

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 469**

51 Int. Cl.:

A01N 25/28	(2006.01)	A01P 7/04	(2006.01)
A01N 25/04	(2006.01)		
A01N 25/30	(2006.01)		
A01N 43/12	(2006.01)		
A01N 43/36	(2006.01)		
A01N 43/54	(2006.01)		
A01N 43/56	(2006.01)		
A01N 43/90	(2006.01)		
A01N 51/00	(2006.01)		
A01P 3/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.09.2010 PCT/JP2010/065457**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.03.2011 WO11030805**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.09.2010 E 10815400 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.10.2016 EP 2475246**

54 Título: **Microcápsula y método de producción de la misma**

30 Prioridad:

10.09.2009 JP 2009209063

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

21.02.2017

73 Titular/es:

**SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(100.0%)
27-1, Shinkawa 2-chome Chuo-ku
Tokyo 104-8260, JP**

72 Inventor/es:

**TSUDA, NAOKI y
OZAWA, MAYUKO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 602 469 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

Microcápsula y método de producción de la misma

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una microcápsula y a un método de producción de la misma.

Antecedentes de la invención

10 Como una microcápsula que contiene un compuesto pesticida de alta solubilidad en agua, se conoce una microcápsula en la cual una gotita de líquido está recubierta con una resina y donde en la gotita está suspendido un compuesto pesticida en un determinado tipo de éster de ácido graso (véase los documentos JP-A No. 2007-186497 y EP-A-1961303).

15 El documento WO 88/00184 divulga lactamas N-alquil sustituidas que son tensioactivas. Las lactamas tienen diversos usos que implican propiedades tensioactivas, tales como solubilidad, humectación, formación de viscosidad, formación de emulsiones, formación de espuma y/o formación de complejos.

20 El documento US 2009/0162409 divulga microcápsulas en las que una gotita de líquido en la cual está suspendido un compuesto pesticida sólido en terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpineol, acetato de dihidroterpineol o una mezcla de los mismos está recubierta con una resina.

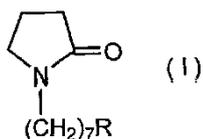
25 El documento WO 03/05116 divulga un insecticida microencapsulado que se prepara mediante polimerización interfacial de aceite en agua, donde dicho insecticida es un insecticida sólido a temperatura y presión ambiente que tiene una solubilidad limitada en disolventes orgánicos y la solubilidad es de hasta 100 mg/l en agua.

Divulgación de la invención

30 La presente invención proporciona una microcápsula novedosa que contiene un ingrediente pesticidamente activo de alta solubilidad en agua y un método de producción de la misma. Además, la presente invención proporciona una microcápsula que contiene simultáneamente un compuesto pesticida de alta solubilidad en agua y un compuesto pesticida de baja solubilidad en agua y un método de producción de la misma.

35 La presente invención se describe a continuación.

[1] Una microcápsula en la cual una gotita de líquido está recubierta con una resina, donde en la gotita, un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I):



40 donde R representa un grupo alquilo C1-C5.

45 [2] La microcápsula de acuerdo con el punto [1], donde el ingrediente sólido pesticidamente activo está compuesto de dos o más compuestos pesticidas sólidos.

[3] La microcápsula de acuerdo con el punto [2], donde dos o más compuestos pesticidas sólidos están compuestos de por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm.

50 [4] La microcápsula de acuerdo con el punto [1], donde el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto neonicotinoide.

55 [5] La microcápsula de acuerdo con el punto [1], donde el ingrediente sólido pesticidamente activo es clotianidina.

[6] La microcápsula de acuerdo con el punto [3], donde el compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm es clotianidina.

60 [7] La microcápsula de acuerdo con el punto [3], donde el compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm es furametpir.

[8] La microcápsula de acuerdo con uno cualquiera de los puntos [1] a [7], donde la resina es una resina de poliuretano o una resina de poliurea.

[9] Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I) definido en el punto [1],
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

[10] Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en una mezcla de un compuesto de fórmula (I) definido en el punto [1] y un poliisocianato,
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) el poliisocianato en la gotita de líquido se hace reaccionar con un poliol o una poliamina para formar una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

[11] Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en un compuesto de fórmula (I) definido en el punto [1],
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

[12] Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en un compuesto de fórmula (I) definido en el punto [1],
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se añade un tensioactivo aniónico a la emulsión que contiene la gotita de líquido, y luego, se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

[13] Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en una mezcla de un compuesto de fórmula (I) definido en el punto [1] y un poliisocianato,
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se añade un tensioactivo aniónico a la emulsión que contiene la gotita de líquido, y luego, el poliisocianato en la gotita de líquido se hace reaccionar con un poliol o una poliamina para formar una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

[14] El método de producción de una microcápsula de acuerdo con el punto [12] o [13], donde el tensioactivo aniónico es una sal de ácido ligninsulfónico.

La microcápsula de la presente invención es capaz de contener un compuesto pesticida de alta solubilidad en agua. La microcápsula de la presente invención es capaz de contener simultáneamente un compuesto pesticida de alta solubilidad en agua y un compuesto pesticida de baja solubilidad en agua.

Modo de llevar a cabo la invención

El ingrediente sólido pesticidamente activo de la presente invención está compuesto de por lo menos un compuesto pesticida sólido.

Este compuesto pesticida sólido es habitualmente un compuesto pesticidamente activo cuyo punto de fusión es 30 °C o más, preferiblemente 50 °C o más y es preferible un compuesto que tenga una solubilidad en un compuesto de fórmula (I) de 5 % en peso o menos.

El compuesto pesticida sólido incluye compuestos insecticidas, compuestos fungicidas, compuestos herbicidas, compuestos reguladores del crecimiento de insectos, compuestos reguladores del crecimiento de plantas y compuestos repelentes de insectos. Ejemplos específicos de los mismos incluyen los siguientes compuestos.

