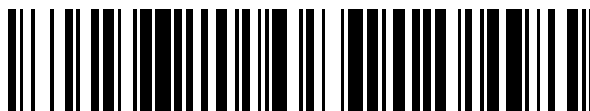


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 592 691**

51 Int. Cl.:

**A01N 25/28** (2006.01)

**A01N 51/00** (2006.01)

**A01P 7/00** (2006.01)

**B01J 13/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.10.2011 PCT/JP2011/075236**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012 WO12057360**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2011 E 11836492 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.09.2016 EP 2632252**

54 Título: **Procedimiento para producir una formulación para microcápsulas y formulación para microcápsulas producida mediante el mismo procedimiento**

30 Prioridad:

**28.10.2010 JP 2010242058**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**01.12.2016**

73 Titular/es:

**SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED  
(100.0%)**

**27-1 Shinkawa 2-chome, Chuo-ku  
Tokyo 104-8260, JP**

72 Inventor/es:

**IUCHI, SEIJI y  
TAKABE, RIE**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques  
o Bemerkungen) en el folleto original publicado  
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 592 691 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN****Procedimiento para producir una formulación para microcápsulas y formulación para microcápsulas producida mediante el mismo procedimiento****Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir una formulación para microcápsulas y a una formulación para microcápsulas producida mediante el mismo proceso.

**Técnica anterior**

Existen microcápsulas conocidas que son gotitas de líquido recubiertas con resina en las que un compuesto químico agrícola se suspende en un líquido tal como adipato de diisodécilo (JP-A-H-08/099805).

El documento EP-A-1 961 303 describe microcápsulas producidas pulverizando un compuesto plaguicida sólido en un éster de ácido graso específico para formar una suspensión, mezclando la suspensión resultante y el agua para formar gotitas de líquido y formando de una película de recubrimiento alrededor de las gotitas de líquido. Las microcápsulas obtenidas de este modo contienen la mayor parte del compuesto plaguicida sólido dentro de las microcápsulas.

Otras microcápsulas que contienen plaguicida se describen en los documentos EP-A-2 025 229 y US 2009/0081307.

El documento WO 2010/137743 (Publicado después de la fecha de prioridad de la presente solicitud) describe un método para producir una microcápsula que contiene un compuesto plaguicida en un éster de ácido graso de fórmula específica, tal como O-acetilricinoleato de metilo, que retrasa el tiempo de liberación del compuesto plaguicida en comparación con una microcápsula convencional.

**Resumen de la invención**

Una formulación para microcápsulas de un compuesto químico agrícola es una formulación destinada a controlar el tiempo para la liberación de un compuesto químico agrícola en la formulación.

La presente invención proporciona una técnica para retrasar el tiempo para la liberación de un compuesto químico agrícola en una formulación para microcápsulas que contiene el compuesto químico agrícola.

Los autores de la presente invención han descubierto que el siguiente procedimiento es eficaz para retrasar el tiempo para la liberación de un compuesto químico agrícola desde las microcápsulas: es decir, en la producción de una formulación para microcápsulas, una mezcla de un compuesto químico agrícola, al menos una clase seleccionada de entre el grupo que consiste en compuestos éster y compuestos hidrocarbonados aromáticos, y un poliisocianato se mantiene a una temperatura de 20-80°C durante 3 horas o más; y, a continuación, la mezcla resultante se utiliza para la producción de una formulación para microcápsulas.

La presente invención proporciona lo siguiente.

[1] Un procedimiento para producir una formulación para microcápsulas, que comprende las etapas de

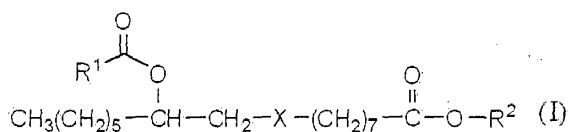
- (1) mantener una mezcla de los siguientes componentes constitutivos (a), (b) y (c) a una temperatura de 20-80°C durante 3 horas o más;
- (2) añadir la mezcla resultante a una solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina, para formar de ese modo las gotitas de líquido de la mezcla en la solución acuosa; y
- (3) formar recubrimientos de un poliuretano o una poliurea alrededor de las gotitas de líquido:

- el componente constitutivo (a):

un compuesto químico agrícola;

- el componente constitutivo (b):

al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en compuestos éster y compuestos hidrocarbonados aromáticos, a excepción de la siguiente fórmula (I):



en donde X representa  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$  o  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ;  $\text{R}^1$  representa un grupo alquilo  $\text{C}_1-\text{C}_4$ ; y  $\text{R}^2$  representa un grupo alquilo  $\text{C}_1-\text{C}_4$ ; y

5

- el componente constitutivo (c):

un poliisocianato.

10 [2] El procedimiento descrito en el ítem [1], en la que la razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente constitutivo (b), [el componente constitutivo (a)/el componente constitutivo (b)], es de 10/100 a 100/100.

[3] El procedimiento descrito en el ítem [1] o [2], en donde el componente constitutivo (b) es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en adipatos y compuestos hidrocarbonados aromáticos.

15 [4] El procedimiento descrito en el ítem [1] o [2], en donde el componente constitutivo (b) es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en adipato de diisobutilo, adipato de diisodécilo y metilnaftaleno.

[5] El procedimiento descrito en uno cualquiera de los ítems [1] a [4], en donde el compuesto químico agrícola es un compuesto químico agrícola sólido.

