo dispersable en agua se disolvió completamente. El número de veces que se repitió la inversión se contó (denominado en lo sucesivo en este documento “el número de inversión”). El número de inversión de 5 o menor se consideró una disgregación “excelente”. El número de inversión de 6 a 10 se consideró una disgregación “buena”. El número de inversión de 11 a 15 se consideró una disgregación “ordinaria”. El número de inversión de 16 o mayor se consideró una disgregación “pobre”. Los resultados se muestran en la Tabla 9 a la Tabla 14.

(Tabla pasa a página siguiente)

Tabla 9

	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1 disgregación en agua
Ejemplo 1	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	buena	Buena, 7 veces
Ejemplo 2	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	buena	Buena, 6 veces
Ejemplo 3	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	buena	Buena, 10 veces
Ejemplo 4	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	buena	Buena, 10 veces
Ejemplo 5	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico	Glucidex 1	buena	Buena, 8 veces

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

Tabla 10

	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1 disgregación en agua
Ejemplo 7	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	Buena	Buena, 7 veces
Ejemplo 8	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	Buena	Buena, 6 veces
Ejemplo 9	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato sódico urea	Dextrina MF30	Buena	Buena, 7 veces
Ejemplo 10	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato	Dextrina MF30 Arabiccol SS	buena	Excelente, 2 veces

		NEWKALGEN WG-4	sódico			
Ejemplo 11	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato sódico	Dextrina MF30 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2	buena	Excelente, 2 veces
Ejemplo 12	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato sódico	Dextrina MF30 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2	buena	Excelente, 5 veces

Tabla 11

	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1. disgregación en agua
Ejemplo 13	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato sódico urea	Dextrina MF30 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2	Buena	Excelente, 5 veces
Ejemplo 14	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina MF30 hidrogenocarbonato sódico urea	Dextrina MF30 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2	Buena	Buena, 8 veces
Ejemplo 15	lecho	NEWKALGEN	Dextrina MF30	Dextrina MF30	Buena	Buena, 7 veces

	fluidizado	WG-2 NEWKALGEN WG-4	hidrogenocarbonato sódico urea	Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2		
Ejemplo 16	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2 Verde cianina	buena	Buena, 7 veces
Ejemplo 17	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2 urea	buena	Buena, 7 veces
Ejemplo 18	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1 Arabiccol SS	buena	Buena, 8 veces

Tabla 12

	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1 disgregación en agua
Ejemplo 19	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2 urea Verde de cianina	Buena	Excelente, 5 veces
Ejemplo 20	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico	Glucidex 1 Arabiccol SS	Buena	Excelente, 5 veces
Ejemplo 21	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico	Glucidex 1	Buena	Buena, 6 veces
Ejemplo 22	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1 Arabiccol SS NEWKALGEN WG-2	buena	Excelente, 5 veces

Ejemplo 23	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	Glucidex 1	buena	Buena, 6 veces
Ejemplo 24	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico	Glucidex 1	buena	Buena, 7 veces

Tabla 13

Ejemplo Comparativo 1	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1 disgregación en agua
	Extrusión en húmedo	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Glucidex 1 hidrogenocarbonato sódico urea	-	buena	Mala, 30 veces
Ejemplo Comparativo 2	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	hidrogenocarbonato sódico urea	Arcilla caolinita	buena	Normal, 15 veces
Ejemplo Comparativo 3	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2	hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-

			urea			
Ejemplo Comparativo 4	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-4 NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	hidrogenocarbonato sódico urea	-	mala	-
Ejemplo Comparativo 5	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	urea dihidrogenofosfato potásico	-	mala	-
Ejemplo Comparativo 6	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	urea dihidrogenofosfato potásico	-	mala	-

Tabla 14

	método de granulación	tensioactivo	vehículo soluble en agua	etapa (A) polvo fluidizado	propiedad de granulación	Ejemplo de Ensayo 1 disgregación en agua
Ejemplo Comparativo 7	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina NDS hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-

Ejemplo Comparativo 8	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4	Dextrina NDS hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-
Ejemplo Comparativo 9	lecho fluidizado	Gerozon SC213 NEWKALGEN WG-4	Dextrina NDS hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-
Ejemplo Comparativo 10	lecho fluidizado	Gerozon SC213 NEWKALGEN WG-4	hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-
Ejemplo Comparativo 11	lecho fluidizado	NEWKALGEN WG-2 NEWKALGEN WG-4 Borresperse NA	hidrogenocarbonato sódico	-	mala	-

ES 2 348 891 B1

Como puede observarse a partir de los resultados del Ejemplo de Ensayo 1, el gránulo dispersable en agua de la presente invención se disgregó rápidamente cuando se puso en agua y, de esta manera, tenía un rendimiento excelente. Por lo tanto, se encontró que el gránulo dispersable en agua de la presente invención es útil en el escenario de aplicación de agroquímicos que requieren dicho rendimiento.