5 Ejemplos del compuesto insecticida incluyen compuestos de carbamato tales como propoxur, isoprocarb, xililcarb, metolcarb, XMC, carbarilo, pirimicarb, carbofurano, metomilo, fenoxicarb, alanicarb, metoxadiazona etcétera; compuestos de organofósforo tales como acefato, fentoato, vamidotona, triclorfona, monocrotofos, tetraclorvinfos, dimetilvinfos, fosadona, clorpirifos, clorpirifos-metilo, piridafentona, quinalfos, metidationa, metamidofos, dimetoato, azinfos-etilo, azinfos-metilo, salitiona etcétera; compuestos neonicotinoides tales como imidacloprid, nitenpiram, acetamiprid, clotianidina, tiametoxam etcétera; cartap, buprofezina, tiociclam, bensultap, fenoxicarb, fenazaquina, fenpiroximato, piridabeno, hidrametilnon, tiodicarb, clorfenapir, fenproximato, pimetozina, pirimidifeno, tebufenozida, tebufenpirad, triazamato, indoxacarb MP, sulfluramid, milbemectina, avermectina y p-diclorobenceno.

15 Ejemplos del compuesto fungicida incluyen compuestos de benzimidazol tales como benomilo, carbendazim, tiabendazol, tiofanato-metilo etcétera; compuestos de carbamato de fenilo tal como dietofencarb etcétera; compuestos de dicarboxiimida tales como procimidona, iprodiona, vinclozolina etcétera; compuestos de azol tales como diniconazol, epoxiconazol, tebuconazol, difenoconazol, ciproconazol, flusilazol, triadimefon, simeconazol etcétera; compuestos de acilalanina tal como metalaxilo etcétera; compuestos de carboxamida tales como furametpir, mepromilo, flutolanilo, tfluzamida, metalaxilo etcétera; compuestos de organofósforo tales como triclofos-metilo, fosetilo, pirazofos etcétera; compuestos de anilino-pirimidina tales como pirimetanilo, mepanipirim, ciprodinilo etcétera; compuestos de fenilpirrol tal como fludioxonilo etcétera; clortalonilo, acibenzolar-S-metilo, isoprotilano, diclomezina, pencicuron, fluorimidaz, ditianon, quinometionat, diflumetorim, triazina, acetato de iminocadina, acetato de iminocadina-albesilo, clorhidrato de propamocarb, ciazofamid, fexamid, ciflufenamida, tiadinilo, kasugamicina, manzeb, captano, folpet, triciclazol, piroquilon, probenazol, ftalida, cimoxanilo, dimetomorf, famoxadona, ácido oxolinico y sus sales, fluazinam, ferimzona y diclocimet.

30 Ejemplos del compuesto herbicida incluyen compuestos de triazina tales como simazina, atrazina, simetrina, prometrina, dimetametrina, cianidina, triaziflam, metribuzina, metamitron etcétera; compuestos de urea tal como isoproturona etcétera; compuestos de nitrilo tal como ioxinilo etcétera; compuestos de dinitroanilina tales como trifluralina, prodiamina, pendimetalina, orizalina etcétera; compuestos aromáticos de ácido carboxílico tales como dicamba, imazaquina, ditiopir, fentrazamida etcétera; compuestos de sulfonilurea tales como bensulfuron-metilo, etoxisulfuron, pirazosulfuron-etilo, azimsulfuron, halosulfuron-metilo, flazasulfuron, cinosulfuron, nicosulfuron, rimsulfuron, tifensulfuron-metilo, imazosulfuron, metosulfuron-metilo, ciclosulfamuron, sal sódica de trifloxisulfurona etcétera; sulfentrazona, paraquat, flumeturam, triflusulfuron-metilo, fenoxaprop-p-etilo, cihalofop-butilo, diflufenican, norflurazona, isoxaflutol, sal amoniacal de glufosinato, sales de glifosato, bentazona, mafenacet, propanilo, flumiclorac-pentilo y flumioxazina.

40 Ejemplos del compuesto regulador del crecimiento de insectos incluyen diflubenzurona, teflubenzurona, lufenurona, flufenoxurona, clorofluazurona, novalurona, tebufenozida, cromafenozida, metoxifenozida, buprofezina, ciromazina y piriproxifeno.

45 Ejemplos de los compuestos reguladores del crecimiento de plantas incluyen etefon, ácido indolbutírico, eticlozato, 1-naftilacetamida, 4-CPA, bencilaminopurina, forclorfenuron, giberelina, uniconazol P, clormequat, paclobutrazol, flurprimidol, trinexapac-etilo y daminozida.

50 El microencapsulamiento de acuerdo con la presente invención es posible incluso si el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto pesticida muy soluble en agua cuya solubilidad en agua a 20 °C es 100 mg/l o más, con la condición de que se suspenda en un compuesto de fórmula (I) y se disperse en la forma de una partícula sólida.

55 En la presente invención, en el caso de un ingrediente sólido pesticidamente activo a suspenderse en un compuesto de fórmula (I) y dispersarse en la forma de una partícula sólida, incluso si el ingrediente sólido pesticidamente activo está compuesto por dos o más compuestos pesticidas sólidos, estos dos o más compuestos pesticidas pueden estar contenidos simultáneamente en una microcápsula. En este caso, también puede ser permisible que por lo menos un compuesto pesticida sólido sea un compuesto pesticida muy soluble en agua cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido es un compuesto pesticida poco soluble en agua cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm. Es decir, la microcápsula de la presente invención también puede contener simultáneamente un compuesto pesticida sólido muy soluble en agua y un compuesto pesticida sólido poco soluble en agua como el ingrediente sólido pesticidamente activo.

60 Ejemplos del compuesto pesticida poco soluble en agua a utilizarse en la presente invención incluyen compuestos pesticidas cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 10 ppm.

