



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 622 560

(51) Int. CI.:

A01N 25/28 A01N 65/28

(2006.01) A01P 3/00 (2009.01) A01P 1/00

PCT/IL2009/000789

(2006.01)

(2006.01)

A01N 65/22

(2009.01) (2009.01)

A01N 65/26 A01N 43/90

(2006.01)

A01N 43/40

(2006.01)

A01N 65/12 A01N 65/06

(2009.01)

A01P 17/00

(2006.01)

A01P 7/04

(2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

11.08.2009 (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional:

18.02.2010 WO10018576

(87) Fecha y número de publicación internacional:

11.08.2009

E 09787528 (0)

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea:

18.01.2017

EP 2330890

- (54) Título: Composiciones microcapsulares de base sólida y usos de las mismas
- (30) Prioridad:

11.08.2008 US 87755 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 06.07.2017

(73) Titular/es:

Botanocap Ltd. (100.0%) P.O.Box 7284 78172 Ashkelon, IL

(72) Inventor/es:

MARKUS, ARIE; LINDER, CHARLES y STRONGIN, PNINA

(74) Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

Composiciones microcapsulares de base sólida y usos de las mismas

Descripción

FONDO

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

[0001] Se ha sabido durante muchos años que los aceites esenciales tienen diferentes propiedades deseadas, tales como: propiedades antisépticas, desinfectantes, antifúngicas, antibacterianas, etc. Por consiguiente, los aceites esenciales se han utilizado como productos naturales para un número de usos. A lo largo de los años, han sido sustituidos por agentes químicos sintéticos menos costosos pero efectivos, pero debido a la toxicidad y los efectos ambientales de estos productos químicos sintéticos, existe un creciente interés en utilizar una vez más los agentes naturales del aceite esencial. Este objetivo requiere el desarrollo de formulaciones que combinen las propiedades deseadas de los aceites esenciales naturales a la vez que concuerdan con la eficacia de agentes sintéticos, a un bajo coste. Esto requiere que los aceites esenciales se formulen en vehículos de velocidad de liberación controlada rentables que liberan los aceites esenciales a concentraciones bajas pero eficaces. También requiere que las entidades que portan el aceite esencial se formulen fácilmente en configuraciones para una aplicación dada.

[0002] El documento WO 04/098767, por los inventores de la presente solicitud, describe un procedimiento para la preparación de microcápsulas de aceites esenciales por encapsulación de un aceite esencial a través de polimerización interfacial, por lo cual se forma una lámina de poliurea y/o poliuretano alrededor de las gotas de aceite de líquido esencial. Estas microcápsulas pueden utilizarse como productos desinfectantes para el mercado de consumo como limpiadores de superficies duras, detergentes para la ropa y suavizantes, como pesticidas, repelentes de insectos y como agentes antivirales o antifúngicos.

[0003] WO 06/07756, también por los inventores de la presente solicitud, describe formulaciones agrícolas de microcápsulas de aceites esenciales y usos de los mismos, que también se prepararon mediante polimerización interfacial, y comprenden una combinación de un aceite esencial volátil y un no volátil portador. Las microcápsulas eran un núcleo líquido de aceite esencial opcionalmente con aditivos y otros agentes activos tales como IGR.

[0004] Más recientemente, el documento WO 07/094000, también por los inventores de la presente solicitud, describe un método acuoso ("verde") para la preparación de microcápsulas que comprenden aceites esenciales, por mezcla de al menos un ácido alcanoico con al menos un aceite esencial; se añade una solución básica acuosa para obtener una suspensión; y se mezcla en esta suspensión una solución salina acuosa que comprende un catión multivalente, que se compleja con los grupos ácidos de los ácidos alcanoicos.

[0005] Existe una necesidad de desarrollar nuevas formulaciones que serían más adecuadas para hacer frente a las características esenciales de microcápsulas que necesitan las diferentes industrias.

[0006] Por ejemplo, cultivos tales como plátanos, mangos, pimientos y zanahorias a menudo se contaminan biológicamente por bacterias y/u hongos después de la cosecha. La contaminación puede iniciarse antes de la cosecha (por ejemplo, por presencia parasitaria en el momento de la recogida/recolección), durante la recogida (por ejemplo, cuando los contaminantes son introducidos por los cosechadores mecánicos o la intervención humana) y después de la cosecha (por ejemplo cuando parásitos y espora se asientan sobre productos post-cosechados). Independientemente del momento de la contaminación, es necesario tratar las frutas, las hortalizas y las plantas cosechadas antes del transporte y almacenamiento para erradicar cualquier contaminación de este tipo, como lo requieren las autoridades internacionales. Además, el tratamiento posterior a la cosecha aumenta la vida útil de los cultivos y permite un transporte y almacenamiento más largo de los mismos.

[0007] Hasta la fecha, una variedad de pesticidas sintéticas se ha utilizado para tratar los cultivos después de la cosecha, en su mayoría por inmersión (véase por ejemplo la patente de EE.UU. nº 6.030.927), pero no es una preocupación internacional cada vez mayor en los residuos de tales pesticidas en las frutas y verduras tratadas.

[0008] No sólo los cultivos, sino otros alimentos, productos de cuero, abrigos de piel y productos de pinturas y pastas formadas de almidón o celulosa, son propensos a la molde (un hongo que produce un crecimiento superficial en varios tipos de materia orgánica húmeda o en descomposición) o desarrollar un crecimiento creciente de microorganismos dañinos, mayormente de bacterias. Esto reduce considerablemente la vida útil de estos productos.

[0009] Métodos conocidos para evitar tal contaminación de los productos son el sellado del envase del producto con un absorbente de oxígeno para mantener una baja concentración de oxígeno dentro del envase, sellando el producto en un ambiente de etanol, o mediante el uso sintético anti-hongos y agentes anti-bacterianos. Cada uno de estos métodos es limitado y tiene inconvenientes conocidos.

[0010] Preferiblemente, habría sido deseable encontrar un método de tratamiento que pueden utilizar los ingredientes activos naturales, y que la formulación actual se colocaría en estrecha proximidad al producto a proteger, sino que evitaría el contacto directo con el cultivo o el producto tratado.

[0011] Para ciertas otras aplicaciones, es importante ser capaz de controlar los insectos voladores durante varias horas, en entornos tanto interiores como exteriores. Tradicionalmente, artículos o dispositivos que dispensan vapores insecticidas para controlar tales insectos en tales ajustes requieren el calentamiento o quema de un sustrato líquido o sólido para evaporar los ingredientes activos (por ejemplo, velas de citronela y productos similares). Métodos alternativos incluyen el empleo de evaporación pasiva de ingredientes activos de control de insectos sin la aplicación de calor, pero su aplicación es bastante limitada: por ejemplo, la patente de EE.UU. 4.130.450 describe un tejido abierto, de baja densidad, impregnado con insecticida, que proporciona una superficie expandida que puede cargarse con insecticidas de contacto, preferiblemente micro-encapsulado, que luego se evapora para repeler insectos, tales como moscas o mosquitos. Whitcomb menciona que la banda puede colgarse para permitir la vaporización del ingrediente activo para combatir las moscas. De forma similar, la Patente de EE.UU. Nº 5.229.122

utiliza una mezcla de ingredientes activos microencapsulados y no microencapsulados, observando que puede usarse cualquier plaguicida conocida para el propósito, incluyendo piretro o un piretroide equivalente. La preparación se usa para recubrir superficies, aunque también se observa que la fase de vapor de los pesticidas puede ser valiosa. La Patente de EE.UU. Nº 4.765.982 es un ejemplo del uso de ingredientes activos microencapsulados para conseguir un efecto de control de insectos de liberación sostenida de piretroides, ya sea sintéticos o "naturales". La Patente de EE.UU. Nº 6.582.714 describe un artículo de control de insectos que tiene un sustrato que está impregnado con un ingrediente activo de control de insectos que está disponible para la evaporación pasiva.

[0012] Sin embargo, en todos los métodos descritos anteriormente la velocidad de liberación del ingrediente activo está lejos de ser eficaz u óptima, lo que requiere frecuente aplicación repetida de los productos de aceites esenciales y dado que en muchos casos el agente activo es también relativamente costoso de fabricar o comprar, aumentando así el costo de los productos de aceite esencial en comparación con productos guímicos sintéticos menos costosos que sin embargo son a menudo tóxicos y perjudiciales para el medio ambiente.

[0013] La patente de EE.UU. 5.885.600 utiliza métodos selectivos para eliminar ciertos aceites esenciales de la materia vegetal, seguido de la protección inmediata de la peroxidación, hasta que se añaden los antioxidantes adecuados. La composición resultante se puede formular entonces en muchos artículos diferentes, todos ellos usados como insecticidas, por ejemplo en uso veterinario o en aplicaciones medioambientales.

[0014] Sería deseable aumentar la vida útil de tales productos y, de este modo, ampliar su gama de usabilidad.
[0015] Algunos cuerpos de agua contienen zooplancton indeseable o una o más formas de insectos dañinos o indeseables. Por lo tanto, el mantenimiento de una calidad de agua aceptable de los depósitos de agua, en particular depósitos de agua que suministran agua para beber y consumos domésticos, es otra aplicación importante.

[0016] Por ejemplo, un tipo de quironómidos (Artropoda: Insecta: Diptera: Quironómidosae, también conocidos como gusanos de sangre) son larvas de mosquito rojo bentónicas que viven en el agua. Las larvas rojas de este insecto explican el color rojo ocasionalmente obtenido en agua potable. Este es sólo un ejemplo de los problemas estéticos y de contaminación que los quironómidos y el zooplancton pueden causar a los cuerpos de agua utilizados como embalses para el consumo de agua potable y el abastecimiento de agua. Además, debe observarse que para tratar eficazmente tales quironómidos y zooplancton, la formulación tiene que depositarse en el fondo del cuerpo de agua o a profundidades específicas dentro del cuerpo de agua, en lugar de flotar sobre la superficie.

[0017] Hasta la fecha, no hay medios eficaces que utilicen agentes no tóxicos y ambientalmente seguros para controlar quironomidas y zooplancton. Además, no existen tales formulaciones que estén específicamente dirigidas a insectos indeseables o zooplancton que residen en profundidad.

[0018] Por ejemplo, en la Patente de EE.UU. Nº 5.178.872 una composición pesticida que contiene un organofosforado microencapsulado o carbamato en una dispersión piretroide, se describe que también puede ser eficaz contra quironómidos, pero no proporciona ninguna enseñanza en el uso real contra quironómidos, en particular en cuanto a la idoneidad de la formulación en el asentamiento sobre el fondo del cuerpo de aqua.

[0019] Otro ejemplo, la patente de EE.UU. nº 5.741.521, describe una matriz de material amiláceo de liberación controlada biodegradable de un agente agrícolamente activo, tal como insecticidas, fungicidas, fertilizantes, reguladores del crecimiento de las plantas, etc. Dos formulaciones G01S05 y G01S09 se evaluaron en un bioensayo contra el falso gusano de alambre del este. La formulación G01S905 también se evaluó en un ensayo de campo para el control residual de larvas de quironómidos (gusanos de sangre) en el establecimiento de cultivos de arroz. Sin embargo, no se menciona el uso de estas formulaciones en cuerpos de agua, ni tampoco su indicación de que las formulaciones cuando se aplican al agua se depositarán en el fondo para tratar las larvas de quironómidos y zooplancton en ese sitio.

[0020] El documento EP 0 005 302 A2 describe gránulos porosos impregnados con membranas de poro de liberación lenta, y un método para la preparación de dichos gránulos. Los poros de los gránulos se sellan mediante un revestimiento formado en la interfase líquido-líquido en la abertura de poro entre el agente encapsulado y una solución acuosa aplicada a la superficie de los gránulos.

Descripción detallada de la invención

10

15

20

25

30

35

40

45

55

60

65

[0021] La presente invención proporciona microcápsulas que contienen un núcleo sólido que comprende al menos 50 un aceite esencial mezclado con un material sólido poroso. Al menos una capa de lámina encapsula uniformemente el núcleo sólido, y al menos una capa de lámina comprende una lámina de poliurea y/o una lámina de poliuretano. Otras realizaciones específicas de la invención se detallan en las reivindicaciones pendientes.