20 [6] El procedimiento descrito en uno cualquiera de los ítems [1] a [4], en donde el compuesto químico agrícola es un compuesto neonicotinoide.

[7] El procedimiento descrito en cualquiera de los ítems [1] a [4], en donde el compuesto químico agrícola es clotianidina.

[8] Una formulación para microcápsulas producida mediante el procedimiento descrito en uno cualquiera de los ítems [1] a [7].

25

Mediante cualquiera de los procedimientos para la producción de formulaciones de microcápsulas de acuerdo con la presente invención, se puede obtener una formulación para microcápsulas controlada de manera más eficaz en la liberación de un compuesto químico agrícola que cualquiera de las formulaciones de microcápsulas existentes.

### 30 Descripción de las realizaciones

El procedimiento para producir una formulación para microcápsulas de acuerdo con la presente invención comprende

35 (1) una primera etapa de mantener una mezcla líquida de los componentes constitutivos (a), (b) y (c) a una temperatura de 20-80°C durante 3 horas o más;

(2) una segunda etapa de adición de la mezcla resultante a una solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina, formando de esta manera gotitas de líquido de la mezcla en la solución acuosa; y

40 (3) una tercera etapa de formación de recubrimientos de un poliuretano o una poliurea alrededor de las gotitas de líquido.

En la presente invención, un compuesto químico agrícola sólido se usa preferiblemente como el componente constitutivo (a), es decir, el compuesto químico agrícola. El compuesto químico agrícola sólido referido en la presente invención significa un compuesto que exhibe una actividad agroquímica y que tiene un punto de fusión de 15°C o superior, preferiblemente 50°C o superior. Un compuesto químico agrícola sólido más preferible en la presente invención es un compuesto que exhibe una actividad agroquímica y que tiene un punto de fusión de 15°C o superior, preferiblemente 50°C o superior y tiene una solubilidad del 5% en peso o inferior en el componente constitutivo (b).

50 Los ejemplos del componente constitutivo (a), es decir, el compuesto químico agrícola, incluyen compuestos insecticidas, compuestos bactericidas, compuestos herbicidas, compuestos reguladores del crecimiento de insectos, compuestos reguladores del crecimiento de plantas y compuestos repelentes.

Los ejemplos de los compuestos insecticidas incluyen compuestos carbamato tales como propoxur, isoprocarb, xililcarb, metolcarb, XMC, carbarilo, pirimicarb, carbofurano, metomilo, fenoxicarb, alanicarb y metoxadiazona; compuestos orgánicos de fósforo tales como acefato, fentoato, vamidotión, triclofón, monocrotofos, tetraclorvinfos, dimetilvinfos, fosalona, clorpirifos, clorpirifos-metilo, piridafentión, quinalfos, metidatión, metamidofos, dimetoato, fermotión, azinfos-etilo, azinfos-metilo y salitona; compuestos neonicotinoides tales como imidacloprid, nitenpiram, acetamiprid, clotianidina y tiametoxam; 4-cloro-2-(2-cloro-2-metilpropil)-5-(6-yodo-3-piridilmetoxi)piridazin-3(2H)-ona; cartap; buprofezina; tiociclam; bensultap; fenoxicarb; fenazaquina; fenpiroximato; piridaben; hidrametilnona;

60

tiodicarb; clorfenapir; fenpiroximato; pimetrozina; pirimidifeno; tebufenozida; tebufenpirad; triazamato; indoxacarb; sufluramida; milbemectina; avermectina; y paradiclorobenceno.

5 Los ejemplos de los compuestos bactericidas incluyen compuestos de bencimidazol tales como benomilo, carbendazima, tiabendazol y tiofanato-metilo; compuestos fenilcarbamato tales como dietofencarb; compuestos dicarboximida tales como prosimidona, iprodiona y vinclozolina; compuestos azólicos tales como diniconazol, propenazol, epoxiconazol, tebuconazol, difenoconazol, ciproconazol, flusilazol y triadimefón; compuestos de acilalaninas tales como metalaxil; compuestos de carboxamida como furametpir, mepronilo, flutolanilo y trifluzamida; compuestos de fósforo orgánicos tales como tolclofos-metilo, fosetilaluminio y pirazofos; compuestos de anilino-pirimidina tales como pirimetanilo, mepanipirim y ciprodinilo; compuestos de cianopirrol tales como fludioxonilo y fenciclonilo; clorotalonilo; manzeb; captan; folpet; triciclazol; piroquilona; probenazol; ftalida; cimoxanilo; dimetomorf; famoxadona; ácido oxolínico y una de sus sales; fluazinam; ferimzona; diclocimet; clobentiazona; isovalediona; tetracloroisoftalo-nitrilo; tioftalimidoxi bisfenoxiarsina; y 3-yodo-2-propilbutilcarbamato.