65 Ejemplos del compuesto pesticida muy soluble en agua, cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm incluyen clotianidina, triciclazol, furametpir y ferimzona.

Ejemplos del compuesto pesticida poco soluble en agua cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm incluyen procimidona, flumioxazina y ftalida.

5 Ejemplos del compuesto de fórmula (I) incluyen compuestos de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo y compuestos de fórmula (I) en la cual R representa un grupo pentilo.

10 En la microcápsula de la presente invención, la gotita de líquido en la microcápsula es una suspensión de un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I). En la microcápsula de la presente invención, como el disolvente orgánico que constituye la gotita de líquido en la microcápsula, se puede utilizar individualmente un compuesto de fórmula (I). El disolvente orgánico que constituye la gotita de líquido en la microcápsula también puede ser una mezcla de un compuesto de fórmula (I) y otro disolvente orgánico.

15 La cantidad del ingrediente sólido pesticidamente activo en la gotita de líquido con respecto a la cantidad de un compuesto de fórmula (I) en peso es habitualmente de 5/100 a 100/100, preferiblemente de 5/100 a 40/100, aún más preferiblemente de 10/100 a 30/100.

20 En la presente invención, el diámetro de partícula de la partícula de ingrediente sólido pesticidamente activo suspendida en la gotita de líquido es habitualmente de 10 µm o menos, preferiblemente está en el intervalo de 100 nm a 5 µm en términos del diámetro medio en volumen. Es preferible que el volumen acumulativo de las partículas que tienen un diámetro de partícula de 20 µm o más sea 10 % o menos.

El diámetro medio en volumen puede ser medido, por ejemplo, por medio de un aparato Mastersizer 2000 (marca comercial de Malvern Instruments).

25 En la presente invención, el diámetro de partícula de la gotita de líquido en la microcápsula es aproximadamente el mismo que el tamaño de partícula de la microcápsula. El tamaño de partícula de la microcápsula está en el intervalo de habitualmente 1 a 80 µm, preferiblemente de 1 a 50 µm, en términos del diámetro medio en volumen.

30 En la presente invención, ejemplos de la resina para formar una película de recubrimiento de la microcápsula incluyen resinas de poliuretano, resinas de poliurea, resinas de poliamida, resinas de poliéster, resinas de aminoplástico, resinas de urea-formalina y resinas de melamina-formalina. En la presente invención, como la resina para formar una película de recubrimiento de la microcápsula, son preferibles las resinas de poliuretano o las resinas de poliurea desde el punto de vista de la estabilidad durante el almacenamiento de la microcápsula.

35 En la presente invención, la cantidad de la resina para formar una película de recubrimiento de la microcápsula está habitualmente en el intervalo de 0,01 a 30 % en peso con respecto a la cantidad total de la microcápsula.

40 El recubrimiento de la gotita de líquido con una resina se lleva a cabo habitualmente formando una película de recubrimiento de una resina por medio de un método de polimerización interfacial. El método para formar una película de recubrimiento de una resina por medio de un método de polimerización interfacial es un método en el cual una materia prima soluble en aceite entre dos materias primas que forman una resina se disuelve previamente en una suspensión de un ingrediente sólido pesticidamente activo, mientras que una materia prima soluble en agua entre dos materias primas que forman una resina se disuelve previamente en agua para dispersar la suspensión y se produce una reacción de polimerización de estas dos materias primas en una zona interfacial entre la gotita de líquido suspendida y el agua. El espesor de una película de recubrimiento se puede calcular a partir del diámetro de partícula de la gotita de líquido y la cantidad de la resina que constituye la película de recubrimiento.

45 La resina de poliuretano a utilizarse como una película de recubrimiento de la microcápsula de la presente invención se obtiene habitualmente al hacer reaccionar un poliisocianato y un polioliol.

50 La resina de poliurea a utilizarse como una película de recubrimiento de la microcápsula de la presente invención se obtiene habitualmente al hacer reaccionar un poliisocianato y una poliamina.

55 Ejemplos del poliisocianato incluyen hexametilen diisocianato, aducto de hexametilen diisocianato y trimetilolpropano, condensado de Biuret de tres moléculas de hexametilen diisocianato, un aducto de toliilen diisocianato y trimetilolpropano, un condensado de isocianurato de toliilen diisocianato, un condensado de isocianurato de hexametilen diisocianato, un condensado de isocianurato de isofoforona diisocianato; un prepolímero de isocianurato en el cual una parte de isocianato del hexametileno diisocianato constituye un cuerpo de isocianurato junto con dos moléculas de toliilen diisocianato y otra parte de isocianato del mismo constituye un cuerpo de isocianurato junto con otras dos moléculas de hexametilen diisocianato; 4,4'-metilenebis(ciclohexil-isocianato) y trimetil-hexametilen diisocianato. En la presente invención, se hace uso preferiblemente de un aducto de toliilen diisocianato y trimetilolpropano, un condensado de isocianurato de toliilen diisocianato, un condensado de isocianurato de hexametilen diisocianato o un condensado de isocianurato de isofoforona diisocianato.

65 Ejemplos del polioliol incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol y ciclopropanodiol. Los ejemplos de la poliamina incluyen etilendiamina, hexametilendiamina, dietilentriamina y trietilentetramina.

La microcápsula de la presente invención se utiliza como una composición pesticida en la forma de una composición de suspensión acuosa dispersada en agua. En la composición pesticida, la microcápsula se dispersa en agua, además, si es necesario, se añaden aditivos tal como un agente espesante, agente anti-congelante, agente conservante, agente para controlar la densidad relativa. El peso del agua en la composición pesticida es habitualmente de 0,3 a 3 veces con respecto al peso de la microcápsula.

A continuación, se describirá el método de producción de una microcápsula de la presente invención.