[0022] Los inventores han desarrollado ahora una gran variedad de tales microcápsulas, por varios métodos alternativos, y han demostrado la amplia aplicabilidad de estas microcápsulas de núcleo sólido con envoltura.

[0023] Como se explica en la sección de Antecedentes anteriormente, se requiere que los productos no encapsulados actualmente conocidos a base de aceites esenciales se apliquen a menudo debido a la volatilidad del aceite esencial y en muchos casos son sensibles a las propiedades de oxidación que perjudican su eficacia en muchas aplicaciones. Por lo tanto, se necesita una encapsulación para minimizar la evaporación y reducir la oxidación por la envoltura encapsulante y/o por co-encapsulación de la formulación con antioxidantes. Sin embargo, los aceites esenciales encapsulados actualmente conocidos no tienen la capacidad de absorción y permanencia de las superficies a las que se aplican y/o no tienen la característica de liberación sostenida requerida para un producto rentable, siendo demasiado rápidos o lentos, y/o no se liberan a una velocidad constante.

[0024] Las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención superan aún más las limitaciones de formulaciones de aceite no encapsuladas conocidas y muestran una mayor estabilidad y liberan ulteriormente una dosis eficaz a una velocidad prácticamente invariable constante (denominada liberación de orden cero) dando una

mayor duración de la actividad que la misma cantidad de aceite no encapsulado. Por lo tanto, la cantidad de aceite esencial que se necesita para obtener eficacia se reduce y los costos de producción se reducen.

[0025] Como se muestra en los ejemplos a continuación, un gran número de microcápsulas se prepararon de acuerdo con las realizaciones de la presente reacción.

[0026] Estas microcápsulas tenían en todos los casos un núcleo sólido que comprende uno o más aceites esenciales, mezclado con un material sólido poroso. Este núcleo sólido se encapsuló por una o más capas de una lámina o una membrana, y opcionalmente se revistieron adicionalmente por una o más capas grasas. Esto dio como resultado microcápsulas que contenían un núcleo sólido, que tienen un tipo y una capa de revestimiento controlable, siendo éste uno de los factores para predeterminar la velocidad de liberación del aceite o aceites esenciales. La elección, combinación y proporciones del (de los) aceite(s) esencial(es) e ingredientes adicionales también ayudan a determinar las velocidades de liberación de los aceites.

5

10

25

30

35

40

50

55

60

65

[0027] Así, según un primer aspecto de la invención, se proporcionan microcápsulas que contienen un núcleo sólido que comprende al menos un aceite esencial mezclado con un material sólido poroso, en el que dicho núcleo sólido está recubierto de manera uniforme por al menos una capa de lámina de poliurea y/o lámina de poliuretano.

[0028] El término "microcápsulas" como se utiliza aquí se refiere a partículas o gotitas mezcladas con un absorbente sólido, que están rodeadas por un revestimiento para dar cápsulas pequeñas que tienen un tamaño que varía de 0,1 a 1000 micrómetros de diámetro. Para muchas aplicaciones, las microcápsulas de la presente invención tienen un tamaño que varía de 10 a 100 micrómetros de diámetro, y para otras varias aplicaciones, por ejemplo para aplicaciones que requieren migración de suelo, se prefieren partículas submicrónicas, concretamente de 0,1 micras a micrómetros.

[0029] En particular, las microcápsulas de la presente invención pueden tener una forma aproximadamente elíptica o esférica, con un núcleo poroso sólido impregnado con aceites esenciales y otros componentes o aditivos, de tal manera que este núcleo sólido es entonces encapsulado de manera uniforme por una o más láminas, formadas por polimerización interfacial y mientras que estas láminas son opcionalmente revestidas por una variedad de materiales grasos.

[0030] Las microcápsulas de la presente invención pueden incluir además microcápsulas en las que se añaden componentes o aditivos adicionales fuera del núcleo sólido, y por lo tanto están presentes entre el núcleo sólido y uno de los revestimientos encapsulantes.

[0031] El término "núcleo sólido" se refiere a un material poroso sólido que tiene los aceites esenciales, y ingredientes opcionalmente adicionales absorbidos dentro (en él y/o encima de él).

[0032] En general, la materia de núcleo sólido aparece como partículas de tamaño micrométrico, pero puede ser en algunos casos submicrométrica, es decir, de 0,1 micras a una micra. Esto puede ser importante en, por ejemplo, aplicaciones de riego por goteo donde la movilidad del suelo es importante.

[0033] El término "aceite esencial" se refiere generalmente a aquellos aceites botánicos que dan a las plantas sus olores característicos, sabores, u otras tales propiedades.

[0034] "Aceites botánicos" son mezclas complejas naturales de aceites elaborados por las plantas. Se encuentran en varias partes del cuerpo de la planta (en las semillas, flores, corteza o hojas) y también se concentran en ciertas células especiales o grupos de células (glándulas). En general, son mezclas complejas que pueden obtenerse de la planta de diversas maneras, dependiendo de la naturaleza de la parte en la que se encuentran. Tales métodos pueden ser, por ejemplo, por compresión, por destilación con vapor de agua, disolviendo los aceites (extracción) o absorbiéndolos, y por presión y maceración. El término también se refiere a mezclas de aceite preparadas enriqueciendo aceites botánicos obtenidos naturalmente con uno o más componentes específicos tales como monoterpenos, diterpenos, triterpenos, tetraterpenos, sesquiterpenos y otros politerpenos, así como alcoholes orgánicos, cetonas aldehídas, ácidos y ésteres.

45 **[0035]** Aunque se utilizan los términos "aceites esenciales" y "aceites botánicos" en diferentes fuentes literarias indistintamente, el último se refiere a un grupo más grande de compuestos que también incluyen los lípidos.

[0036] Los "lípidos" a los que se refiere en el presente documento incluyen los ácidos grasos, los lípidos derivados de glicerol (que incluyen las grasas y aceites y los fosfolípidos), los lípidos derivados de esfingosina (incluyendo las ceramidas, cerebrósidos, gangliósidos, y esfingomielinas), los esteroides y sus derivados, los terpenos y sus derivados, ciertos compuestos aromáticos y alcoholes y ceras de cadena larga. El término también se refiere a lipoproteínas (lípidos conjugados con proteínas o carbohidratos), a lipopolisacáridos y a vitaminas tales como vitaminas liposolubles.

[0037] En una realización preferida, los aceites se seleccionan a partir de aceite de sésamo, piretro, lípidos derivados de glicerol o derivados de ácidos grasos de glicerol.

[0038] Los ejemplos de aceites esenciales preferidos, incluyen, pero no se limitan a, aceite de canela, aceite de cedro, aceite de clavo, aceite de geranio, aceite de hierba de limón, aceite de menta, aceite de sésamo, aceite de tomillo, aceite de cúrcuma, aceite de gaulteria, aceite de romero, aceite de anís, aceite de cardamomo, aceite de manzanilla, aceite de cilantro, aceite de comino, aceite de eneldo, aceite de menta, aceite de perejil, aceite de albahaca, aceite de alcanfor, aceite de citronela, aceite de eucalipto, aceite de hinojo, aceite de jengibre, aceite de naranja, aceite de naranja dulce, aceite de mandarina, aceite de árbol de té, aceite de semilla de té, aceite de lavanda, aceite de alcaravea, aceite de ajo, aceite de menta, aceite de cebolla y aceite de hierbabuena. En una realización, el aceite esencial es un aceite volátil. En otra realización, los aceites esenciales se seleccionan entre aceite de citronela, aceite de geranio, aceite de árbol de té, aceite de lavanda, aceite de pino de clavo, aceite de eucalipto, aceite de tomillo, aceite de orégano y otros aceites esenciales de plantas de especias, así como combinaciones y mezclas de los mismos. En una realización preferida, el aceite esencial es un aceite esencial comestible.

[0039] El aceite esencial encapsulado se elige de acuerdo con las propiedades deseadas de la microcápsula y/o sus aplicaciones deseadas. La elección de aceites esenciales adecuados es bien conocida por un experto en la técnica. [0040] Opcionalmente, además de aceites esenciales del núcleo sólido también pueden contener adyuvantes o agentes que mejoran las propiedades de los aceites esenciales, por ejemplo, otro aceite botánico activo o de lípidos,

que contiene componentes para mejorar la pesticida, insecticida, larvicida o propiedades antimicrobianas de la

microcápsula.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

[0041] Por ejemplo, las microcápsulas pueden comprender además de los esenciales pesticidas repelentes de aceite, tales como reguladores del crecimiento de insectos (IGR), herbicidas, insecticidas, acaricidas, fungicidas, nematicidas, ectoparasiticidas, y/o herbicidas o bien dentro de la microcápsula o como parte del vehículo. Preferiblemente, dicha formulación puede contener plaguicidas que son solubles en dicho al menos un aceite esencial encapsulado o en el vehículo no volátil. Dichos pesticidas pueden ser, por ejemplo, carbamatos, ureas, triazoles, uracilos, organofosfatos, morfolinas, dinitroanilinas, acilalaninas, piretroides y organoclorados. Ejemplos específicos son carbofurano, azinfos-metilo, sulfentrazona, carfentrazona-etilo, cipermetrina, ciromazina, betaciflutrina, endosulfán, fosmet, clorobromurón, cloroxurón, cloroxurón, fluometurón, metobromurón, tiazaflurón, teflubenzurón, hexaflumurón, diflubenzurón, flufenoxurón, lufenurón, clorofluazurón, novalurón. Dimetacloro, metolacloro, pretilacloro, 2-cloro-n-(1-metilo-2-metoxietilo)-acet-2,6-xilidida, alacloro, butacloro, propacloro, dimetenamida, bifenox, 4-(4-pentin-1-(+)-2-etilo-5-(4-fenoxifenoximetilo)-1,3-dioxolano, fluazifop-butilo, haloxifop-metilo, difluorofosfato, haloxifop-(2-etoxietilo), fluorotópico, fenoxapropetilo, quizalofretilo, propaquizafop, diclofopmetilo, butralina, etalfluralina, flucloralina, isopropalina, pendimetalina, profluralina, trifluralina. Furalaxilo de aclalaninas, metalaxilo, benzoilpropmetilo, flampropmetilo, difenoconazol, etaconazol, propiconazol, 1,2-(2,4diclorofenilo)-pent-1-il-1h-1,2,4-triazol, triadimefon, dioxacarb, ftalocianocarbamato, etiofencarbo, fenoxicarb, isoprocarbo, propoxur, carbetamida, butilato, di-allat, eptc, molinato, tiobencarbo, trialol, venolato, piperofos, anilofos, butamifos, azamethiphos, clorofenvinfos, diclorvos, diazinon, metidation, etilo de azinfos, metilo de azinfos, clorpirifos, clortiofos, crotoxifos, cianofos, demeton, dialifos, dimetoato, disulfoton, etrimfos, famfor, flusulfotion, flution, fonofos, formotion, heptenofos, isofenfos, isoxation, malation, mefosfolan, mevinfos, naled, oxidemetón metilo, oxideprofos, paratión, foxim, metilo de pirimifos, profenofos, propafos, propetamfos, protiofos, quinalfos, sulprofos, fenófos, terbufos, triazofos, tricloronato, fenamipos, isazofos, s-bencilo-o, odiisopropilfosforotioato, edinfos

[0042] Las microcápsulas pueden contener IGR verdes, que son IGR de fuentes naturales, tales como, por ejemplo, aceites de neem, y fracciones individuales extraídas de estas IGR naturales, tales como azadiractina derivada de los aceites de Neem.

[0043] Opcionalmente, las formulaciones también pueden comprender aditivos tales como adyuvantes, adhesivos, antioxidantes, agentes resistentes al aqua, agentes tensioactivos, polímeros de barrera estérica que evitan que los agentes de agregación de microcápsulas y de rotura de geles, como parte del vehículo o dentro de la microcápsula.