5

Aplicabilidad industrial

El gránulo dispersable en agua de la presente invención es útil como una forma de una preparación agroquímica.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímica activa soluble en agua que tiene una solubilidad en agua de 100 ppm o mayor a 20°C y que es sólida a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua que es un sólido a 20°C, que puede obtenerse mediante un método de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas de:

(A) cargar una sustancia en polvo que contiene al menos una de las sustancia agroquímica activa soluble en agua o al menos uno del vehículo sólido soluble en agua en un lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco y permitir que la sustancia en polvo fluya, y

(B) pulverizar una suspensión acuosa de ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, o una solución acuosa de los ingredientes del gránulo dispersable en agua que no están contenidos en la sustancia en polvo, en el lecho fluidizado bajo un flujo de aire seco.

2. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la proporción de la sustancia agroquímica activa soluble en agua en el gránulo dispersable en agua es del 10 al 80% en peso, la proporción de tensioactivo en el gránulo dispersable en agua es del 3 al 20% en peso y la proporción de vehículo sólido soluble en agua en el gránulo dispersable en agua es del 10 al 80% en peso.

3. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia en polvo consiste en al menos uno del vehículo sólido soluble en agua y la suspensión acuosa o la solución acuosa contiene el vehículo sólido soluble en agua que es diferente de el de la sustancia en polvo.

4. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia en polvo consiste en polvo de dextrina y la suspensión acuosa o la solución acuosa contiene urea.

5. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua tiene un coeficiente de reparto de octanol-agua (Log Pow) de -5 a 3.

6. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es un compuesto insecticida agonista del receptor nicotínico de acetilcolina.

7. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es un compuesto insecticida neonicotinoide.

8. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sustancia agroquímica activa soluble en agua es clotianidina.

9. El gránulo dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tensioactivo es sulfonato de lignina, una sal de condensado de ácido naftaleno sulfónico y formalina o policarboxilato.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 200930159

②② Fecha de presentación de la solicitud: 13.05.2009

③② Fecha de prioridad: **28-05-2008**

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	2202037 T3 (AGFORM LTD.) 01/04/2004 ver ejemplos 1 y 2; páginas 3 a 5	1-3,5,9
X	Base de datos WPI, semana 200872, Thomson Scientific, Londres, Gb [recuperado el 22/11/2010] Recuperado de EPOQUE; Número de acceso: 2008-M27208[72] & KR 100755186 B1 (DONGBU HITEK CO LTD) 03/09/2007 	4
A	2104907 T3 (DU PONT NEMOURS) 16/10/1997	1-9

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº: TODAS

Fecha de realización del informe
26.11.2010

Examinador
M. Ojanguren Fernández

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

A01N25/14(2006.01)**A01N51/00**(2006.01)**A01P7/04**(2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

A01N, A01P

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, CAS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 26.11.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 4,6-8	SI
	Reivindicaciones 1-3,5,9	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 6-8	SI
	Reivindicaciones 1-4,5,9	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	2202037 T3 (AGFORM LTD.)	01.04.2004
D02	Base de datos WPI, semana 200872, Thomson Scientific, Londres, Gb [recuperado el 22/11/2010] Recuperado de EPOQUE; Número de acceso: 2008-M27208[72] & KR 100755186 B1 (DONGBU HITEK CO LTD) 03/09/2007	

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un gránulo dispersable en agua que comprende al menos una sustancia agroquímicamente activa con una solubilidad en agua de más de 100 ppm a 20°C y sólida a 20°C, al menos un tensioactivo y al menos un vehículo sólido soluble en agua y sólido a 20°C.

El documento D1 divulga un procedimiento para la producción de gránulos dispersables en agua que pueden contener sustancias agroquímicamente activas con una solubilidad en agua a 20°C mayor que 100 ppm, un tensioactivo y un vehículo sólido soluble en agua.

En concreto, en la descripción se mencionan como pesticidas a utilizar en la composición propanilo, clorsulfurona, cloridazona o glifosato, como tensioactivo se mencionan el lignosulfonato sódico y condensados de formaldehído con naftaleno sulfonato sódico y como vehículos sólidos la sacarosa y la polivinilpirrolidona.

Por lo tanto a la vista del documento citado las reivindicaciones 1a 3, 5 y 9 de la presente solicitud carecen de novedad y actividad inventiva (art. 6.1 y 8.1 LP).

En cuanto a la reivindicación dependiente 4, relativa al uso de polvo de dextrina y urea en la composición granular carece de actividad inventiva ya que el uso de dichos compuestos en una composición pesticida granular ya está divulgado en el documento D2 (art. 8.1 LP).

Por último las reivindicaciones 6 a 8 de la presente solicitud son nuevas y tienen actividad inventiva ya que no se han encontrado en el estado de la técnica composiciones granulares del tipo descrito en la patente que contengan neonicotinoides.(art 6.1 y 8.1 LP).