15 Los ejemplos de los compuestos herbicidas incluyen compuestos de triazina tales como atrazina, metribuzina; compuestos de urea tales como fluometurón e isoproturón; compuestos de hidroxibenzonitrilo tales como bromoxinilo e ioxinilo; compuestos de 2,6-dinitroanilina, tales como pendimetalina y trifluralina; compuestos de ácido ariloxialcanoicos tales como 2,4-D, dicamba, fluroxipir y mecoprop, y sus sales; compuestos de sulfonilurea tales como bensulfuron-metilo, metsulfuron-metilo, nicosulfuron, primisulfuron-metilo y ciclosulfamurón; compuestos de imidazolinona, tales como imazapir, imazaquin e imazetapir, y sus sales; sulfentrazona; paraquat; flumetsulam; triflurosulfurón-metilo; fenoxaprop-p-etilo; cihalofop-butilo; diflufenicán; norflurazona; isoxaflutol; sal de amonio de glufosinato; sal de glifosato; bentazona; bentiocarb; mefenacet; propanilo; flutiamida; flumiclorac-pentilo; y flumioxacina.

25 Los ejemplos de los compuestos reguladores del crecimiento de insectos incluyen compuestos de benzoilurea tales como diflubenzurón, clorfluazurón, lufenurón, hexaflumurón, flufenoxurón, flucicloخورن, ciromazina, diafentiorón, hexitiazox, novalurón, teflubenzurón, triflumurón, 1-(2,6-difluorobenzoil)-3-[2-fluoro-4-(trifluorometil)fenil]urea, 1-(2,6-difluorobenzoil)-3-[2-fluoro-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluoropropoxi)fenil] urea y 1-(2,6-difluorobenzoil)-3-[2-fluoro-4-(1,1,2,2-tetrafluoroetoxi)fenil]urea; y piriproxifeno. Los ejemplos de los compuestos reguladores del crecimiento de plantas incluyen maleato de hidrazida, clormecuat, etefón, giberelina, cloruro de mepiquat, tidiazurón, inabenfida, paclobutrazol y uniconazol. Los ejemplos de los compuestos repelentes incluyen 1S, 3R, 4R, 6R-carano-3,4-diol y dicarboxilato de 2,5-dipropilpiridina.

35 En la presente invención, el componente constitutivo (b) está en la forma de un líquido a una temperatura de mantenimiento especificada en la primera etapa del procedimiento de producción de la presente invención. El componente constitutivo (b) es difícil de mezclar con agua y es adecuado para disolver un compuesto químico agrícola o dispersar o suspender el compuesto químico agrícola. Los ejemplos de los compuestos éster como componente constitutivo (b) incluyen carboxilatos (es decir, ésteres de ácidos carboxílicos), tales como ésteres saturados de ácidos grasos, carboxilatos insaturados, ésteres de hidroxiaácidos, carboxilatos y dicarboxilatos aromáticos. Ejemplos de los ésteres de ácidos grasos saturados son los acetatos (es decir, ésteres de ácido acético) y lauratos (es decir, ésteres de ácido láurico). Ejemplos de los carboxilatos insaturados son los oleatos (es decir, ésteres de ácido oleico). Ejemplos de los carboxilatos aromáticos son los ftalatos (es decir, ésteres de ácido ftálico) y los salicilatos (es decir, ésteres de ácido salicílico). Ejemplos de los dicarboxilatos son los adipatos (es decir, ésteres de ácido adípico). Ejemplos de los adipatos son adipatos de dialquilo tales como adipato de dimetilo, adipato de dietilo, adipato de dipropilo, adipato de diisopropilo, adipato de diisobutilo, adipato de dihexilo, adipato de bis(2-etilhexilo), adipato de dioctilo, adipato de diisononilo, adipato de didecilo y adipato de diisodecilo, y mezclas de estos adipatos de dialquilo (p. ej., mezclas de adipatos de di-n-alquilo tales como mezcla de adipato de dihexilo, adipato de dioctilo y adipato de didecilo); y adipatos de vinilo. Los ejemplos del compuesto hidrocarbonado aromático como componente constitutivo (b) incluyen metilnaftaleno, dimetilnaftaleno, etilnaftaleno, propilnaftaleno, butilnaftaleno, fenilxililetano, tolueno, xileno y dimetilmonoisopropilnaftaleno.

En el procedimiento de producción de la presente invención, se pueden utilizar mezclas de los compuestos éster descritos anteriormente con los compuestos hidrocarbonados aromáticos descritos anteriormente.

55 En la presente invención, los ejemplos del componente constitutivo (c), es decir, el poliisocianato, incluyen diisocianato de hexametileno; un aducto de diisocianato de hexametileno y trimetilolpropano; un producto condensado de biuret de tres moléculas de diisocianato de hexametileno; un aducto de diisocianato de tolieno y trimetilolpropano; un producto condensado de isocianurato de diisocianato de tolieno; un producto condensado de isocianurato de diisocianato de hexametileno; un producto condensado de isocianurato de diisocianato de isoforona; un prepolímero de isocianato en el que un radical isocianato de diisocianato de hexametileno constituye una forma isocianurato junto con dos moléculas de diisocianato de tolieno, y en donde el otro radical isocianato del mismo constituye una forma isocianurato junto con dos moléculas del otro diisocianato de hexametileno; 4,4'-metilbis(isocianato de ciclohexilo); y diisocianato de trimetilhexametileno.

En la presente invención, una razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente

constitutivo (b) es usualmente de 10/100 a 100/100, preferiblemente de 20/100 a 40/100.

La cantidad del poliisocianato que se va a utilizar en la presente invención se determina usualmente de acuerdo con la cantidad de recubrimientos sobre las microcápsulas que se va a producir. La cantidad de los recubrimientos en las microcápsulas que se va a producir es usualmente de 5 a 45% en peso, preferiblemente de 10 a 30% en peso, basándose en el peso de la totalidad de las microcápsulas. La cantidad del poliisocianato que se va a utilizar en la presente invención es usualmente de 25 a 90% en peso, preferiblemente de 40 a 70% en peso, basándose en el peso de los recubrimientos en las microcápsulas.