[0044] Los ejemplos no limitantes de aditivos específicos son los ácidos gamma-linolénicos, aceites de cítricos, tales como aceite de naranja, suplementos nutricionales tales como vitamina A, vitamina E, vitamina C, y vitamina D, tocoferoles, tocotrienoles, fitosteroles, vitamina K, beta-caroteno, aceites marinos, ácidos grasos omega-3, CoQ10, derivados lipídicos solubles de antioxidantes polares, tales como ésteres de ácidos grasos de ascoil, extractos de plantas tales como aceites de romero, salvia y orégano, extractos de algas y antioxidantes sintéticos tales como BHT, TBHQ, etoxiquina, galatos de alquilo e hidroquinonas o antioxidantes naturales. Otros ejemplos no limitativos de aditivos preferidos, además de tensioactivos, son los polímeros de barrera estérica, que ayudan a mantener la separación de partículas. Estos polímeros de barrera estérica pueden seleccionarse, sin limitación, a partir de polivinilpirrolidona (PVP), alcohol polivinílico (PVA) y poli(etoxi) nonilfenol.

[0045] A menudo es más conveniente colocar en botellas o latas la suspensión que contiene el aceite esencial encapsulado, en cuyo caso puede ser deseable añadir adyuvantes de formulación antes de almacenamiento para mejorar la estabilidad de la suspensión y la facilidad de aplicación. Estos adyuvantes pueden seleccionarse entre agentes de equilibrado de densidad, tensioactivos, espesantes, biocidas, dispersantes, agentes anticongelantes, sales y similares. Típicamente, el adyuvante debe añadirse a una concentración de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 30% en peso.

[0046] Todos los componentes de las microcápsulas, incluyendo los ingredientes activos, los materiales de revestimiento, el material sólido poroso y cualesquiera otros aditivos o adyuvantes, como se discutió anteriormente, se puede derivar de fuentes naturales, o fracciones de los mismos. Estas microcápsulas se denominan entonces "microcápsulas verdes" o "microcápsulas naturales" y son particularmente importantes como aditivos alimentarios, en el tratamiento del agua potable, en el tratamiento de productos domésticos o cultivos y de hecho en todas las aplicaciones donde el uso de compuestos sintéticos y los ingredientes activos deben minimizarse.

[0047] El término "material sólido poroso", también conocido como vehículo sólido no volátil, es un material utilizado como un núcleo sólido absorbente de las microcápsulas de la presente invención, y por lo tanto puede denominarse de forma intercambiable como "absorbente" o como "material sólido poroso absorbente".

[0048] Los términos "absorbidos", "absorbente o 'absorción', Tal como se usa en el presente documento, se refiere a la permeación y/o solvatación de un líquido, en este caso el aceite esencial, en un sólido, en este caso el material sólido poroso. Sin embargo, el término "absorbido" también incluye aceites esenciales sólidos absorbidos en el material sólido poroso.

[0049] Ejemplos de materiales sólidos porosos preferibles incluyen, pero no se limitan a, aerogeles, como se ha definido y ejemplificado en lo que sigue, así como otros absorbentes inorgánicos u orgánicos porosos. En algunas aplicaciones se desean combinaciones de diferentes partículas de diferentes densidades para conseguir una gama de densidades de microcápsulas en ciertas aplicaciones tales como aqua, donde se requiere tratamiento a lo largo

de una gama de diferentes profundidades de agua, por ejemplo.

10

15

25

30

35

40

50

55

60

65

[0050] El término "aerogel" se refiere a una clase de estructuras en lugar de un material específico, mientras que estas estructuras son sólidos altamente porosos formados a partir de un gel en el que el líquido se reemplaza con un gas (por ejemplo, aire). Son posibles una diversidad de diferentes composiciones de aerogel y pueden ser inorgánicas, orgánicas y combinadas orgánicas e inorgánicas. Pueden hacerse de sílice (de los cuales el aerosol es un tipo preferido de esta invención y en particular los aerosoles), aerogeles de carbono, aerogeles de alumina, chalcogeles (aerogel de chalcógenos, tales como azufre, selenio y otros elementos).

[0051] Los ejemplos específicos de los aerogeles incluyen, pero no se limitan a, óxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de zinc, óxido de aluminio, óxido de titanio, óxido de silicio, arcillas ensponjosas, óxidos metálicos, silicatos metálicos, carbonatos metálicos, fosfonatos de metal, sulfatos de metal, carburos, nitruros, uretanos, formaldehidos de resorcinol, poliimida, poliacrilatos, quitosano, metacrilato de polimetilo, un miembro de la familia de oligómeros de acrilato, polidimetilsiloxano terminado en trialcoxisililo, poliuretano, polibuta-diano, polioxialquileno, poliéter o combinaciones de los mismos.

[0052] Preferiblemente, el aerogel es una sílice seleccionado de aerosilo, Cab-O-Sil, siloide, porasilo, licrosorp, aeroperl, sunsilo, zeofree y sopernat.

[0053] El término "al menos un aceite esencial se mezcla con un material sólido poroso" se refiere a la mezcla formada entre el aceite esencial, incluyendo opcionalmente aditivos adicionales, y el material sólido poroso.

[0054] Preferiblemente, el aceite esencial es absorbido dentro (en y/o sobre) el material sólido poroso. Más preferiblemente, los aceites esenciales se absorben uniformemente dentro del material sólido poroso.

[0055] El término "poliurea y/o lámina de poliuretano", se refiere a una lámina preparada a partir de la polimerización interfacial de di- o poliisocianato con agua y/o compuestos y/o aminas polihidroxi. Así, la reacción del di- o poliisocitante con agua y aminas forma poliureas. De manera similar, y la reacción del di- o poliisocitante con compuestos polihidroxílicos y/o agua forman poliuretanos.

[0056] La lámina encapsulante puede ser predominantemente o bien de poliuretano o de poliureas o una combinación de láminas encapsulantes de poliuretano y de poliurea. Pueden formarse también múltiples capas de encapsulación donde por ejemplo una de las capas es un poliuretano y la otra capa es una poliurea.

[0057] Hay que señalar que la poliurea obtenida y/o lámina de poliuretano es una lámina delgada resistente que tiene una permeabilidad que es fácilmente controlada por las condiciones de la polimerización, la composición de los reactivos y los catalizadores. Los materiales resultantes son no tóxicos y finalmente biodegradables.

[0058] El término "lámina" se refiere a una capa fina, y preferiblemente uniforme, el recubrimiento de encapsulación del núcleo poroso sólido que contiene los aceites esenciales y los opcionales otros ingredientes y aditivos. En algunos casos se utiliza el término "membrana", para denotar una lámina que tiene una permeabilidad específica, o permite el paso seleccionado de ciertos compuestos a través de ella. Por ejemplo, el paso seleccionado de los aceites esenciales u otros aditivos específicos, fuera de las microcápsulas.

[0059] El término "lámina delgada", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un espesor comprendido entre 0,5 nanómetros y 10 micrómetros.

[0060] El término "encapsular" se usa indistintamente con el término "circundante".

[0061] Opcionalmente, además de la encapsulación del núcleo sólido por la poliurea, o poliuretano, las microcápsulas pueden estar revestidas por una o más capas adicionales de un material graso, tal como una cera o un ácido graso.

[0062] Así, según una realización preferida de la presente invención, se proporcionan las microcápsulas descritas anteriormente, recubiertas adicionalmente por al menos una capa de grasa, en el que esta capa grasa comprende un material graso seleccionado entre las ceras, grasas, ácidos grasos, y lípidos.

[0063] En una realización preferida, el material graso es una cera, también conocida como una grasa. La cera puede ser cualquier hidrocarburo que sea sólido a temperatura ambiente, tal como cera de parafina y cera de abeja y similares. Puede aplicarse a la superficie de las microcápsulas ya sea en la masa fundida, o en forma sólida, o en otros casos a partir de una solución no acuosa, tal como éter de petróleo, hexano y similares.

[0064] Preferiblemente, la cera se funde, se aplica a la superficie y luego se deja solidificar para formar la capa grasa requerida.

[0065] Ejemplos de ceras obtenidas a partir de disolventes de hidrocarburos son ceras de parafina, ceras de hidrocarburos minerales, ceras (por ejemplo, cera de abejas, chino, goma laca, etc.), ceras vegetales (por ejemplo, carnauba y cera de ricino, ceras de Japón, aceite de jojoba, etc), ceras minerales (por ejemplo, ceras de turba, etc), ceras de petróleo (por ejemplo, parafina y ceras microcristalinas), ceras sintéticas (por ejemplo, ceras de polietileno - a base de polietileno, ceras Fischer-Tropsch, ceras modificadas químicamente - por lo general esterificadas o saponificadas, α-olefinas polimerizadas, etc.

[0066] Preferiblemente, la cera se selecciona entre ceras de parafina, ceras de hidrocarburos minerales, ceras animales, ceras vegetales, ceras minerales, ceras de petróleo y ceras sintéticas.

[0067] Ejemplos de ácidos grasos, adecuados para formar una capa de grasa de acuerdo con la presente invención, son los ácidos grasos de cadena larga de más de 10 grupos de metileno y preferiblemente de más de 15 grupos de metileno, los cuales, cuando se complejan con iones multivalentes forman complejos de lámina, tienen buenos perfiles de liberación de los aceites esenciales encapsulados, se procesan fácilmente en el producto final y son muy rentables. Más preferiblemente, éstos incluyen, pero no se limitan a, moléculas de ácidos grasos saturados, construidos alrededor de una serie de átomos de carbono unidos entre sí en una cadena de 12 a 22 átomos de carbono seleccionados de entre los que se incluyen ácido esteárico, ácido heptadecanoico, ácido tetradecanoico, ácido palmítico. Preferiblemente, el ácido graso es ácido esteárico.

[0068] Otros ácidos grasos preferidos son ácidos grasos insaturados tales como ácido miristoleico, ácido

palmitoleico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido α-linolénico, ácido araquidónico, ácido eicosapentaenoico, ácido erúcico y ácido docosahexaenoico.

[0069] Los ejemplos de lípidos, adecuados para formar una capa de grasa de acuerdo con la presente invención, incluyen, pero no se limitan a ácido esteárico, ácido hexadecanoico, ácido tetradecanoico, ácido heptadecanoico, ácido palmítico.

[0070] Ejemplos de polímeros de bajo punto de fusión, adecuados para formar una capa de grasa, incluyen, pero no se limitan a los homopolímeros de poliolefina y copolímeros de bajo peso molecular, y oligómeros poliméricos especialmente a base de etileno, propileno y monómeros de cadena lateral de alquilo.

[0071] Las microcápsulas de la presente invención se pueden hacer por varias vías alternativas.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

65

[0072] Como se muestra en los Ejemplos 1A, 2A, 3A, 4A, 5A, 6A, 7A, 8A y 9A, las microcápsulas se preparan mediante el uso de la combinación de un material poroso sólido con uno o más aceites esenciales que también contienen un monómero o oligómeros disueltos en los mismos que se hacen reaccionar luego en una reacción de polimerización interfacial.

[0073] Así, según otro aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para la preparación de microcápsulas de núcleo sólido de aceite esencial que comprende primero la disolución de un di- o poliisocianato en al menos un aceite esencial, como se ha definido anteriormente, para obtener una solución de di- o poliisocianato en el aceite esencial.

[0074] El aceite esencial puede encapsularse junto con componentes adicionales seleccionados de adyuvantes y agentes que mejoran las propiedades del aceite esencial, como se describe en detalle anteriormente.