Este método comprende (1) una primera etapa en la cual un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I), (2) una segunda etapa en la cual la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua y (3) una tercera etapa en la cual se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

La etapa en la cual un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I) se puede llevar a cabo, por ejemplo, por medio de los siguientes métodos (a) y (b).

(a) Un método para pulverizar en seco un ingrediente sólido pesticidamente activo y mezclar el ingrediente sólido pesticidamente activo, pulverizado con un compuesto de fórmula (I).

Ejemplos del método para pulverizar en seco un ingrediente sólido pesticidamente activo incluyen la pulverización en molino de aire y la pulverización mecánica. En la pulverización en seco de un ingrediente sólido pesticidamente activo, se puede utilizar un pulverizador. Ejemplos del pulverizador incluyen el pulverizador de chorro tipo JOM-010I (fabricado por Seishin Enterprise Co., Ltd.) y el molino de chorro inverso (fabricado por Hosokawa Micron Corporation). En la presente invención, un ingrediente sólido pesticidamente activo se pulveriza habitualmente en un diámetro medio en volumen de 10 μm o menos, preferiblemente en un diámetro medio en volumen en el intervalo de 100 nm a 5 μm , por medio de pulverización en seco. En el ingrediente sólido, pesticidamente activo pulverizado, es preferible que el volumen acumulativo de partículas que tienen un diámetro de partícula de 20 μm o más sea 10 % o menos.

Al mezclar el ingrediente sólido pesticidamente activo pulverizado por medio de la pulverización en seco con un compuesto de fórmula (I) y agitar adicionalmente la mezcla, se puede obtener una suspensión en la cual el ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en el compuesto de fórmula (I). Cuando el ingrediente sólido pesticidamente activo está compuesto por dos o más compuestos pesticidas sólidos, también es posible pulverizar los dos o más compuestos pesticidas sólidos por medio de la pulverización en seco, permitiendo de ese modo que dos o más de los compuestos pesticidas, sólidos, pulverizados queden suspendidos en un compuesto de fórmula (I).

(b) Un método para pulverizar en húmedo un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I).

La etapa en la cual un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I) se puede llevar a cabo al pulverizar en húmedo un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I).

Ejemplos del método para pulverizar en húmedo un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I) incluyen métodos en los cuales a un compuesto de fórmula (I) se añade un ingrediente sólido pesticidamente activo, y si es necesario, cuentas para la pulverización etcétera, y la mezcla se pulveriza en húmedo utilizando un pulverizador. Ejemplos del pulverizador a utilizarse incluyen molinos tal como un molino de cuentas, un molino de bolas, un molino de rodillos etcétera. Ejemplos específicos del pulverizador incluyen DynoMill (fabricado por WillyA. Bachofen Ag. Maschinenfabrik), molino coloidal (fabricado por Primix Corporation) y molino Gamma Grain Mill (fabricado por Asada Iron Works Co., Ltd.). Como un homogeneizador de tipo rotor-estator, por ejemplo, se puede mencionar específicamente el homogeneizador POLYTRON (fabricado por Kinematica AG).

En la presente invención, un ingrediente sólido pesticidamente activo se pulveriza habitualmente en un diámetro medio en volumen de 10 μm o menos, preferiblemente en un diámetro medio en volumen en el intervalo de 100 nm a 5 μm , por medio de la pulverización en húmedo. En el ingrediente sólido pesticidamente activo pulverizado, es preferible que el volumen acumulado de partículas que tienen un diámetro de partícula de 20 μm o más sea 10 % o menos. Cuando el ingrediente sólido pesticidamente activo está compuesto por dos o más compuestos pesticidas sólidos, también es posible que a un compuesto de fórmula (I) se añada dos o más de los compuestos pesticidas sólidos, y si es necesario, cuentas para la pulverización etcétera, y la mezcla se pulveriza en húmedo utilizando un pulverizador.

La operación de pulverización de un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I) también se puede producir por medio de dos o más operaciones. Por ejemplo, en la pulverización de un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I), también es posible pulverizar de manera gruesa un ingrediente sólido pesticidamente activo en una primera operación y pulverizar más finamente un ingrediente sólido pesticidamente activo en una segunda operación. Como método para llevar a cabo la operación de pulverización de un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I) en dos operaciones, por ejemplo, se menciona un método en el cual se utiliza un homogeneizador de tipo de rotor-estator como el pulverizador en la

primera operación y un molino en la segunda operación.

El ingrediente sólido pesticidamente activo a ser suspendido en un compuesto de fórmula (I) en la primera etapa puede estar compuesto por un compuesto pesticida sólido, individual o puede estar compuesto por dos o más compuestos pesticidas sólidos. En el caso de dos o más compuestos pesticidas sólidos, también puede ser posible una combinación de por lo menos un compuesto pesticida sólido, muy soluble en agua y por lo menos un compuesto pesticida sólido, poco soluble en agua.

Cuando la resina para formar una película de recubrimiento es una resina de poliuretano o una resina de poliurea, la suspensión a utilizarse en la segunda etapa se puede obtener por medio de los siguientes métodos.

(1) Un método en el cual se suspende un ingrediente sólido pesticidamente activo en una mezcla de un compuesto de fórmula (I) y un poliisocianato.

(2) Un método en el cual se añade un poliisocianato en una suspensión preparada por suspensión de un ingrediente sólido pesticidamente activo en un compuesto de fórmula (I).

Es preferible que la suspensión obtenida en la primera etapa se utilice rápidamente en la etapa subsiguiente.

Para preparar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua al mezclar la suspensión y agua en la segunda etapa, es habitual que la suspensión obtenida en la primera etapa se añada al agua y la agitación se realice utilizando una máquina agitadora. Ejemplos de la máquina agitadora utilizada en este caso incluyen máquinas agitadoras tales como una máquina agitadora de hélices, máquina agitadora de turbina, máquina agitadora de cizalladura a alta velocidad etcétera, y ejemplos específicos de la máquina agitadora incluyen T.K. Homo Mixer (fabricada por PRIMIX Corporation), Clearmix (fabricada por M Technique Co., Ltd.), homogeneizador POLYTRON y homogeneizador MEGATRON (KINEMATICA).