El componente constitutivo (a), es decir, el compuesto químico agrícola, se disuelve o suspende en el componente constitutivo (b).

En caso de que el componente químico agrícola se disuelva en el componente constitutivo (b), se puede preparar una mezcla del compuesto químico agrícola (o el componente constitutivo (a)), el componente constitutivo (b) y el poliisocianato (o el componente constitutivo (c)) en la primera etapa mezclando el compuesto químico agrícola, el componente constitutivo (b) y el poliisocianato.

En caso de que el compuesto químico agrícola sea un compuesto químico agrícola sólido, el compuesto químico agrícola sólido se suspende en el componente constitutivo (b), dependiendo de la solubilidad del compuesto químico agrícola sólido en el componente constitutivo (b) y la razón en peso del compuesto químico agrícola sólido al componente constitutivo (b). Cuando el compuesto químico agrícola sólido se suspende en el componente constitutivo (b), por ejemplo, se puede preparar una mezcla del compuesto químico agrícola sólido, el componente constitutivo (b) y el poliisocianato en la primera etapa mediante la pulverización del producto químico agrícola sólido compuesto en el componente constitutivo (b) para obtener una suspensión líquida, y añadiendo el poliisocianato a la suspensión líquida.

Para pulverizar el compuesto químico agrícola sólido en el componente constitutivo (b), se añaden el compuesto químico agrícola sólido y, opcionalmente, esferas o similares para la pulverización al componente constitutivo (b), y la mezcla resultante se somete a pulverización en mojado con un pulverizador. Los ejemplos del pulverizador que se va utilizar son molinos tales como un molino de esferas, molino de bolas y molino de barras, y un homogeneizador de rotor y estator. Los ejemplos específicos del pulverizador son Atliter (de Mitsui Miike Machinery Co., Ltd.), Dynamill (de WILLY A. BACHOFEN AG. MASHINENFABRIK), Colloid Mill (de PRIMIX) y Pearl Mill (de Ashizawa Tekko). Un ejemplo específico del homogeneizador de rotor y estator es Polytron Homegenizer (de KINEMATICA AG).

Cuando el compuesto químico agrícola sólido se somete a pulverización en mojado en presencia del componente constitutivo (b), las partículas del compuesto químico agrícola sólido se dispersan uniformemente, y las partículas pulverizadas no se aglomeran entre sí y, adicionalmente, la viscosidad de la suspensión líquida durante la pulverización en húmedo no aumenta. Por lo tanto, la carga de alimentación en el pulverizador es pequeña, y por lo tanto, se facilita la producción.

La operación de pulverización del compuesto químico agrícola sólido en el componente constitutivo (b) puede incluir dos o más operaciones. Por ejemplo, para pulverizar el compuesto químico agrícola sólido en el componente constitutivo (b), el compuesto químico agrícola sólido puede molerse groseramente en la primera operación, y el compuesto groseramente molido adicional puede ser molido finamente. Para pulverizar el compuesto químico agrícola sólido en el componente constitutivo (b) mediante dos operaciones, se emplea, por ejemplo, un método con el uso de un homogeneizador de rotor y estator como pulverizador en la primera operación y un molino en la segunda operación.

En caso de que el compuesto químico agrícola sólido se suspenda en el componente constitutivo (b), los diámetros de partícula de las partículas del compuesto químico agrícola sólido suspendidas en el componente constitutivo (b) son usualmente de 10  $\mu\text{m}$  o menos, preferiblemente de 1 a 5  $\mu\text{m}$ , de términos de diámetro medio en volumen. En las partículas del compuesto químico agrícola sólido suspendidas en el componente constitutivo (b), el volumen total de las partículas del compuesto químico agrícola sólido con diámetros de partícula de 10  $\mu\text{m}$  o más es preferiblemente 10% o inferior del volumen total de todas las partículas de compuesto químico agrícola sólido.

En la presente invención, la mezcla del compuesto químico agrícola, el componente constitutivo (b) y el poliisocianato puede contener adicionalmente otro disolvente orgánico. Los ejemplos del disolvente orgánico incluyen hidrocarburos alifáticos tales como trimetilpentano; éteres tales como éter de 2-etilhexilo; aceites minerales tales como el aceite de maquinaria; y aceites vegetales tales como aceite de semilla de algodón. La cantidad del disolvente orgánico, si lo contiene, es usualmente 1/2 o menos, preferiblemente 3/7 o menos, más preferiblemente 1/4 o inferior a una razón en peso con respecto al componente constitutivo (b).

En la primera etapa del procedimiento de producción de la presente invención, la mezcla anteriormente descrita del compuesto químico agrícola, el componente constitutivo (b) y el poliisocianato se mantiene a una temperatura de 20-

80°C durante 3 horas o más. El límite superior de este tiempo de mantenimiento es generalmente de 48 horas o menos, aunque no se limita al mismo. El tiempo de mantenimiento preferible es de 5 horas o más, y la temperatura de mantenimiento preferible es de 20 a 60°C.