[0075] El di- o poliisocianato se selecciona de entre el grupo que consiste de diciclohexilmetano 4,4'-diisocianato; hexametilono 1,6-diisocianato; isoforona. diisocianato; diisocianato de hexametileno trimetilo-; trímero de hexametileno 1,6-diisocianato; trímero de diisocianato de isoforona; diisocianato 1,4-ciclohexano; 1,4-(dimetiloisocianato) ciclohexano; biuret de diisocianato de hexametileno; urea de hexametileno di isocianato; isocianato trimetilenado; propileno 1,2-alisocianato; y mezclas de butileno-1,2-diisocianato de diisocianatos alifáticos y triisocianatos alifáticos son diisocianato de tetrametileno, pentametileno, diisocianato de hexametileno y diisocianato de 4-(isocianatometilo)-1,8-diisocianato de octilo, poliisocianatos aromáticos incluyen 2,4-y 2,6-diisocianato de tolueno, diisocianato de naftaleno, diisocianato de difenilmetano y trifenilmetano-p,p',pt'-tritilo triisocianato. Los isocianatos adecuados aromáticos son diisocianato de tolueno, polifenilisocianato de polimetileno, 2,4,4-triisocianato de éter difenilo, 3, 3'-dimetilo-4, 4'diisocianato de difenilo, 3, 3'-dimetoxi- 4, 4'diisocianato de difenilo, 1 5-naftaleno. Diisocianato y, 4', 4"- triisocianato de trifenilmetano, y diisocianato de isoforona

[0076] Esta solución se añade a un material sólido poroso, tal como se define anteriormente en esta memoria, y se mezcla hasta que se forma un polvo uniforme, en el que el aceite esencial y el di- o poliisocianato disueltos en el mismo, están a la vez en el interior del polvo.

[0077] Con el fin de obtener una encapsulación uniforme del núcleo sólido, la mezcla se realiza preferiblemente en un tambor giratorio. Otra manera sería la de utilizar lechos fluidizados, pero es una método más caro.

[0078] el aceite esencial y/o el di- o poliisocianato se añaden preferiblemente en una etapa, mediante espolvoreo o pulverización, o puede ser añadido por separado al tanque de mezcla o de los rotadores. Muchos di- o poliisocianatos tienen una alta volatilidad y pueden reaccionar con la humedad del aire y, por tanto, la pulverización no puede ser recomendada. sin embargo, si no existen tales limitaciones, se pueden añadir el di- o poliisocianato por pulverización.

[0079] El aceite esencial y di- o poliisocianato y cualesquiera aditivos opcionales, pueden ser absorbidos dentro del núcleo poroso sólido en un líquido inmiscible en agua. Los ejemplos no limitantes de tales líquidos inmiscibles con el agua son alcanos (tales como hexano y éter de petróleo), éteres (tales como éter dietílico, éter etílico de butilo), alcoholes y cetonas. Como se describió anteriormente en el método preferido los actos de aceites esenciales como el disolvente para di- o poliisocianato y cualquier aditivo opcional.

[0080] El líquido inmiscible en aqua puede ser un líquido inmiscible en aqua comestible.

[0081] Para el polvo uniforme que comprende el aceite esencial y el di- o poliisocianato, se añade una solución acuosa que contiene una di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, para efectuar una polimerización interfacial de di- o poliisocianato y el di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, obteniendo de ese modo microcápsulas que contienen un sólido núcleo que comprende al menos un aceite esencial mezclado con un material sólido poroso, encapsulado de manera uniforme por al menos una capa de lámina de poliurea y/o poliuretano, en forma de polyo.

[0082] Por ejemplo, la reacción de polimerización interfacial puede ser entre el di- o poliisocianato con agua y aminas, para formar una lámina de poliurea que encapsula alrededor del núcleo sólido, en forma de polvo.

[0083] La diamina o poliamina se selecciona del grupo que consiste en etilendiamina, dietilentriamina, tetraetilenopenteamina de propilenediamina, hexamina de pentametileno, alfa, omega-diaminas, propileno-1,3-diamina, tetrametilendiamina, pentametilendiamina y polietilenaminas de 16-hexametilendiamina, dietilenotriamina, trietilentriamina, penteetilenohexamina, 1,3-fenilendiamina, 2,4-toluilendiamina, 4, 4'-diaminodifenilmetano, 1,5-diaminoaftaleno, 1,3,5-triaminobenceno, 2,4,6-triaminotolueno, 1,3,6 triaminonaftaleno, 2,4,4'-éter de triaminodifenilo, 3,4,5-triamino-1,2,4 triazol, bis (hexametiloentriamina) y 1,4,5, 8-tetreaminoantraquinona.

[0084] Alternativamente, la reacción de polimerización interfacial puede estar entre el di- o poliisocianato con compuestos de di- o polihidroxi, para formar una lámina de poliuretano que encapsula alrededor del núcleo sólido, en forma de polvo.

[0085] El di- o polialcohol se selecciona del grupo que consiste en alcoholes polihídricos, tales como etilenglicol, dieteilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,4 hexano diol, dipropilenglicol, ciclohexilo 1,4 dimetanol, 1,8 diol octano y polioles tales como poli(etilenglicoles), poli(propilenglicoles), poli(glicoles de tetrametileno) con pesos

moleculares medios en el intervalo de 200-2000, trimetilolpropano, glicerol, hexano, ensayos y penteeritritol, 1, 3 fenilenodihidroxi, 2,4-toluilenodihidroxi, 4,4'-dibidroxidifenilmetano, 1, 5-alhidroxioaftaleno, 1, 3, 5- trihidroxibenceno' 2, 4, 6-trihidroxitolueno, 1,3,6- tribidroxinaftaleno, alcoholes de 2,4,4'-éter trihidroxidifenilo y polivinilo.

[0086] La polimerización interfacial se puede repetir para formar poliurea adicional y/o láminas de poliuretano que encapsulan el núcleo sólido.

[0087] Por lo tanto, el proceso descrito en la presente memoria puede comprender además la adición de una cantidad adicional de una solución de di- o poliisocianato, seguido de una cantidad adicional de una solución acuosa que contiene una di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, como aquellos se han definido anteriormente en este documento, para obtener microcápsulas de núcleo sólido doblemente recubiertas por una lámina de poliurea y/o poliuretano, en forma de polvo.

[0088] En esta etapa, el di- o poliisocianato se puede disolver en cualquier disolvente no reactivo con un punto de ebullición preferible menos de 100°C que es relativamente no tóxico y de bajo costo y con poco o nada de agua residual u otros contaminantes reactivos tales como aminas.

[0089] Ejemplo de disolventes adecuados incluyen, pero no se limitan a, ésteres, cetonas, éteres, y disolventes de alquilo, tales como hexano, propano, hetane, éteres de animales domésticos, etc. Preferiblemente, y como se ejemplifica a continuación, el disolvente es acetato de etilo.

[0090] La adición de la solución de di- o poliisocianato, y la solución acuosa que contiene el di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, se puede repetir para obtener microcápsulas de núcleo sólido recubiertas por un número múltiple de poliurea y/o láminas de poliuretano, en una forma de polvo.

[0091] De manera óptima una capa de poliurea o de poliuretano es suficiente para lograr las propiedades deseadas de las microcápsulas, pero si es necesario, hasta 5 de tales capas pueden estar formadas alrededor del núcleo sólido, preferiblemente 2-3 capas de revestimiento, dependiendo de la aplicación.

[0092] La solución acuosa puede comprender además un catalizador de polimerización.

[0093] El catalizador se puede seleccionar del grupo que consiste en amino o compuestos organometálicos tales como N,N-dimetilaminoetanol, NN-dimetilciclohexilamina, bis-2 dimetilaminoetilo)éter, NN-dimetilcocetilamina, diaminobiciclooctano, octoato de estannoso y dilaurato de dibutilestaño que tiene concentración de 0,1-0,3 % en peso basado en diol y sales metálicas, aminas terciarias tales como sales de amina y metálicas de trietilamina o dietilmetilo de Cu. Pb, Zn, Co, Ni, Mn.

[0094] La solución acuosa puede comprender además al menos un emulsionante.

10

15

25

30

35

40

45

55

60

65

[0095] Ejemplos de posibles emulsionantes incluyen, pero no se limitan a sales aniónicas (basadas en sulfato, sulfonato o aniones de carboxilato), perfluoroctanoato (PFOA o PFO) perfluoroctano (PFOS), dodecilsulfato sódico (SDS), laurilo sulfato de amonio, y otras sales de sulfato de alquilo, sulfato de laurilo de sodio, también conocido como laurilo éter sulfato de sodio (SLES) Jabones de sulfonato de benceno de alquilo, o sales de ácidos grasos catiónicos (basados en cationes de amonio cuaternario) bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) es decir, bromuro de amonio de trimetilo de hexadecilo, y otras sales de alquiltrimetilamonio cloruro de cetilpiridinio (CPC) amina de sebo polietoxilado (POEA) cloruro de benzalconio (CAB) cloruro de bencetonio (BZT) zwitteriónico (anfótero) betaína de dodecilo alquilo no iónico poli(óxido de etileno) Alquilfenol poli(óxido de etileno), copolímeros de poli(óxido de etileno) y poli(óxido de propileno) (comercialmente llamados poloxámeros o poloxaminas) poliglucósidos de alquilo, incluyendo: glucósido de octilo de polisorbatos maltósidos de decilo: Tween 20, Tween 80 dodecilo óxido de dimetiloamina.

[0096] El procedimiento descrito en el presente documento se lleva a cabo a una temperatura de entre 0°C y 30°C. Preferiblemente, el proceso puede llevarse a cabo a temperaturas relativamente bajas, de menos de 15°C, o en algunos casos, se realiza a temperatura ambiente.

[0097] Opcionalmente, alrededor de la lámina de poliurea o poliuretano, se puede formar una capa adicional de materiales grasos.

[0098] Por lo tanto, el proceso descrito anteriormente puede comprender además la mezcla de las microcápsulas que contienen un núcleo sólido, recubierto por la poliurea y/o lámina de poliuretano, con un material graso fundido, como se ha definido anteriormente.

[0099] Preferiblemente, el material graso es una cera, tal como cera de parafina o cera de abeja, o ácido esteárico.

[0100] Esta etapa se puede repetir para obtener microcápsulas de núcleo sólido recubiertas adicionalmente por un número múltiple de capas de grasa para obtener un espesor de revestimiento deseado, por ejemplo 2, 3, 4 y hasta 5 veces.

[0101] Por ejemplo, en el Ejemplo de Ensayo 1 a continuación se puede observar que la cera se utilizó con éxito en 200% y el espesor 400% para modificar el espesor del revestimiento como se desee. En particular, un espesor de 100% se refiere a un único revestimiento graso, mientras que recubrimiento de 200% se refiere al mismo recubrimiento hecho dos veces, y 400% de recubrimiento se refiere al mismo recubrimiento hecho 4 veces.

[0102] El tipo de material graso también determina las propiedades y la velocidad de liberación del aceite de las microcápsulas. Los ácidos grasos de cadena más larga tendrán mejores propiedades encapsulantes que las cadenas más cortas y mejor estabilidad respecto a la temperatura. Esto está relacionado con una solubilidad en agua reducida y por lo tanto menos tendencia a disolverse en soluciones acuosas a que se pueden añadir las microcápsulas sólidas (por ejemplo en aplicaciones a las que se deben añadir al agua).

[0103] Preferiblemente, en esta capa exterior de material graso, debe haber un número mínimo de grupos insaturados u otros grupos altamente sensibles a la oxidación.

[0104] Como se muestra en el Ejemplo comparativo 1B, las microcápsulas se pueden preparar también mediante la combinación de un material poroso sólido con un ácido alcanoico disuelto en aceite esencial que a continuación se expone a una niebla o aerosol o solución con una solución de una sal de cationes multivalentes, a un pH que es al

menos por encima de la disociación constante de los grupos carboxílicos del ácido alcanoico, formando de este modo una forma de una membrana de encapsulación o lámina alrededor del núcleo sólido por un proceso de complejación.

[0105] Las microcápsulas descritas en este documento pueden ser manipulación adicional después de haberse formado, por ejemplo mediante la adición de un vehículo, ya sea sólido o líquido.

[0106] Por ejemplo vehículos sólidos, tales como materiales porosos adicionales, se pueden añadir con el fin de absorber cualquier aceite esencial no encapsulado u otro material activo, o con el fin de adaptar la cantidad del ingrediente activo a una cantidad predeterminada (véase, por ejemplo, la adición de polvo de talco en los ejemplos siguientes antes de poner las microcápsulas en bolsitas para aplicaciones de post-cosecha).

10 **[0107]** Los vehículos líquidos se pueden añadir para un mejor transporte de las microcápsulas, o para la aplicación más fácil o conveniente de los mismos.