En cuanto a la relación en peso entre la suspensión y el agua, la cantidad de agua está habitualmente en el intervalo de 0,8 a 2 veces con respecto al peso de la suspensión. Es preferible utilizar agua desionizada como el agua a ser mezclada con la suspensión. En el agua a ser mezclada con la suspensión, si es necesario, se pueden añadir aditivos tal como un agente espesante, agente anti-congelante, conservante, agente para controlar la densidad relativa.

Ejemplos del agente espesante incluyen polisacáridos naturales tales como goma de xantano, goma de Rhamsan, goma de algarroba, carragenina, goma Welan etcétera, polímeros sintéticos tales como poli(alcohol vinílico), polivinilpirrolidona, poliácido de sodio etcétera, polímeros semi-sintéticos tales como carboximetilcelulosa etcétera, polvos minerales tales como silicato de aluminio-magnesio, esmectita, bentonita, hectorita, sílice seca etcétera y sol de alúmina. Ejemplos del agente anti-congelante incluyen propilenglicol. Ejemplos del conservante incluyen ésteres de p-hidroxibenzoato, derivados de ácido salicílico y derivados de isotiazolona. Ejemplos del agente para controlar la densidad relativa incluyen sales solubles en agua tal como sulfato de sodio etcétera, y compuestos solubles en agua tal como urea etcétera.

La suspensión tiene una viscosidad baja, de esta manera, cuando la suspensión y el agua se mezclan por medio de una máquina agitadora, se dispersa de manera relativamente fácil en agua para formar gotitas de líquido oleoso. Puesto que no se requiere una agitación fuerte en la dispersión, existen pocas restricciones en cuanto al equipo para llevar a cabo esta etapa. También en el caso del uso de un ingrediente sólido pesticidamente activo que tiene alta solubilidad en agua, el ingrediente pesticidamente activo se mantiene como una partícula sólida en un compuesto de fórmula (I), de esta manera, el ingrediente sólido pesticidamente activo se mueve escasamente en una fase acuosa y se pueden preparar gotitas de líquido.

Cuando la resina para formar una película de recubrimiento es una resina de poliuretano, se añade previamente un poliol en agua para dispersar la suspensión o se añade un poliol en una fase acuosa después de la segunda etapa. Cuando la resina para formar una película de recubrimiento es una resina de poliurea, se añade previamente una poliamina en agua para dispersar la suspensión o se añade posteriormente una poliamina después de la segunda etapa.

Es preferible que la dispersión en agua de la gotita de líquido obtenida en la segunda etapa se utilice rápidamente en la etapa subsiguiente.

Cuando por lo menos un compuesto pesticida sólido, muy soluble en agua y por lo menos un compuesto pesticida sólido, poco soluble en agua están contenidos simultáneamente en una microcápsula, es preferible añadir un tensioactivo aniónico a la dispersión en agua de la gotita de líquido obtenida en la segunda etapa antes de realizar la tercera etapa. Por medio de la adición de un tensioactivo aniónico se estabiliza la gotita de líquido en la dispersión en agua.

Ejemplos del tensioactivo aniónico incluyen sal sódica de ácido ligninsulfónico, condensado de naftalensulfonato de sodio-formalina, condensado de alquilnaftalensulfonato de sodio-formalina, poliácido de sodio, copolímero de

poliacrilato de sodio-maleato de sodio y poliestirensulfonato de sodio. La cantidad del tensioactivo aniónico a ser utilizada en la producción de una microcápsula de la presente invención se encuentra habitualmente en el intervalo de 0,1 a 10 % en peso con respecto a la dispersión en agua de las gotitas de líquido oleoso obtenidas en la segunda etapa.

5 En la tercera etapa, el método para formar una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido no está restringido particularmente y se pueden utilizar métodos de microencapsulamiento habituales tal como un método de polimerización interfacial, un método de polimerización *in situ* etcétera. El método de polimerización interfacial se lleva a cabo, por ejemplo, calentando una dispersión en agua de gotitas de líquido oleoso que contienen materias primas añadidas previamente a una temperatura a la cual progresa una reacción de polimerización, añadiendo una de las materias primas que forman una resina a una fase acuosa de una dispersión en agua de gotitas de líquido oleoso o activando una de las materias primas que forman una resina por medio de la regulación de pH.

15 Cuando la resina para formar una película de recubrimiento es una resina de poliuretano, por ejemplo, una dispersión en agua de gotitas de líquido oleoso se calienta de 40 a 80 °C mientras que se agita y se mantiene durante de aproximadamente 0,5 a 48 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de una resina de poliuretano alrededor de la gotita de líquido.

20 Cuando la resina para formar una película de recubrimiento es una resina de poliurea, por ejemplo, una dispersión en agua de gotitas de líquido oleoso se mantiene de 0 a 50 °C durante de aproximadamente 0,5 a 48 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de una resina de poliurea alrededor de la gotita de líquido.

25 En la composición de suspensión acuosa de microcápsulas obtenida de esta manera, la mayoría de ingredientes sólidos pesticidamente activos están presentes como una partícula sólida en la microcápsula y la cantidad de ingredientes pesticidamente activos que están disueltos o suspendidos en agua fuera de la película de recubrimiento de la microcápsula es muy pequeña en comparación con la cantidad total de ingrediente pesticidamente activo.

30 La composición de suspensión acuosa de microcápsulas de la presente invención obtenida por medio del método descrito anteriormente también se puede utilizar como una preparación en polvo de microcápsulas por medio de la separación por centrifuga, filtración, secado por pulverización etcétera. Además, a esta composición de suspensión acuosa de microcápsula se puede añadir adicionalmente un agente espesante, agente anticongelante, conservante, agente para controlar la densidad relativa, agua etcétera.