5 Esta mezcla se puede agitar o se puede dejar reposar todavía, mientras que la mezcla se mantiene a una temperatura de 20-80°C. En la primera etapa, usualmente, la mezcla se controla de forma que se mantenga a una temperatura de 20-80°C.

10 En la segunda etapa del procedimiento de producción de la presente invención, se añade la mezcla obtenida en la primera etapa a una solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina para formar gotitas de líquido de la mezcla en la solución acuosa.

15 En caso de que se utilice una solución acuosa que contiene un poliol en esta etapa, se producen microcápsulas que tienen recubrimientos de poliuretano formados sobre las mismas. En caso de que se utilice una solución acuosa que contiene una poliamina en esta etapa, se producen microcápsulas que tienen recubrimientos de poliurea formados sobre las mismas.

20 La solución acuosa que contiene poliol se prepara, por ejemplo, mezclando agua con un poliol. La solución acuosa que contiene poliamina se prepara, por ejemplo, mezclando agua con una poliamina o una sal de poliamina.

Los ejemplos del poliol que se va a utilizar en la presente invención incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol y ciclopropileno. Los ejemplos de la poliamina que se va a utilizar en la presente invención incluyen etilendiamina, hexametildiamina, dietilentriamina y trietiltetramina.

25 La cantidad del poliol o la poliamina que se va a utilizar en la presente invención se determina de acuerdo con la cantidad de recubrimientos sobre microcápsulas que se vaya a producir. Una cantidad del poliol para su uso en la presente invención es usualmente de 5 a 80% en peso, preferiblemente de 20 a 60% en peso, basándose en el peso de los recubrimientos sobre las microcápsulas. La cantidad de la poliamina para su uso en la presente invención es usualmente de 5 a 80% en peso, preferiblemente de 20 a 60% en peso, basándose en el peso de los recubrimientos sobre las microcápsulas.

30 El peso de la solución acuosa que se va a utilizar en la segunda etapa es generalmente de 0,8 a 2 veces mayor que el peso de la mezcla obtenida en la primera etapa. En cuanto al agua que se va a utilizar en la segunda etapa, se emplea preferiblemente agua desionizada, y opcionalmente se puede mezclar con un espesante.

35 Los ejemplos del espesante incluyen polisacáridos naturales tales como goma de xantano, goma Rhamsan, goma de algarroba, carragenina y goma Welan; polímeros sintetizados tales como poliácridato de sodio; polímeros semisintetizados tales como carboximetilcelulosa; polvo mineral tal como silicato de magnesio y aluminio, esmectita, bentonita, hectorita y sílice seca; y sol de alúmina.

40 En la segunda etapa, para formar las gotitas de líquido en la solución acuosa, por ejemplo, se añade la mezcla obtenida en la primera etapa a la solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina; y, a continuación, la mezcla resultante se agita con un agitador. Los ejemplos del agitador utilizable en esta etapa incluyen un aireador de tipo hélice, un agitador de turbina y un agitador de cizallamiento de alta velocidad. Los ejemplos específicos del agitador incluyen T. K. Homo Mixer, T.K. Homomic Line Flow, T.K. Pipeline Homo Mixer y T. K. FILMIX de PRIMIX Corporation; CLEARMIX de Mtechnique; POLYTRON homizinizer y MEGTRON homodinizer de KINEMATICA; y Supraton de TSUKISIMA KIKAI CO., LTD.

45 Los diámetros de partícula de las microcápsulas que se van a producir mediante el procedimiento de la presente invención son sustancialmente iguales a los diámetros de partícula de las gotitas de líquido preparadas en la segunda etapa. Los diámetros de partícula de las gotitas de líquido preparadas en la segunda etapa y los de las microcápsulas de la presente invención son usualmente de 1 a 80 µm, preferiblemente de 5 a 50 µm, en términos de diámetro medio en volumen.

50 Las gotitas de líquido en la solución acuosa obtenida en la segunda etapa son el poliisocianato disuelto en el componente constitutivo (b). Por esta razón, el poliisocianato en las gotitas de líquido y el poliol o la poliamina en la solución acuosa se polimerizan en las interfaces de las gotitas de líquido. Como resultado, las microcápsulas que son las gotitas de líquido que tienen recubrimientos de poliuretano o una poliurea formados sobre las mismas se obtienen en forma de una suspensión acuosa en donde están suspendidas tales microcápsulas.

55 Cuando la resina que forma los recubrimientos es una resina de poliuretano, por ejemplo, la dispersión acuosa de las gotitas de líquido obtenida en la segunda etapa se calienta a una temperatura de 40-80°C con agitación y a continuación se mantiene a la misma temperatura durante aproximadamente 0,5 a aproximadamente 48 horas para formar de este modo recubrimientos de la resina de poliuretano alrededor de las gotitas de líquido. Cuando la resina

que forma los recubrimientos es una resina de poliurea, por ejemplo, la dispersión acuosa de las gotitas de líquido se ajusta para que sea neutra o alcalina débil y a continuación se mantiene a una temperatura de 0 a 50°C durante aproximadamente 0,5 a aproximadamente 48 horas para formar de este modo recubrimientos de la resina de poliurea alrededor de las gotitas de líquido.

Mediante el procedimiento de producción descrito anteriormente, se puede producir una formulación para microcápsulas en forma de la composición de tipo suspensión acuosa. Esta formulación para microcápsulas se somete a separación centrífuga, filtración o secado por pulverización para obtener una formulación de microcápsulas en polvo. Las formulaciones de microcápsulas de acuerdo con la presente invención incluyen composiciones de tipo suspensión acuosa y formulaciones en polvo.