15

30

35

40

45

55

60

65

[0108] Por ejemplo, las microcápsulas de la presente invención pueden usarse para tratar masas de agua, ya sea aplicación del polvo en su forma de polvo sobre el cuerpo de agua, o se puede pulverizar sobre la superficie del agua, en cuyo caso un vehículo líquido tiene que añadirse a las microcápsulas. Preferiblemente, el vehículo líquido es agua, pero otros vehículos líquidos se puede utilizar si es necesario.

[0109] Cuando la pulverización de las microcápsulas de la presente invención, preferiblemente las microcápsulas forman una suspensión o una emulsión con el vehículo líquido, de manera que tras la aplicación de las composiciones que comprenden las microcápsulas y el vehículo líquido, las microcápsulas de núcleo sólido actuarán directamente con el objeto tratable, tal como un cuerpo de aqua, cultivo etc.

20 **[0110]** las modificaciones adicionales de las microcápsulas de la presente invención incluyen la adición de cualquier cantidad de aditivo, adyuvante o ingrediente activo adicional, a las microcápsulas.

[0111] Por lo tanto, también se describe una composición que comprende las microcápsulas descritas en el presente documento, y que comprende además opcionalmente al menos un vehículo, aditivo, adyuvante o ingrediente activo adicional.

[0112] También descrito, pero que no forma parte de la invención, es un procedimiento para la preparación de esta composición, este proceso comprende la preparación de las microcápsulas de la presente invención de acuerdo con el procedimiento descrito en el presente documento y mezclando estas microcápsulas con al menos un vehículo, aditivo, adyuvante o ingrediente activo adicional.

[0113] Hay que señalar que para las aplicaciones y usos descritos en el presente documento, las microcápsulas se pueden usar "tal como son" o se pueden usar como una composición, que comprende además al menos un vehículo, aditivo, adyuvante o ingrediente activo adicional.

[0114] Como se detalla en la sección de ejemplos a continuación, se ha encontrado ahora que las microcápsulas de núcleo sólido preparadas de acuerdo con la presente invención, tienen una ventaja sobre las microcápsulas de núcleo líquido de los mismos componentes activos, en cuanto que pueden soportar condiciones de procesamiento más vigorosas y, opcionalmente, pueden tener perfiles de liberación diferentes y controlables que son beneficiosos en las aplicaciones de esta invención.

[0115] Una aplicación exitosa de las microcápsulas de la presente invención es en aplicaciones posteriores a la cosecha

[0116] Tal como se ejemplifica más adelante, las microcápsulas de la presente invención han sido probadas en una variedad de cultivos (por ejemplo, zanahorias y pimientos) y las infecciones bacterianas y fúngicas previnidas con éxito o limitadas en comparación con el control de ningún tratamiento que tenía infecciones bacterianas y fúngicas significativas.

[0117] Además, las microcápsulas de la presente invención son ventajosas en que no están en contacto directo con los cultivos. A saber, las microcápsulas de núcleo sólido se ponen en una bolsa hecha de algodón, que luego se meten en el recipiente con el cultivo.

[0118] Por lo tanto, también descrito, pero que no forma parte de la presente invención es un método para prevenir y/o tratar las infecciones bacterianas y/o infecciones por hongos en cultivos cosechados mediante la exposición de estos cultivos a microcápsulas que contienen un núcleo sólido, o a composiciones que comprenden estas microcápsulas, como las que se han definido anteriormente en este documento.

50 **[0119]** Por consiguiente, también descrito, pero que no forma parte de la presente invención es el uso de las microcápsulas de núcleo sólido descritas en este documento, así como composiciones que los contienen, para la prevención y/o tratamiento de infecciones bacterianas y/o infecciones por hongos en cultivos cosechados.

[0120] En particular, se ha descubierto ventajosamente que las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención, o las composiciones que los comprenden, se pueden aplicar mientras que se contienen en una bolsita cerrada, evitando de ese modo cualquier contacto directo entre los cultivos y las microcápsulas o cualquiera de sus ingredientes activos, tales como los aceites esenciales. En este caso, los cultivos se exponen indirectamente a las microcápsulas o las composiciones o a los aceites esenciales dentro de las microcápsulas o composiciones de los mismos.

[0121] El término "sachet" es, tal como se conoce generalmente en el campo del control de plagas, y se usa en el presente documento para denotar una bolsa relativamente pequeña o un sobre como paquete poroso que contiene las microcápsulas de la invención, o composiciones que las comprenden. La bolsita se prepara por cualquier material tejido, tal como algodón, fibras de polímero, derivados de celulosa, y polímeros de fibras sintéticas y combinaciones de tales polímeros.

[0122] Para obtener resultados óptimos, el cultivo debe mantenerse en un entorno cerrado, tal como una habitación cerrada o un recipiente cerrado, en donde se expondrá al aceite esencial liberándose de las microcápsulas contenidas en la bolsita.

- **[0123]** Por supuesto, es evidente para cualquier persona experta en la técnica que las microcápsulas se pueden aplicar de una manera convencional, tal como pulverización, inmersión o formación de polvo o cualquier combinación de métodos diferentes, ya sea en paralelo o en secuencia.
- [0124] La cantidad de material en una bolsita se determina de acuerdo con el tipo de aceite esencial y los ingredientes activos adicionales, el porcentaje de ingrediente activo dentro de cada microcápsula, el tipo de cultivo a tratar y el tamaño y tipo del entorno en el que se ubica el cultivo. Sin embargo, generalmente, la cantidad debe calcularse de tal manera que cada bolsita contendrá al menos 1% de ingrediente activo en relación con el peso de la cosecha, cuando el cultivo está en un entorno cerrado. Preferiblemente, la bolsita debe contener al menos 5% de ingrediente activo en relación con el peso de la cosecha.
- 10 **[0125]** Esta cantidad puede estar contenida en una bolsita o puede dividirse entre varias bolsitas, de tal manera que las cantidades dadas anteriormente serán las cantidades globales de todos los sobres combinados.
 - **[0126]** Los cultivos adecuados para tratarse por las microcápsulas de la invención se seleccionan de, cereales, judías y guisantes, frutas, vegetales, cultivos de raíz, cultivos de procesamiento, plantas cucurbitáceas, plantas de pasto, las hierbas del césped; cultivos de perfumería; flores y plantas ornamentales, árboles de jardín y árboles maderables. En cada uno de estos casos, el tratamiento puede ser a las hojas, corteza, frutos, flores, semillas o raíces de los cultivos.
 - [0127] Los ejemplos de cereales incluyen, pero no se limitan a, arroz, cebada, trigo, centeno, avena, maíz, etc.

15

25

50

55

- [0128] Los ejemplos de las habas y los guisantes incluyen, pero no se limitan a, soja, alubias rojas, haba, guisante, de judía, maní, etc.
- 20 **[0129]** Ejemplos de frutas incluyen, pero no se limitan a, manzana, cítricas, pera, uva, melocotón, ciruela, cereza, nuez, castaña, almendra, plátano, fresa, etc.
 - [0130] Los ejemplos de vehículos incluyen, pero no se limitan a, repollo, tomate, espinacas, brócoli, lechuga, cebolla, puerro, pimentón español, berenjena, pimiento, etc.
 - [0131] Los ejemplos de los cultivos de raíces incluyen, pero no están limitados a, zanahoria, patata, batata, taro, rábano, rizoma de loto, nabo, bardana, ajo, etc.
 - [0132] Los ejemplos de procesamiento de cultivos incluyen, pero no se limitan a, algodón, lino, remolacha, lúpulo, caña de azúcar, remolacha azucarera, aceituna, goma, café, tabaco, té, etc.
 - [0133] Los ejemplos de plantas cucurbitáceas incluyen, pero no están limitados a, calabaza, pepino, melón, sandía, melón, etc.
- 30 [0134] Los ejemplos de plantas de pasto incluyen, pero no se limitan a, pasto ovillo, sorgo, fleo, trébol, alfalfa, etc.
 - [0135] Los ejemplos de árboles de jardín incluyen, pero no se limitan a, árbol de ginkgo, cerezo, planta de hoja dorada, etc.
 - **[0136]** Ejemplos de árboles maderables incluyen, pero no se limitan a, abeto blanco, abeto, pino, arborvitae hacha de hoja ancha, cedro japonés, ciprés japonés, etc.
- [0137] Las infecciones bacterianas tratadas por las microcápsulas de la presente invención incluyen las infecciones causadas por bacterias seleccionadas de e-coli, arginosa de pseudomonas, streptococus, stefalococus aurus y bateria de arachinom. Opcionalmente, las microcápsulas de la presente invención son eficaces contra infecciones causadas por bacterias Erwinia (pertenecientes al género enterobacteriaceae).
- [0138] Se ha encontrado que las microcápsulas de la presente invención han sido eficaces contra varios tipos de hongos, tales como rhizopus y butritis. Se espera, además, que estas microcápsulas sean fungicidas eficaces contra especies de hongos adicionales, tales como por ejemplo Alternaria y Kaladosporium.
 - **[0139]** Preferentemente, las microcápsulas contienen aceites esenciales que tienen propiedades antibacterianas y/o antifúngicas. Ejemplos de tales aceites esenciales incluyen, pero no se limitan a, aceite de orégano, aceite de árbol de té, aceite de eucalipto, aceite de tomillo, aceite de rosemarine y cualquier combinación de los mismos.
- 45 **[0140]** Las microcápsulas o composiciones que las comprenden pueden contener además al menos otra fungicida natural o sintética, nematicida, IGR o bactericida para mejorar la actividad del aceite esencial.
 - **[0141]** Todos los componentes utilizados para preparar las microcápsulas utilizadas para el tratamiento y/o prevención de infecciones bacterianas y/o infecciones fúngicas de cultivos, pueden estar hechas a partir de fuentes naturales. En este caso, el método se puede considerar un método "verde" o natural para el tratamiento y/o prevención de infecciones bacterianas y/o fúngicas de cultivos.
 - [0142] Del mismo modo, las microcápsulas de la presente invención, así como composiciones que las comprenden se pueden utilizar también para tratar otros productos adicionales que pueden crecer hongos o bacterias, tales como productos alimenticios, productos de cuero, abrigos de piel y productos de pinturas y pastas formadas de almidón o celulosa, aumentando así la vida útil de estos productos. Tales microcápsulas poseen ventajas similares a las de las microcápsulas utilizadas en el tratamiento posterior a la cosecha, a saber:
 - a) el uso de ingredientes activos naturales en lugar de sintéticos;
 - b) la capacidad de tratar los productos sin contacto directo; y
 - c) la velocidad de liberación controlable de los aceites esenciales activos e ingredientes activos adicionales, que permite el uso de cantidades inferiores de los mismos, y por lo tanto es muy rentable.
- [0143] Como puede verse en los Ejemplos de Prueba 2 y la Prueba 3 a continuación, las microcápsulas de la presente invención se incorporaron adicionalmente en diversos materiales de plástico para una variedad de aplicaciones.

- **[0144]** Por ejemplo, las microcápsulas se incorporaron en productos veterinarios, tales como collares de animales, donde repelaron con éxito moscas, pulgas y garrapatas de una variedad de granja y animales domésticos, tales como perros, caballos y vacas. En otro ejemplo, se incorporaron en un mantel de plástico y repelaron con éxito moscas alrededor de la zona tratada.
- 5 **[0145]** En estos ejemplos y en casos similares, las microcápsulas de la invención o composiciones que los comprenden se fundieron y se extruyeron en varios moldes, junto con los materiales de plástico utilizados para preparar estos manteles de plástico, o estos collares de plástico, por ejemplo polietileno.
 - **[0146]** El mismo método puede ser extendido a un gran número de productos de plástico para fines de disuasión de plagas y/o prevenir la infestación por estos parásitos y/o el tratamiento de animales infectados por estas plagas.
- 10 **[0147]** El término "productos de plástico" se refiere a cualquier polímero orgánico que es moldeable y extrusionable y puede asumir una variedad infinita de formas y formas de acuerdo con su uso o aplicación específica.
 - [0148] productos de plástico preferibles para el propósito de la presente invención son productos de plástico para el hogar, productos de plástico al aire libre y productos de plástico veterinarios.
 - [0149] Los polímeros adecuados para ser utilizados para la preparación de cualquiera de estos productos de plástico son las composiciones poliméricas extruibles. Cualquier polímero o mezcla de polímero que se puede extruir, con o sin aplicación de presión, es adecuado en el propósito de la presente invención. Los polímeros termoplásticos (polímeros que se ablandan cuando se exponen al calor y vuelven a su estado original cuando se enfrían a temperatura ambiente) son particularmente adecuados, ejemplos de los cuales son el cloruro de polivinilo, polietileno, polipropileno, acetato de polivinilo, polímeros de poliéster, por ejemplo, poli(tereftalato de etileno), copolímeros ABS, poliamidas, por ejemplo nylon.