35 La microcápsula de la presente invención se utiliza, por ejemplo, como una composición pesticida que contiene un ingrediente sólido pesticidamente activo en una cantidad de 0,1 a 30 % en peso basado en la cantidad total de composición de suspensión acuosa.

40 Cuando el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto insecticida, una composición pesticida que contiene una microcápsula de la presente invención se aplica por medio de pulverización, por ejemplo, a una plaga de insectos, en una proporción de aproximadamente 0,1 a 1.000 g/1.000 m², preferiblemente de aproximadamente 1 a 100 g/1.000 m² en términos de la cantidad del ingrediente sólido pesticidamente activo.

45 Cuando el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto fungicida, una composición pesticida que contiene una microcápsula de la presente invención se aplica por medio de pulverización, por ejemplo, a una planta a la cual afecta una enfermedad de plantas o a una planta a la cual afectará una enfermedad de plantas, en una proporción de aproximadamente 0,1 a 1.000 g/1.000 m², preferiblemente de aproximadamente 1 a 100 g/1.000 m² en términos de la cantidad del ingrediente sólido pesticidamente activo.

50 Cuando el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto herbicida, se aplica una composición pesticida que contiene una microcápsula de la presente invención mediante pulverización, por ejemplo, a una maleza o un hábitat donde se desarrollará una maleza, en una proporción de aproximadamente 0,1 a 1.000 g/1.000 m², preferiblemente de aproximadamente 1 a 100 g/1.000 m² en términos de la cantidad del ingrediente sólido pesticidamente activo.

55 Ejemplos

La presente invención se explicará por medio de los siguientes ejemplos, pero la presente invención no está limitada a estos ejemplos.

60 Primero, los ejemplos se muestran para la producción de una microcápsula de la presente invención.

Ejemplo 1

65 Se pulverizó en seco clotianidina mediante un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101 (fabricado por Seishin Enterprise Co., Ltd.). El diámetro medio en volumen de la clotianidina pulverizada (en lo sucesivo, referido

como clotianidina pulverizada) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución del tamaño de las partículas en modo de láser Mastersizer 2000 (fabricado por Malvern Instruments Ltd.) para determinar un valor de 2,8 µm.

- 5 A 10 g de la clotianidina pulverizada se añadieron 30 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo y 0,2 g de un poliisocianato (Desmodur L75; fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 20 minutos hasta obtener una suspensión.

- 10 A 1.840 g de agua desionizada se añadieron 160 g de poli(alcohol vinílico) (Arabiccol SS), fabricado por San-Ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos, para obtener una solución acuosa al 8 % de poli(alcohol vinílico) (en lo sucesivo referido como la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico)). A 60 g de la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico) se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (fabricada por PRIMIX Corporation; 3.000 rpm) durante 25 minutos, para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 0,06 g de dietilentriamina. Esta mezcla se aisló térmicamente a 50 °C durante 3 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de una poliurea alrededor de las gotitas de líquido oleoso para obtener una suspensión acuosa de microcápsulas.

- 20 A 88,64 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum; fabricados por Vanderbilt Co., Ltd.) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S; fabricada por CP Kelco) y 10 g de propilenglicol y la mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se añadió 0,2 g de un conservante (Proxel GXL, fabricado por Arch Chemicals Inc.) a esta mezcla para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión acuosa de microcápsulas descrita anteriormente para obtener una formulación de suspensión acuosa que contiene clotianidina en una proporción de 5 %.

Ejemplo 2

- 30 Una formulación de suspensión acuosa que contiene clotianidina en una proporción de 5 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que los 30 g del compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo se cambiaron por 30 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo pentilo.

Ejemplo 3

- 35 La ferimzona se pulverizó en seco por medio de un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101. El diámetro medio en volumen de la ferimzona pulverizada (en lo sucesivo referido como ferimzona pulverizada) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución de tamaño de partícula en modo de láser Mastersizer 2000 para determinar un valor de 3,1 µm.

- 40 Una formulación de suspensión acuosa que contiene ferimzona en una proporción de 5 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que los 10 g de la clotianidina pulverizada se cambiaron por 10 g de ferimzona pulverizada.

Ejemplo 4

- Una formulación de suspensión acuosa que contiene ferimzona en una proporción de 5 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 3 excepto que los 30 g del compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo se cambiaron por 30 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo pentilo.

Ejemplo 5

- 55 Se pulverizó en seco triciclazol mediante un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101. El diámetro medio en volumen del triciclazol pulverizado (en lo sucesivo referido como triciclazol pulverizado) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución de tamaño de partícula en modo de láser Mastersizer 2000 para determinar un valor de 2,4 µm.

- 60 Una formulación de suspensión acuosa que contiene triciclazol en una proporción de 5 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que los 10 g de clotianidina pulverizada se cambiaron por 10 g de triciclazol pulverizado.

Ejemplo 6

- 65 Una formulación de suspensión acuosa que contiene triciclazol en una proporción de 5 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto que los 10 g de la clotianidina pulverizada se cambiaron por 10 g de triciclazol pulverizado.

Ejemplo 7

5 A 7,5 g de ferimzona pulverizada, 7,5 g de triciclazol pulverizado y 3,3 g de clotianidina pulverizada se añadieron 43 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo y 0,2 g de un poliisocianato (Desmodur L75) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 20 minutos hasta obtener una suspensión.

10 A 92 g de la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico) se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (3.000 rpm) durante 5 minutos, para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 0,06 g de dietilentriamina y 4 g de sal sódica de ácido ligninsulfónico (New Calgen WG4; fabricada por Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.). Esta mezcla se aisló térmicamente a 50 °C durante 3 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de una poliurea alrededor de gotitas de líquido oleoso, para obtener una suspensión de microcápsulas.