La formulación para microcápsulas de la presente invención que es la composición de tipo suspensión acuosa producida mediante el procedimiento anteriormente descrito, opcionalmente, se puede mezclar adicionalmente con un espesante, una mezcla anticongelante, un antiséptico, un agente de ajuste de la gravedad específica, un agente de ajuste del pH y agua. En este caso, la formulación para microcápsulas, es decir, la composición de tipo suspensión acuosa, de la presente invención producida mediante el procedimiento descrito anteriormente contiene, por ejemplo, de 0,1 a 30% en peso del compuesto químico agrícola.

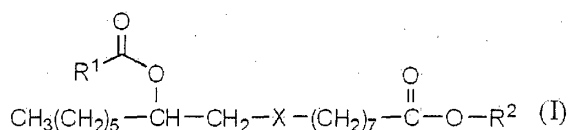
Los ejemplos de espesante pueden ser los mismos que se enumeran más arriba. Un ejemplo de la mezcla anticongelante es propilenglicol. Los ejemplos del antiséptico incluyen p-hidroxibenzoato; derivados de isotiazolina tales como 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona y 2-metil-4-isotiazolin-3-ona; 2-bromo-2-nitropropano-1,3-diol; y derivados de ácido salicílico. Los ejemplos específicos del antiséptico son Biohope L de K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. y Proxel GXL de Asibia Co., Ltd. Los ejemplos del agente de ajuste de la gravedad específica son las sales solubles en agua tales como sulfato de sodio; y compuestos solubles en agua tales como urea. Los ejemplos del agente de ajuste del pH incluyen hidrogenofosfato disódico, hidrogenofosfato dipotásico e hidróxido de sodio.

En caso de que el compuesto químico agrícola sea un ingrediente activo insecticida, una composición química agrícola que contiene las microcápsulas de la presente invención se pulveriza sobre las plagas de insectos o una zona en la que viven a una velocidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1000 g/1000 m<sup>2</sup>, Preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 100 g/1000 m<sup>2</sup>, en términos del compuesto químico agrícola.

Las realizaciones de la formulación para microcápsulas producida mediante el procedimiento de producción de la presente invención se describirán a continuación.

Es decir, las siguientes se proporcionan en forma de realizaciones.

Una formulación para microcápsulas producida mediante un procedimiento que comprende las etapas de mantener una mezcla de un compuesto químico agrícola (el componente constitutivo (a)), al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en compuestos éster y compuestos hidrocarbonados aromáticos (el componente constitutivo (b)), a excepción de los compuestos de la fórmula (I):



(en donde X representa -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>- o -CH=CH-; R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo C1-C4; y R<sup>2</sup> representa un grupo alquilo C1-C4) y un poliisocianato (el componente constitutivo (c)) a una temperatura de 20-80°C durante 3 horas o más; y añadir la mezcla a una solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina para formar gotitas de líquido de la mezcla en la solución acuosa; y formar recubrimientos de un poliuretano o una poliurea alrededor de las gotitas de líquido, para obtener de este modo la formulación para microcápsulas (en lo sucesivo como una formulación para microcápsulas de la presente invención).

Una formulación para microcápsulas de la presente invención, que contiene microcápsulas en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es inferior a 20%; y en donde la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma es inferior a 20%.

Una formulación para microcápsulas de la presente invención, que contiene microcápsulas en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es inferior a 20%; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma es inferior a 20%; y en donde el diámetro medio en volumen/el







Una formulación para microcápsulas de la presente invención, que contiene microcápsulas en la que están contenidos un derivado de isotiazolina como antiséptico y un agente de ajuste del pH; en la que la razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente constitutivo (b) es de 20/100 a 40/100; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es inferior a 20%; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma es inferior a 20%; y en donde el diámetro medio en volumen/el espesor de recubrimiento es 25 a 150.

Una formulación para microcápsulas de la presente invención, que contiene microcápsulas en la que están contenidos un derivado de isotiazolina como antiséptico y un agente de ajuste del pH; en la que la razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente constitutivo (b) es de 20/100 a 40/100; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es inferior a 20%; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma es inferior a 20%; y en donde los recubrimientos son de un poliuretano.

Una formulación para microcápsulas de la presente invención, que contiene microcápsulas en la que están contenidos un derivado de isotiazolina como antiséptico y un agente de ajuste del pH; en la que la razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente constitutivo (b) es de 20/100 a 40/100; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es inferior a 20%; en la que la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma es inferior a 20%; en donde el diámetro medio en volumen/el espesor de recubrimiento es de 25 a 150; y en donde los recubrimientos son de un poliuretano.

## Ejemplos

La presente invención se describirá en más detalle por medio de Ejemplos de Producción y Ejemplos de Ensayo que sin embargo no deben interpretarse como limitantes del alcance de la presente invención de ninguna manera.

### Ejemplo de Producción 1

Se mezclaron clotianidina (250 g) y adipato de diisobutilo (VINYCIZER 40 fabricado por Kao Corporation) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,4 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,2 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,3%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 40°C durante 24 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 1).