15

20

25

30

35

40

45

55

- [0150] Una clase preferida de polímeros extruibles está representada por polímeros elastoméricos (caucho), en particular elastómeros termoplásticos que no requieren vulcanización pero se forman por encima de su temperatura de reblandecimiento y desarrollan propiedades elastoméricas al enfriarse. Ejemplos de elastómeros termoplásticos satisfactorios son elastómeros de poliuretano-poliéster, poliéteres y poliésteres segmentados, polímeros de bloque de nylon, elastómeros termoplásticos de bloque estirénicos y mezclas curadas dinámicamente de resina de poliolefina y caucho monoolefínico.
- [0151] Los elastómeros vulcanizables comprenden otra clase de polímeros extruibles, especialmente elastómeros vulcanizables que contienen dieno. Cualquiera de los cauchos naturales o sintéticos o mezclas de los mismos son satisfactorios. Sin embargo, los cauchos no de dieno, como cauchos de silicona o cauchos fluorados son también satisfactorios. Los ejemplos ilustrativos de cauchos sintéticos adecuados incluyen cis-4-polibutadieno, caucho de butilo, neopreno, terpolímeros de etileno y propileno, polímeros de 1,3-butadieno, polímeros de isopreno, copolímeros de etileno acetato de vinilo y copolímeros de 1,3-butadieno con otros monómeros, por ejemplo, estireno, acrilonitrilo, isobutileno y metacrilato de metilo.
- [0152] Preferiblemente, los productos de plástico impregnados con las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención se preparan mediante la extrusión y/o moldeo de las microcápsulas de núcleo sólido, o las composiciones que las comprenden, junto con el material plástico utilizado para la preparación de productos similares no impregnados.
 - [0153] Las condiciones de dichas extrusiones y/o piezas moldeadas son conocidas para una persona experta en la técnica. Preferiblemente, las microcápsulas se mezclan como polvo con el polímero correspondiente y luego se extruve la mezcla.
 - [0154] Alternativamente, las microcápsulas se funden primero y se mezclan con el polímero fundido utilizado para el proceso.
 - [0155] La relación en peso de las microcápsulas o composición que las comprende, como parte del polímero a partir del cual se prepara el producto de plástico, se determina sobre una base caso por caso, en función de la aplicación específica, tipo de polímero etc.
 - [0156] Generalmente, sin embargo, las microcápsulas se incorporan en los productos de plástico en una proporción que varía de 2 a 50% en peso con respecto al polímero. Más preferiblemente, esta relación varía de 5 a 30% en peso.
- [0157] Como se ha señalado anteriormente en este documento una aplicación específica para los productos de plástico impregnados con microcápsulas de la presente invención o composiciones que las comprende, es un uso veterinario.
 - **[0158]** Por lo tanto, también descrito, pero que no forma parte de la presente invención es un método para prevenir y/o tratar la infestación de pesticida en los animales mediante la incorporación de las microcápsulas de núcleo sólido, o composiciones que las comprenden, como las que se han descrito en el presente documento, en productos veterinarios plásticos.
 - **[0159]** El término "prevención y/o tratamiento de la infestación pesticida" incluye además la repulsa de ciertas plagas de animales, donde el término "plaga" como se utiliza aquí incluye, pero no se limita a, pulgas, garrapatas, hormigas, cucarachas, moscas, mosquitos, polillas, etc.
- [0160] El término "prevención y/o tratamiento de la infestación pesticida" incluye, además, la desinfección de superficies con las que los animales entran en contacto, tales como esteras, alfombras y materiales de lecho para animales.
 - **[0161]** El término "productos veterinarios", tal como se usa aquí, incluye, pero no se limita a los collares para animales, esteras, alfombras, telas y materiales de lecho para animales.
 - [0162] Los animales que pueden ser tratados por este método, básicamente, pueden ser cualquier animal domesticado, animal de granja o animal zoológico, que es propenso a una infestación de pesticida.
 - [0163] Para los ejemplos, este método se puede aplicar a animales tales como, pero no limitado a, perros, gatos,

conejos, hámsteres, caballos, vacas, ganado, aves de corral (por ejemplo, pollos, pavos, faisanes, etc.) y animales zoológicos.

[0164] Los collares, u otros productos veterinarios, impregnados con las microcápsulas de la presente invención, presentan las siguientes ventajas:

5

10

20

35

40

50

60

- a) Los ingredientes activos se liberan a una velocidad de liberación controlable, la cual puede predeterminarse de acuerdo con la necesidad específica;
- b) La velocidad de liberación controlable de los ingredientes activos permite el uso de cantidades más bajas de ingrediente activo, y así: crea un producto más rentable;
 - c) El suministro de un producto veterinario impregnado es un procedimiento relativamente simple en comparación con la desinfección activa de un animal;
- d) La frecuencia de tratamiento del animal se minimiza ya que el producto veterinario impregnado, que libera lentamente y de forma controlada los ingredientes activos, se sustituye una vez durante un período de semanas y meses, en lugar de la realización de varios de estos tratamientos en los métodos convencionales; y;
 - e) Los productos veterinarios impregnadas pueden ser completamente "verdes", eludiendo así la necesidad de utilizar desinfectantes sintéticos indeseables.
 - [0165] Por lo tanto, también descritos, pero que no forma parte de la presente invención, son productos de plástico veterinarios impregnados con microcápsulas de núcleo sólido, o composiciones que los comprenden, como los que se han descrito anteriormente en este documento.
- 25 **[0166]** También se proporciona el uso de las microcápsulas de núcleo sólido descritas en este documento, o las composiciones que los comprenden, para prevenir y/o tratar la infestación de pesticida en los animales.
 - **[0167]** Tal como se ha señalado más anteriormente otras aplicaciones específicas para los productos de plástico impregnados con los microcápsulas de la presente invención o composiciones que las comprenden, son los hogares y aplicaciones al aire libre.
- 30 **[0168]** Aplicaciones para el hogar pueden incluir la disuasión, prevención y tratamiento de las infestaciones de plagas dentro de la casa, oficina, institución pública, etc., y en sus alrededores. Artículos de plástico para tales usos incluyen colchones, cortinas, ropa de fibras de plástico, manteles, recipientes de plástico, bolsas de basura, etc.
 - [0169] Las aplicaciones exteriores pueden incluir la repulsión, prevención y tratamiento de las infestaciones de plagas en espacios abiertos, como alrededor de áreas de picnic, campings, alrededor de las escuelas u otras instituciones públicas, eventos al aire libre, etc. ubicación de productos plásticos adecuados para uso en exteriores incluyen, pero no están limitados a, tiendas de campaña, manteles de picnic, cubos de basura, etc.
 - [0170] Así, según otro aspecto de la invención, se proporciona un método para repeler plagas en un entorno, comprendiendo este método la incorporación de las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención, o composiciones que las comprenden, como las que se han descrito en el presente documento, en productos para el hogar de plástico o productos al aire libre de plástico.
 - [0171] El término "plaga", tal como se usa aquí, se refiere a cualquier organismo capaz de transmitir el agente causante de la enfermedad humana o animal o capaz de producir incomodidad o lesiones humanas o animales, incluyendo insectos, roedores, etc. Ejemplos específicos incluyen, pero no se limitan a, mosquitos, moscas, pulgas, cucarachas, hormigas, ácaros, polillas, gusanos, garrapatas y otros insectos o ratas.
- 45 **[0172]** Este método puede usarse para prevenir o repeler las siguientes plagas de la zona en que se utilizan las microcápsulas: mosquitos, moscas, pulgas, cucarachas, hormigas, ácaros, polillas, gusanos, garrapatas o ratas etc. **[0173]** El término "medio ambiente", tal como se usa aquí se refiere a un área física predefinida que se solicita para

estar libre de plagas. El ambiente puede ser tanto en el interior como al aire libre.

- [0174] El tamaño del medio ambiente tratable por las microcápsulas de la presente invención se determina por el tipo y concentración del ingrediente activo, y en la tolerancia requerida de plagas dentro de esta área.
- [0175] También descritos, pero que no forman parte de la presente invención, son productos para el hogar de plástico y productos al aire libre de plástico impregnados con microcápsulas de núcleo sólido o composiciones que las comprenden, como los que se han descrito anteriormente en este documento.
- [0176] Alternativamente, las microcápsulas de la presente invención, así como composiciones que las comprenden se pueden aplicar en su forma sólida, de manera similar a las aplicaciones posteriores a la cosecha, para lograr el mismo propósito de repeler plagas, mientras que los aceites esenciales activos y/o ingredientes adicionales se colocan en sobres cerrados en o alrededor de la zona a tratar.
 - [0177] Por lo tanto, también descrito, pero que no forma parte de la presente invención, es un método para repeler plagas en un entorno, este método comprende la colocación de una bolsita cerrada que comprende las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención, o composiciones que las comprenden, como los que se han descrito aquí, en este entorno.
 - [0178] Por lo tanto, se proporciona también el uso de las microcápsulas de núcleo sólido descritas en este documento, o las composiciones que las comprenden, para repeler plagas en un entorno.
- [0179] Finalmente, otra aplicación importante de las microcápsulas de la presente invención es el tratamiento de los cuerpos de agua, en los cuerpos de agua particulares utilizados para el agua potable o agua para otros usos domésticos.

[0180] Las masas de agua pueden infestarse con larvas o huevos de una variedad de insectos o pueden contener otras formas de vida, tales como zooplancton, que no son deseables en el agua potable y en el agua para otros usos domésticos.

[0181] Métodos conocidos para tratar masas de agua a menudo usan pesticidas sintéticas conocidas, pero encontrar residuos de estos productos químicos en el agua potable es, obviamente, no deseado.

[0182] Alternativamente, el uso de pesticidas naturales requiere cantidades muy grandes ser eficaz, y tampoco es eficaz para la captura de especies que residen en la parte inferior de los cuerpos de agua o a diferentes profundidades en ella.

[0183] Como puede verse en el ejemplo de prueba 4, las microcápsulas de la presente invención se utilizaron con éxito para prevenir el crecimiento de larvas quironómidas (Chironomus) y crustáceos, como copépodos, en varios cuerpos de aqua.

[0184] Esto se logró mediante el diseño de la densidad de las microcápsulas de la presente invención, o composiciones que las comprenden, para ser mayores que 1, la densidad del agua, de modo que estas microcápsulas o composiciones que las comprenden, se hundirán hasta el fondo de los cuerpos de agua, o se hundirán a otra profundidad predeterminada, según el sitio de la plaga de agua a tratar.

[0185] La capacidad de controlar la densidad de estas microcápsulas o composiciones que las comprenden depende de:

- a) la identidad (y por tanto la densidad) del material sólido poroso que compone el núcleo sólido de las microcápsulas;
- b) la relación en peso entre este material sólido poroso y los aceites esenciales; y

10

15

20

25

35

40

45

50

55

60

c) la velocidad de liberación del aceite esencial desde el núcleo sólido de las microcápsulas.

[0186] Por lo tanto, también descrito, pero que no forma parte de la presente invención, es un método para tratar masas de agua, comprendiendo dicho método la adición de las microcápsulas de núcleo sólido de la presente invención, o composiciones que las comprenden, como los que se han definido anteriormente, a un cuerpo de agua que contiene al menos una plaga de agua.

30 [0187] El término "cuerpo de agua" incluye, pero no se limita al consumo de las masas de agua y reservas, lagos, lagunas, embalses, arroyos, ríos y áreas recreativas tales como piscinas.

[0188] El término "plagas de aqua" se refiere al zooplancton, insectos acuáticos y algas.