15 A 31,34 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S) y 10 g de propilenglicol y la mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se añadió 0,2 g de un conservante (Proxel GXL) a esta mezcla para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión de microcápsulas descrita anteriormente para obtener una formulación de suspensión acuosa que contiene ferimzona en una proporción de 3,75 %, triciclazol en una proporción de 3,75 % y clotianidina en una proporción de 1,65 %.

Ejemplo 8

25 Una formulación de suspensión acuosa que contiene ferimzona en una proporción de 3,75 %, triciclazol en una proporción de 3,75 % y clotianidina en una proporción de 1,65 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que los 43 g del compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo se cambiaron por 43 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo pentilo.

30 Ejemplo 9

35 Se pulverizó en seco furametpir por medio de un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101. El diámetro medio en volumen del furametpir pulverizado (en lo sucesivo referido como furametpir pulverizado) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución de tamaño de partícula en modo de láser Mastersizer 2000 para determinar un valor de 2,8 µm.

40 La flumioxazina se pulverizó en seco por medio de un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101. El diámetro medio en volumen de la flumioxazina pulverizada (en lo sucesivo referido como flumioxazina pulverizada) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución del tamaño de las partículas en modo de láser Mastersizer 2000 para determinar un valor de 3,5 µm.

45 A 6 g de furametpir pulverizado y 6 g de flumioxazina pulverizada se añadieron 42 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo y 0,04 g de un poliisocianato (Desmodur L75) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 20 minutos para obtener una suspensión.

50 A 70,2 g de la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico) se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (3.000 rpm) durante 5 minutos, para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 0,03 g de dietilentriamina y 2 g de sal sódica de ácido ligninsulfónico (New Calgen WG4). Esta mezcla se aisló térmicamente a 50 °C durante 3 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de una poliurea alrededor de las gotitas de líquido oleoso para obtener una suspensión de microcápsulas.

55 A 62,63 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S) y 10 g de propilenglicol y la mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se añadió 0,2 g de un conservante (Proxel GXL) a esta mezcla para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión de microcápsulas descrita anteriormente para obtener una formulación de suspensión acuosa que contenía furametpir en una proporción de 3 % y flumioxazina en una proporción de 3 %.

60 Ejemplo 10

65 Se pulverizó en seco ftalida por medio de un aparato de pulverización a chorro de tipo JOM-0101. El diámetro medio en volumen de la ftalida pulverizada (en lo sucesivo referido como ftalida pulverizada) se midió por medio de un instrumento de medición de la distribución del tamaño de las partículas en modo de láser Mastersizer 2000 para determinar un valor de 3,8 µm.

Una formulación de suspensión acuosa que contenía ferimzona en una proporción de 3,75 %, ftalida en una proporción de 3,75 % y clotianidina en una proporción de 1,65 % se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que los 7,5 g de la ferimzona pulverizada, 7,5 g del triciclazol pulverizado y 3,3 g de la clotianidina pulverizada se cambiaron por 7,5 g de ferimzona pulverizada, 7,5 g de ftalida pulverizada y 3,3 g de clotianidina pulverizada.

Ejemplo 11

A 6 g de procimidona pulverizada y 6 g de furametpir pulverizado se añadieron 42 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo metilo y 0,2 g de poliisocianato (Desmodur L75) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 20 minutos para obtener una suspensión.

A 70,2 g de la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico) se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (3.000 rpm) durante 5 minutos para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 0,2 g de etilenglicol y 4 g de sal sódica de ácido ligninsulfónico (New Calgen WG4). Esta mezcla se aisló térmicamente a 65 °C durante 24 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de un poliuretano alrededor de las gotitas de líquido oleoso para obtener una suspensión acuosa de microcápsulas.

A 60,3 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S; fabricada por CP Kelco) y 10 g de propilenglicol y esta mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se añadió 0,2 g de un conservante (Proxel GXL) a esta mezcla para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión acuosa de microcápsulas descrita anteriormente para obtener una formulación de suspensión acuosa que contenía procimidona en una proporción de 3 % y furametpir en una proporción de 3 %.

Ejemplo 12

A 4 g de procimidona pulverizada, 4 g de furametpir pulverizado y 4 g de ftalida pulverizada se añadieron 42 g de un compuesto de fórmula (I) en la cual R representa un grupo pentilo y 0,2 g de un poliisocianato (Desmodur L75) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 20 minutos para obtener una suspensión.

A 80 g de la presente solución acuosa de poli(alcohol vinílico) se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (3.000 rpm) durante 5 minutos para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 0,2 g de etilenglicol y 4 g de sal sódica de ácido ligninsulfónico (New Calgen WG4). Esta mezcla se aisló térmicamente a 65 °C durante 24 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de un poliuretano alrededor de gotitas de líquido oleoso para obtener una suspensión acuosa de microcápsulas.

A 50,5 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S) y 10 g de propilenglicol y esta mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se añadió 0,2 g de un conservante (Proxel GXL1) a esta mezcla, para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión acuosa de microcápsulas descrita anteriormente, para obtener una formulación de suspensión acuosa que contenía procimidona en una proporción de 2 %, furametpir en una proporción de 2 % y ftalida en una proporción de 2 %.

Ejemplo comparativo 1

A 10 g de clotianidina pulverizada se añadió 48 g de O-acetil-ricinoleato de metilo (RIC-CIZER C-101; fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd.) y 13,2 g de un poliisocianato (Desmodur L75; fabricado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una suspensión.