El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 21,3 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las

microcápsulas fue 10,8%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

#### Ejemplo de Producción 2

Se mezclaron clotianidina (250 g) y adipato de diisobutilo (VINYCIZER 40 fabricado por Kao Corporation) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,4 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,4 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,6%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 60°C durante 6 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 2).

El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 20,8 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 10,3%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

#### Ejemplo de producción 3

Se mezclaron clotianidina (250 g) y metilnaftaleno (Solvesso 200, fabricado por Exxon) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,5 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,5 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,8%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 40°C durante 24 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo

mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 3).

El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 19,9 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 9,2%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma fue de 0,2%.

#### Ejemplo de Producción 4

Se mezclaron clotianidina (250 g) y metilnaftaleno (Solvesso 200, fabricado por Exxon) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,5 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,5 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,8%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (9,8 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 60°C durante 6 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (5,6 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 4).

El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 21,3 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 10,2%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma fue de 0,2%.

#### Ejemplo de Producción 5

Se mezclaron clotianidina (250 g) y adipato de diisododecilo (VINYCIZER 50 fabricado por Kao Corporation) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. La mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,5 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar

adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,9  $\mu\text{m}$ . La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10  $\mu\text{m}$  o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 3,4%.

5 La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 40°C durante 24 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

10 Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

15 La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

20 La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 5).

25 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 20,4  $\mu\text{m}$ . La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5  $\mu\text{m}$  o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 8,7%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50  $\mu\text{m}$  o más de la misma fue de 0,1%.

#### Ejemplo de Producción 6

30 Se mezclaron clotianidina (250 g) y adipato de diisodocilo (VINYCIZER 50 fabricado por Kao Corporation) (750 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,5 mm.

35 La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,5  $\mu\text{m}$ . La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10  $\mu\text{m}$  o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,8%.

40 La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 60°C durante 6 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

45 Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

50 La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

55 La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 6).

60 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 22,6  $\mu\text{m}$ . La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5  $\mu\text{m}$  o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 7,6%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50  $\mu\text{m}$  o más de la misma era 0,3%.

## Ejemplo de Producción 7

Se mezclaron clotianidina (250 g), adipato de diisodecilo (VINYCIZER 50 fabricado por Kao Corporation) (375 g) y adipato de diisobutilo (VINYCIZER 40 fabricado por Kao Corporation) (375 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,5 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,7 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina completas fue de 1,8%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 40°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 40°C durante 24 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 7).

El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 20,7 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 8,4%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma era 0,3%.

## Ejemplo de Producción 8

Se mezclaron clotianidina (250 g), adipato de diisodecilo (VINYCIZER 50 fabricado por Kao Corporation) (375 g) y adipato de diisobutilo (VINYCIZER 40 fabricado por Kao Corporation) (375 g) para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó en un homogeneizador de rotor y estator (POLYTRON® PT6100 fabricado por KINEMATICA AG) para pulverizar la clotianidina en la mezcla 1-1 durante aproximadamente 10 minutos. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-2. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-2 fue de 0,6 mm.

La mezcla 1-2 se añadió a DYNO-MILL (con un tamaño del vaso de 600 ml, fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG MASHINENFABRIK, cargado con esferas de vidrio globulares con un diámetro de 1 mm (1.150 g), una velocidad de rotación de la paleta de agitación: 12 m/s en la velocidad periférica) a una velocidad de 3 L/h. con el fin de pulverizar adicionalmente las partículas de clotianidina. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-3. El diámetro medio en volumen de las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 fue de 2,3 µm. La razón del volumen total de partículas de clotianidina con diámetros de partícula de 10 µm o más con respecto al volumen total de las partículas de clotianidina entero fue 0%.

La mezcla 1-3 (100 g) se mezcló con un poliisocianato (Sumidule L-75 fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) (21,6 g) a 45°C para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-4). Después, la mezcla 1-4 se mantuvo a 60°C durante 6 horas. En la presente memoria, la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5.

Se preparó una solución acuosa añadiendo etilenglicol (12,4 g) y goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) (12,6 g) a agua (agua desionizada) (108,8 g). Toda la cantidad de esta solución acuosa se mezcló con la cantidad total de la mezcla 1-5 para obtener una mezcla (denominada en lo sucesivo mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó a temperatura ambiente con un auto-homomezclador T.K. (un homogeneizador fabricado por PRIMIX; un número de revoluciones: 9.000 rpm) para formar gotitas de líquido en la solución acuosa (siendo referida esta mezcla como mezcla 1-7).

5 La mezcla 1-7 se agitó a 60°C durante 24 horas para obtener una composición en suspensión acuosa que contenía las microcápsulas que envolvían la clotianidina (denominada en lo sucesivo como composición en suspensión acuosa 8).

10 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 18,9 µm. La razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue 11,4%; y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

15 Ejemplo de producción comparativo 1

El Ejemplo de producción 1 se repitió para obtener una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo referida como composición en suspensión acuosa comparativa 1), excepto que el procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 40°C durante 24 horas en el Ejemplo de Producción 1 (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5) fue cambiado a un procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 25°C durante 0,3 horas (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5).

20 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 20,8 µm, y la proporción del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas es 8,1%, y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partículas de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

Ejemplo de Producción Comparativo 2

30 El Ejemplo de Producción 3 se repitió para obtener una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo referida como composición en suspensión acuosa comparativa 2), excepto que el procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 40°C durante 24 horas en el Ejemplo de producción 3 (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5) fue cambiado a un procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 25°C durante 0,3 horas (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5).