[0189] El zooplancton es un término que describe animales microscópicos que se alimentan de otro plancton. Es una categorización amplia que abarca una gama de tamaños de organismo, desde pequeños protozoos a grandes metazoos. Incluye organismos holoplanctónicos cuyo ciclo de vida se encuentra dentro del plancton y organismos meroplanctónicos que pasan parte de su ciclo de vida en el plancton antes de graduarse ya sea al necton o a una existencia de sésiles, bentónica.

[0190] Ejemplos de zooplancton tratable por el presente método, incluyen, pero no se limitan a, pequeños crustáceos, tales como copépodos y foraminíferos, radiolarios y dinoflagelados, quetognatos (chaetognatha), moluscos y cordados, tales como salpas y los peces juveniles.

[0191] El término "insectos acuáticos" se refiere a insectos seleccionados de, pero no limitado a los mosquitos, quironómidos, colembola, efemeroptera, odonata, plecoptera, hemiptera, neuroptera/megaloptera, tricópteros, lepidopteras y coleópteras. En particular, este término incluye las larvas y los huevos de estos insectos.

[0192] Ejemplos de algas adecuadas tratables por las microcápsulas de la presente invención, incluyen, pero no se limitan a, las algas rojas.

[0193] Una ventaja del presente método es que tanto el lugar de la liberación, como el perfil de liberación en el tiempo pueden ajustarse para maximizar la eficacia y la rentabilidad de las composiciones de aceites esenciales, como pesticidas en aplicaciones de agua.

[0194] Los ingredientes activos en microcápsulas adecuadas para aplicaciones de tratamiento de agua son los aceites esenciales, tales como, pero no limitado a, aceite de citronela, aceite de pino, aceite de clavo, aceite de árbol de té, aceite de eucalipto y aceite de orégano, reguladores del crecimiento de insectos (IGR), tales como azadiractina, piriproxifen, etc., y cualquier combinación de los mismos, que tienen una buena eficacia para reducir los quironómidos y zooplancton a niveles aceptables de salud y estéticos.

[0195] Estos ingredientes activos se utilizan en concentraciones que van de 0,1 a 30% en peso de la composición de microcápsulas.

[0196] Las microcápsulas pueden contener IGR verdes, que son IGR de fuentes naturales, tales como por ejemplo aceites de Neem y fracciones individuales extraídas de estas IGR naturales, tales como azadiractina derivada de los aceites de Neem.

[0197] De acuerdo con el método presentado en el presente documento, las microcápsulas de la presente invención, así como composiciones que las comprenden, se aplicaron a una concentración de aproximadamente 10 ppm en los cuerpos de agua.

[0198] Las características importantes y ventajas de las microcápsulas o composiciones obtenidas que las comprenden, incluyen:

a) Las microcápsulas pueden tener una densidad que es mayor que 1 y por lo tanto pueden pre-diseñarse para hundirse hasta el fondo del cuerpo de agua, o descender a diferentes profundidades por debajo de la superficie,

de acuerdo con el sitio de la plaga de agua dirigida o zooplancton. Sin embargo, si se desea, la microcápsula puede pre-diseñarse para flotar en la superficie del agua, o se hundirá justo debajo de ella, por ejemplo, cuando la densidad de las microcápsulas es de aproximadamente 1, y sólo ligeramente por encima de ella. Esto se puede conseguir mediante la elección del tipo y la cantidad del material sólido poroso, absorbente de los ingredientes activos dentro del núcleo sólido de las microcápsulas;

b) Los ingredientes activos son una combinación de aceites esenciales y reguladores del crecimiento de insectos que tienen una buena eficacia para reducir los quironómidos y zooplancton a niveles aceptables de salud y estéticos:

10 **[0199]** Para las diversas aplicaciones descritas en el presente documento, el producto vendido puede proporcionarse en un kit o un paquete comercial que comprende las microcápsulas de presente invención, y que comprenden opcionalmente un vehículo.

[0200] El kit que comprende las microcápsulas o la composición de la presente invención puede presentarse en un sólido o una forma líquida, ya sea en un concentrado o un estado diluido y se puede aplicar al entorno diana o producto mediante, por ejemplo, una esponja o un trozo de tela, que fue preabsorbido por la composición, o por pulverización de mano.

[0201] Opcionalmente, los kits de la presente invención también pueden comprender instrucciones de cómo aplicar los componentes del mismo a los entornos o productos diana, como para lograr el efecto deseable para una determinada aplicación. Los kits también pueden contener diferentes componentes e instrucciones para diferentes aplicaciones.

EJEMPLOS

5

15

20

25

30

35

45

55

60

65

[0202] Ahora se hace referencia a los siguientes ejemplos, que junto con las descripciones anteriores, ilustran la invención.

[0203] En particular, es preciso señalar que las concentraciones de aceites esenciales y componentes adicionales que no han de considerarse como concentraciones limitantes, sirven meramente para el propósito de presentar los ejemplos, y concentraciones adicionales pueden utilizarse.

[0204] Para simplificar, en todos los ejemplos, el término "formulación" se utiliza ampliamente y abarca las microcápsulas de las presentes invenciones, así como composiciones que contienen estas microcápsulas y que contienen opcionalmente ingredientes adicionales. Una persona experta en la técnica sería capaz de entender de cada ejemplo a qué hace referencia el término "formulación" en cada caso.

MATERIALES Y MÉTODOS ANALÍTICOS

[0205] Aceite de árbol de té, aceite de orégano, aceite de pino, aceite de citronela, y aceite de piretro y semilla de algodón se obtuvieron de la Tamar Marketing Company.

[0206] Tolueno 2, 4 diisocianato (T.D.I.), diamina de étileno (EDA) y triamina de dietileno (DETA) se obtuvieron de Fluka en un grado técnico.

40 [0207] Polifenilisocianato de polimetileno (Voronate 220) se obtuvo de Dow Chemicals.

[0208] Aerosilo A 200 y Aerosilo A 300 se obtuvieron de Degussa A.G Frankfurt DE.

[0209] qwenling (aceite esencial de eucalipto de limón) se obtuvo de Shiffon Ltd.

[0210] dimilina era de Shifon Ltd Luxemberg.

[0211] Azadiractina se obtiene a partir de la división de OzonoBiotec de Shivanshu Sintered Products de la India.

[0212] Larvas de chironomus y huevos y copépodos se obtuvieron de la Facultad de Agricultura en Rehovot.

[0213] Todos los otros productos químicos se adquirieron de Sigma-Aldrich y se utilizaron sin más purificaciones.

[0214] La preparación de las microcápsulas se realizó utilizando el tambor giratorio de producción multiplex (6005/mamá Multiplex - Apex Construction LTD Londres).

[0215] La ponderación se llevó a cabo usando una balanza semianalítica por Defibnes.

50 **[0216]** Mediciones de HPLC se llevaron a cabo en un Shimadzu HPLC con detector UV ajustable (Columna por ejemplo: Luna 5 μ fenilo-hexilo: 250x 4,6 mm 5 μ).

[0217] Todos los porcentajes siguientes son porcentajes en peso.

Ejemplo 1A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de aceite de árbol de té, por polimerización interfacial

[0218] Una formulación de núcleo sólido que contiene 64% de árbol de té se preparó de la siguiente manera:

En primer lugar, diisocianato de tolueno (TDI, 22,8 gramos, 0,12 moles) se disolvió en aceite de árbol de té (181,2 gramos) para producir una solución de 24 H TDI/aceite del árbol del té.

[0219] Por otra parte, diamina de etano (EDA, 5,4 gramos, 0,18 moles) se mezclaron con dietilentriamina (DETA, 4,7 gramos, 0,046 moles) en agua (10,6 gramos) para producir una solución acuosa 21,3 M EDA/DETA.

[0220] AEROSILO 300 (70 gramos) a continuación se colocaron en un tambor de producción multiplex giratorio y se añadió la solución de TDI/aceite de árbol de té en un solo paso y el tambor se hizo girar durante 60 minutos para obtener una absorción uniforme en el polvo Aerosilo A 300. Después, la solución acuosa EDA/DETA se pulverizó en

el tambor y se hizo girar durante 2 horas adicionales para obtener una formulación de núcleo sólido de aceite de árbol de té encapsulado, en una forma de polvo.

[0221] Se repitió la misma reacción, sustituyendo el TDI con polifenilisocianato de polimetileno (Voronate 220).

[0222] Además también se prepararon las siguientes formulaciones de acuerdo con este ejemplo.

5

10

20

25

30

- A) Microcápsulas que contienen aceite de citronela (20-25% en peso de la formulación total) y piretro (2-4% en peso total de la formulación) para aplicaciones veterinarias y aplicaciones ambientales a continuación.
- B) qwenling (20-25% en peso total de la formulación) y piretro (2-4% en peso total de la formulación) para aplicaciones ambientales a continuación.
- C) Las formulaciones W1-W4 (que contienen aceite de pino, piretro, aceite de orégano, dimilina, azadiractina) utilizado para aplicaciones de agua a continuación:
- Formulación nº W1, donde en lugar de aceite de árbol de té contenía aceite de pino (180 gramos) con piretro (18 gramos) y dimilina (18 gramos);
 - Formulación nº W2, preparado según el Ejemplo 1A en el que en lugar de aceite de árbol de té que contiene aceite de orégano (90 gramos), aceite de pino (90 gramos, 18,3%), piretro (18 gramos) y dimilina (18 gramos); Formulación nº W3, preparada según el Ejemplo 1A estaban en lugar de aceite de árbol de té contenía aceite de pino (180 gramos), piretro (18 gramos) y azadiractina (14 gramos);
 - Formulación nº W4, que contiene aceite de pino (105 gramos), aceite de orégano (75 gramos), piretro (18 gramos) y azadiractina (14 gramos).

Ejemplo comparativo 1B: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen aceite de árbol de té 64%, por el método "verde"

[0223] El polvo de microcápsulas también se formuló en un vehículo acuoso, del siguiente modo:

Ácido decanoico (12 gramos, 0,07 moles) se disolvió en aceite de árbol de té (100 gramos) y se añadió esta solución a un tambor giratorio que contiene aerosilo A 200 (70 gramos) y se hace girar durante 60 minutos a una velocidad que proporciona una distribución uniforme. Después de este tiempo, una solución que contiene NaOH (3,5 gramos, 0,09 moles) y CaCl₂ (7 gramos, 0,063 moles) en agua (100 mL) se pulverizó en el tambor giratorio y se hace girar durante dos horas adicionales para producir un polvo microcapsular de núcleo sólido que contiene 64% de aceite del árbol del té.

35

- Ejemplo 2A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de aceite de orégano, por polimerización interfacial
- [0224] El Ejemplo 1a se repitió utilizando aceite de orégano (134 gramos) en lugar de aceite de árbol de té para dar 40 una formulación de partícula sólida que contiene 64% de orégano.
 - Ejemplo 3A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 32% de aceite de orégano y 32% de aceite de árbol de té por polimerización interfacial
- [0225] El Ejemplo 1a se repitió usando una mezcla de aceite de árbol de té (67 gramos) y aceite de orégano (67 gramos) que resulta en una relación en peso de 1: 1 de los aceites esenciales en lugar de aceite de árbol de té sólo como en el ejemplo 1, para dar una formulación de partícula sólida que contiene 32% de aceite de árbol de té y 32% de aceite de orégano del mismo peso como en el ejemplo 1.
- 50 Ejemplo 4A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de aceite de orégano por polimerización interfacial, recubierta adicionalmente por cera de parafina
 - [0226] Las microcápsulas que contienen dos etapas de recubrimiento (recubrimiento polimérico y revestimiento de cera final) se prepararon del siguiente modo:

- Ejemplo 2A se repitió utilizando las cantidades siguientes: 51 gramos de Aerosil A 300, 67 gramos de TDI, 134 gramos de aceite de orégano, una mezcla de 30 gramos de EDA y 14 gramos de DETA, en 30 acetato de etilo (EA).
- [0227] Después de obtener el polvo microcapsular de núcleo sólido que contiene 64% de aceite de orégano, siendo el revestimiento interfacial hecho con TDI, se añadió cera de parafina fundida (10 gramos) en el rotador, para revestir las partículas antes mencionadas y se mantuvo bajo mezcla durante una hora adicional para asegurar la completa evaporación del acetato de etilo. Se obtuvo un polvo doblemente recubierto, que tiene un mayor espesor del recubrimiento y una volatilidad reducida del polvo, que puede hacerse a medida para conseguir una velocidad de liberación controlada deseada.
 - [0228] Una muestra como la anterior se hizo con ligeras variaciones en los componentes y el nombre 1-ETW con las

concentraciones de componentes utilizadas en la preparación dada en la Tabla siguiente. Cabe señalar que EA (acetato de etilo) se elimina por evaporación.