A 83,82 g de agua desionizada se añadió 6,7 g de goma arábica (Arabiccol SS; fabricado por San-Ei Yakuin Boeki Co., Ltd.) y la mezcla se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una fase acuosa. A esta fase acuosa se añadió la suspensión descrita anteriormente y la mezcla se agitó por medio de una mezcladora T.K. Auto Homo Mixer (fabricada por PRIMIX Corporation; 4.000 rpm) durante 5 minutos, para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua. A la mezcla resultante se añadió 1,22 g de dietilentriamina. Esta mezcla se aisló térmicamente a 50 °C durante 3 horas, formando de ese modo una película de recubrimiento de poliurea alrededor de las gotitas de líquido oleoso, para obtener una suspensión acuosa de microcápsulas.

A 27,66 g de agua desionizada se añadió 0,6 g de silicato de aluminio-magnesio (gránulos Veegum; fabricados por Vanderbilt Co., Inc.) y esta mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 60 minutos. A la mezcla resultante se añadió 0,3 g de goma de xantano (Kelzan S; fabricada por CP Kelco) y 10 g de propilenglicol y la mezcla se agitó a 60 °C durante 60 minutos. Esta mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y a esta mezcla se añadió 0,2 g de un

conservante (Proxel GXL; fabricado por Arch Chemicals Inc.) para proporcionar una solución acuosa de agente espesante. Esta solución acuosa de agente espesante se añadió a la suspensión acuosa de microcápsulas descrita anteriormente para obtener una formulación de suspensión acuosa que contenía clotianidina en una proporción de 7,5 %.

5 Ejemplo de prueba

10 La formulación de suspensión acuosa que contenía clotianidina obtenida en el Ejemplo 1 y la formulación de suspensión acuosa que contenía clotianidina obtenida en el Ejemplo Comparativo 1 se diluyeron con agua que contenía un agente de esparcimiento (Dine; fabricado por Sumitomo Chemical Garden Products Inc.) en una cantidad de 1/5000 (v/v) con el fin de proporcionar una concentración de clotianidina de 50 ppm y una concentración de clotianidina de 100 ppm, respectivamente. En esta solución diluida, se sumergieron hojas de col durante 60 segundos. Las hojas de col se secaron al aire suficientemente. Las hojas de col se colocaron en una taza de polietileno que tenía un volumen de 240 ml. En esta taza de polietileno, se colocaron 20 larvas de primer estadio instar de *Plutella xylostella*. El número de insectos que sobrevivieron se verificó 2 días después y 5 días después y el valor de control se calculó por medio de la siguiente fórmula (se repitió dos veces).

Fórmula: valor de control = $100 \times (A - B) / A$

20 A: tasa de supervivencia de *Plutella xylostella* en un área no tratada con agente de tratamiento
B: tasa de supervivencia de *Plutella xylostella* en un área tratada con agente de tratamiento

Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

25

Agente de tratamiento usado	Concentración (ppm)	2 días después	5 días después
		Valor de control	
Ejemplo 1	50	100	100
	100	100	100
Ejemplo comparativo 1	50	13.8	40
	100	24,1	80

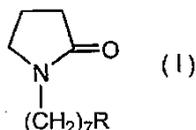
Aplicabilidad industrial

30 La microcápsula de la presente invención es útil como una formulación de un ingrediente sólido pesticidamente activo.

REIVINDICACIONES

1. Una microcápsula en la cual una gotita de líquido está recubierta con una resina, donde en la gotita, un ingrediente sólido pesticidamente activo está suspendido en un compuesto de fórmula (I):

5



donde R representa un grupo alquilo C1-C5.

10 2. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1, donde el ingrediente sólido pesticidamente activo está compuesto por dos o más compuestos pesticidas sólidos.

3. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 2, donde los dos o más compuestos pesticidas sólidos están compuestos por al menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y al menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm.

15

4. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1, donde el ingrediente sólido pesticidamente activo es un compuesto neonicotinoide.

20 5. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1, donde el ingrediente sólido pesticidamente activo es clotianidina.

6. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 3, donde el compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm es clotianidina.

25

7. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 3, donde el compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm es furametpir.

8. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1, donde la resina es una resina de poliuretano o una resina de poliurea.

30

9. Un método de producción de una microcápsula, donde

- (1) un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en un compuesto de fórmula (I) definido en la reivindicación 1,
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

35

10. El método de producción de una microcápsula de acuerdo con la reivindicación 9, donde

- (1) un ingrediente sólido pesticidamente activo se suspende en una mezcla de un compuesto de fórmula (I) definido en la reivindicación 1 y un poliisocianato,
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) el poliisocianato en la gotita de líquido se hace reaccionar con un poliol o una poliamina para formar una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

45

11. El método de producción de una microcápsula de acuerdo con la reivindicación 9, donde

- (1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en un compuesto de fórmula (I) definido en la reivindicación 1,
- (2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,
- (3) se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

50

55

12. El método de producción de una microcápsula de acuerdo con la reivindicación 9, donde

- (1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en un compuesto de fórmula (I) definido en la reivindicación 1,

60

(2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,

(3) se añade un tensioactivo aniónico a la emulsión que contiene la gotita de líquido, y luego, se forma una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

5

13. El método de producción de una microcápsula de acuerdo con la reivindicación 9, donde

(1) por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es mayor que 100 ppm y por lo menos un compuesto pesticida sólido cuya solubilidad en agua a 20 °C es menor que 30 ppm se suspenden en una mezcla de un compuesto de fórmula (I) definido en la reivindicación 1 y un poliisocianato,

10

(2) la suspensión resultante se mezcla con agua para proporcionar gotitas de líquido oleoso emulsionadas en agua,

(3) se añade un tensioactivo aniónico a la emulsión que contiene la gotita de líquido, y luego, el poliisocianato en la gotita de líquido se hace reaccionar con un poliol o una poliamina para formar una película de recubrimiento de una resina alrededor de la gotita de líquido.

15

14. El método de producción de una microcápsula de acuerdo con la reivindicación 12 o la reivindicación 13, donde el tensioactivo aniónico es una sal de ácido ligninsulfónico.