35 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 21,2 µm, y la proporción del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue de 8,4%, y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partículas de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

40 Ejemplo de producción comparativo 3

El Ejemplo de producción 5 se repitió para obtener una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo referida como composición en suspensión acuosa comparativa 3), excepto que el procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 40°C durante 24 horas en el Ejemplo de Producción 5 (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5) fue cambiado a un procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 25°C durante 0,3 horas (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5).

45 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 22,3 µm, y la proporción del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue de 7,3%, y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partículas de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

Ejemplo de producción comparativo 4

55 El Ejemplo de Producción 7 se repitió para obtener una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo referida como composición en suspensión acuosa comparativa 4), excepto que el procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 40°C durante 24 horas en el Ejemplo de Producción 7 (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5) fue cambiado a un procedimiento de mantenimiento de la mezcla 1-4 a 25°C durante 0,3 horas (la mezcla resultante fue referida como mezcla 1-5).

60 El diámetro medio en volumen de las microcápsulas resultantes fue de 19,6 µm, y la proporción del volumen total de microcápsulas con diámetros de partícula de 5 µm o inferior con respecto al volumen total de la totalidad de las microcápsulas fue de 8,6%, y la razón del volumen total de microcápsulas con diámetros de partículas de 50 µm o más de la misma fue de 0%.

## Ejemplos de ensayo

5 Cada una de las composiciones en suspensión acuosa obtenidas en los Ejemplos de Producción y Ejemplos de Producción Comparativos (cada una 0,5 g) se mezcló con agua (99,5 g). Esta mezcla se dejó en reposo sola a temperatura ambiente durante 2 horas. Después de eso, la mezcla se sometió a separación centrífuga a 3.000 rpm durante 15 minutos en un separador centrífugo. Se extrajo aproximadamente 1 ml del sobrenadante obtenido después de la separación centrífuga, y se analizaron 10 µl del sobrenadante extraído del mismo mediante cromatografía líquida de alta resolución para determinar la cantidad de clotianidina. Basándose en este valor analizado de clotianidina, se calcularon la cantidad de clotianidina contenida en el sobrenadante y la cantidad de 10 clotianidina envuelta en las microcápsulas. La razón de la cantidad de clotianidina envuelta en las microcápsulas que se encuentra después del ensayo, con respecto a la cantidad de clotianidina envuelta en las microcápsulas que se encuentra antes del ensayo se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1

	Razón de la cantidad de clotianidina en las microcápsulas después del ensayo (%)
Composición en suspensión acuosa 1	70
Composición en suspensión acuosa 2	68
Composición en suspensión acuosa comparativa 1	27
Composición en suspensión acuosa 3	61
Composición en suspensión acuosa 4	69
Composición en suspensión acuosa comparativa 2	19
Composición en suspensión acuosa 5	60
Composición en suspensión acuosa 6	66
Comparada composición en suspensión acuosa al 3	16
Composición en suspensión acuosa 7	67
Suspendida acuosa composición 8	71
Composición en suspensión acuosa comparativa 4	18

15 De acuerdo con el procedimiento de producción de la presente invención, se pueden producir microcápsulas que retrasan adicionalmente el tiempo para la liberación de un compuesto químico agrícola.

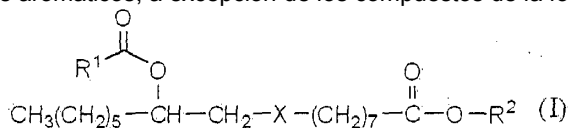


## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir una formulación para microcápsulas, que comprende las etapas de

- 5 (1) mantener una mezcla de los siguientes componentes constitutivos (a), (b) y (c) a una temperatura de 20-80°C durante 3 horas o más;  
 (2) añadir la mezcla resultante a una solución acuosa que contiene un poliol o una poliamina, para formar gotitas de líquido de la mezcla en la solución acuosa; y  
 (3) formar recubrimientos de un poliuretano o una poliurea alrededor de las gotitas de líquido:

- 10 • el componente constitutivo (a):  
 un compuesto químico agrícola;
- 15 • el componente constitutivo (b):  
 al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en compuestos éster y compuestos hidrocarbonados aromáticos, a excepción de los compuestos de la fórmula (I):



20 en donde X representa -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>- o -CH=CH-; R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y R<sup>2</sup> representa un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; y

- 25 • el componente constitutivo (c):  
 un poliisocianato.
- 30 2. El procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1, en donde la razón en peso del componente constitutivo (a) con respecto al componente constitutivo (b), es de 10/100 a 100/100.
- 35 3. El procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1 o 2, en donde el componente constitutivo (b) es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en adipatos y compuestos hidrocarbonados aromáticos.
- 40 4. El procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1 o 2, en donde el componente constitutivo (b) es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en adipato de diisobutilo, adipato de diisodecilo y metilnaftaleno.
- 45 5. El procedimiento descrito en una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en donde el compuesto químico agrícola es un compuesto químico agrícola sólido.
6. El procedimiento descrito en una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en donde el compuesto químico agrícola es un compuesto neonicotinoide.
7. El procedimiento descrito en cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en donde el compuesto químico agrícola es clotianidina.
8. Una formulación para microcápsulas producida mediante el procedimiento descrito en una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7.