Material

Aerosil 300

Aceite de oregano

TDI

DETA

EDA

EΑ

Cera parafina

Peso (gramos)

51,83

134

67.6

12

14

30

10

289,43

238

Orden de operaciones

2

3

4

| | ٦ |
|---|---|
| • | |
| | |
| | |

| 1 | 0 |
|---|---|

15

20 Ejemplo 5A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de mezclas de aceite de orégano y aceite de árbol de té, mediante polimerización interfacial, y recubierto por cera de parafina

Total (sin el peso del EA volátil)

Total real debido a la pérdida de masa de la transferencia de un

matriz a otro

[0229] El Ejemplo 4A se repitió usando diferentes proporciones de aceite de orégano y aceite de árbol de té para obtener polvos microcapsulares de núcleo sólido que contiene 64% de las siguientes relaciones en peso de aceite de orégano y aceite de árbol de té: 50/50, 20/80 y 80/20, como aparece en la siguiente tabla:

30

25

| Mucetro | Ingrediente activo (%) | | |
|---------|------------------------|-----------------------|--|
| Muestra | Aceite de orégano | Aceite de árbol de té | |
| 1-ETW | 100 | - | |
| 2-ETW | 50 | 50 | |
| 3-ETW | 20 | 80 | |
| 4-ETW | 80 | 20 | |

35 Ejemplo 6A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de mezclas de aceite de orégano y aceite de árbol de té, por polimerización interfacial doble, y además recubiertos por cera de parafina (doble espesor)

[0230] Se repitió Ejemplo 5A (cantidades: 51 gramos Aerosil A 300, 22,4 gramos de TDI, 134 gramos de aceite de orégano) con la diferencia de que después pulverizarse la EDA (4,6 gramos)/DETA (4 gramos) de solución de acetato (20 gramos) y hacerse girar, la etapa de polimerización interfacial se repitió por pulverización de una segunda capa de TDI (11,4 gramos) en acetato de etilo (5%) sobre las partículas de rotación, seguida de una pulverización adicional de EDA (2,4 gramos)/DETA (2 gramos) de solución de acetato de etilo (10 gramos), para obtener microcápsulas de núcleo sólido doblemente recubiertas. El revestimiento final de cera de parafina (20 gramos) se aplicó también como en el ejemplo 5A, pero doblando la cantidad de la cera, lo que aumenta el espesor del polvo en consecuencia. Este ejemplo se repitió utilizando diferentes proporciones de aceite de orégano y aceite de árbol de té para obtener polvos microcapsulares de núcleo sólido que contienen las siguientes proporciones:

50

| Muestra | Ingrediente activo (%) | | |
|---------|------------------------|-----------------------|--|
| Muestra | Aceite de orégano | Aceite de árbol de té | |
| 5-ETW | 100 | - | |
| 6-ETW | 50 | 50 | |
| 7-ETW | 80 | 20 | |
| 8-ETW | 20 | 80 | |

55

[0231] Por ejemplo, la composición de formulación 8-ETW es la siguiente:

| Orden de operaciones | Material | Peso (gramos) |
|----------------------|-----------------------|---------------|
| 1 | Aerosil 300 | 51,83 |
| | Aceite de oregano | 26,8 |
| 2 | Aceite de árbol de té | 107,2 |
| | TDI | 22,4 |
| | DETA | 4 |
| 3 | EDA | 4,6 |
| | EA | 20 |
| 4 | TDI | 11,4 |
| 5 | DETA | 2 |
| | EDA | 2,4 |
| | EA | 10 |
| 6 | Cera parafina | 20 |
| Total | | 256,63 |
| Total real | | 248 |

20 Ejemplo 7A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de mezclas de aceite de orégano y aceite de árbol de té, por polimerización interfacial doble, y recubierto por cera de abeja

[0232] Ejemplo 6A Se repitió, mientras que la cera de parafina se reemplazó con cera de abeja, que se funde antes de la aplicación.

Ejemplo 8A Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de mezclas de aceite de orégano y aceite de árbol de té, por polimerización interfacial doble, y recubiertas por el ácido esteárico

[0233] Ejemplo 6A Se repitió, mientras que la cera de parafina se reemplazó con ácido esteárico, que se aplicó en forma de masa fundida o como una solución de 10% en peso en acetato de etilo.

[0234] Las formulaciones preparadas según los Ejemplos 7A y 8A, que contienen aceite de orégano solamente, se presentan en la tabla siguiente:

Las formulaciones se hicieron por primera vez por la polimerización interfacial doble (como se describe en el ejemplo 6A) y luego se recubren por cera (Tabla 9-ETBW y 10-ETBW a continuación) o con ácido esteárico (Tabla 11 y 12-ETBW a continuación) en lugar de la cera.

| Muestra | Material de revestimiento | Espesor del recubrimiento (%) |
|---------|---------------------------|-------------------------------|
| 9-ETBW | Cera de abejas | 100 |
| 10-ETBW | Cera de abejas | 200 |
| 11-ETST | Ácido esteárico | 100 |
| 12-ETST | Ácido esteárico | 200 |

Ejemplo 9A: Preparación de microcápsulas de núcleo sólido que contienen 64% de mezclas de aceite de orégano y aceite de semilla de algodón, por polimerización interfacial doble, y recubiertos por el ácido esteárico

[0235] Se repitió el Ejemplo 8A, mientras que el aceite de semilla de algodón se añadió al aceite de orégano con el fin de reducir significativamente la tasa de evaporación de este último a partir de las microcápsulas encapsuladas. Las cantidades utilizadas fueron: una mezcla de orégano (107,2 gramos) con aceite de semilla de algodón (26,8 gramos), 44,8 gramos de TDI, 51,8 gramos de Aerosil 300, 20 gramos de solución de acetato de etilo de EDA (9,2 gramos)/DETA (8 gramos), y por un segundo recubrimiento IP de una solución al 5% de TDI (22.8 gramos) en acetato de etilo, una pulverización de DETA (4,8 gramos)/EDA (4 gramos) en 10 gramos de acetato de etilo (EA). Las microcápsulas obtenidas se pulerizaron con ácido esteárico fundido (20 a 40 gramos).

[0236] Las diversas formulaciones preparadas se describen en la tabla de abajo, lo que refleja los cambios en la cantidad de ácido esteárico (y determinando de este modo el espesor de la capa), así como cambios en la cantidad de aceite de semilla de algodón. Las muestras 13-ETSt y 14-ETSt son muestras preparadas por una etapa de polimerización interfacial, mientras que las muestras 15-ETSt y 16-ETSt se prepararon mediante polimerización interfacial doble.

60

5

10

15

25

30

35

40

50

| 5 |
|---|
| _ |

| Muestra | Espesor del recubrimiento (%) | Observaciones adicionales |
|---------|-------------------------------|--|
| 13-ETST | 400 | Incluyendo 10% de aceite de semilla de algodón |
| 14-ETST | 400 | Incluyendo 20% de aceite de semilla de algodón |
| 15-ETST | 200 | Incluyendo 10% de aceite de semilla de algodón |
| 15-E131 | 200 | Polimerización interfacial doble |
| 16-ETW | 200 | Incluyendo 10% de aceite de semilla de algodón |
| 10-6144 | 200 | Polimerización interfacial doble |

15

10

[0237] Por ejemplo, la composición de la formulación 16-ETW se describe en la tabla siguiente:

20

25

30

| Orden de operaciones | Material | Peso (gramos) | |
|----------------------|-------------------|---------------|--|
| 1 | Aerosil 300 | 51,83 | |
| | Aceite de orégano | 107,2 | |
| 2 | Aceite de algodón | 26,8 | |
| | TDI | 44,8 | |
| | DETA | 8 | |
| 3 | EDA | 9,2 | |
| | EA | 20 | |
| 4 | TDI | 22,8 | |
| 5 | DETA | 4 | |
| | EDA | 4,8 | |
| | EA | 10 | |
| 6 | Cera parafina | 20 | |
| Total | | 299,43 | |
| Total real | | 286,7 | |

35 [0238] Ensayos de liberación de aceite se llevaron a cabo usando el mismo tipo de bolsas utilizadas para los ensayos de eficacia, y las pruebas se llevaron a cabo en el almacenamiento refrigerado a 6°C y 80% de humedad. Las microcápsulas que contienen aceite de orégano y mezclas de aceite de semilla de algodón tuvieron una velocidad significativamente reducida (en aproximadamente un 80%) de liberación de aceite de orégano, en comparación con microcápsulas que contienen solamente aceite de orégano. 40

[0239] Se ha observado que cuando se añadió el aceite de semilla de algodón (aceite vegetal) para el aceite esencial y luego se encapsuló en conjunto, la velocidad de liberación del orégano fue significativa más larga que para una microcápsula de control con solamente aceite de orégano.

Ejemplo ENSAYO1: aplicación después de la cosecha de microcápsulas de núcleo sólido

45

55

Métodos generales:

ENSAYOS DE EFICACIA DESPUÉS DE LA COSECHA

[0240] Con el fin de evaluar la eficacia de las microcápsulas en la prevención de infecciones fúngicas de Rhizopus 50 y/o Botritis en cultivo cosechado, los experimentos de actividad biológica se llevaron a cabo en pimientos rojos. 102411 Los pimientos se recogieron 3 días antes de la prueba y no se han tratado previamente en absoluto.

[0242] Los frutos se colocaron en bolsas de polietileno comerciales, llamadas bolsas Hachotrim y preparadas para contener los pimientos después de la cosecha. Cada bolsa contenía 6 pimientos y dos bolsas de formulación de algodón (5 cm x 5 cm), cada uno con 5 gramos de formulación. Las formulaciones se habían mezclado con polvo de talco con el fin de disminuir la cantidad del ingrediente activo a 6%, la concentración eficaz mínima de fungicida.

[0243] Cada experimento se compone de 5 repeticiones de cada muestra de formulación, así como 5 repeticiones de muestras de control (que no contienen fungicida).

[0244] Se realizaron tres series de experimentos.

60 [0245] Pruebas visuales de las muestras se llevaron a cabo una vez por semana durante 35 días, para determinar el desarrollo de la podredumbre, y los resultados se registraron con el software de control de calidad fácilmente

[0246] Durante los experimentos, los pimientos se mantuvieron a 6°C, 60-70% de humedad y bajo presión atmosférica en un refrigerador industrial de laboratorio.

[0247] Algunas formulaciones se ensayaron adicionalmente mediante la realización de otro experimento en 65 muestras frescas, más de 42 días, con 10 repeticiones de cada muestra de formulación, así como 5 repeticiones de

muestras de control (que no contienen fungicida). El resto de los parámetros son como se describen anteriormente en este documento.

PRUEBAS DE SABOR

5

10

[0248] Con el fin de confirmar que las microcápsulas que contienen fungicidas no dañan el sabor de las frutas o verduras tratadas, un experimento de prueba de sabor se llevó a cabo mediante la recopilación de 30 pimientos muestras no dañadas tratadas y no tratadas, 35 días después del inicio del tratamiento, almacenándolos en un refrigerador durante 24 horas, y luego lavándolos y cortándolos en placas marcadas por números de serie. Las muestras fueron degustadas por 15 personas, que les pidió que indicaran cualquier signo de retrogusto.

Experimentos de aceite de liberación controlada

15 6 9

[0249] Experimentos de liberación controlada se llevaron a cabo mediante la determinación de la cantidad de aceite esencial que queda en cada formulación usando HPLC. 16 formulaciones se ensayaron durante 6 semanas (total de 96 bolsas experimento). Cada bolsa contenía 5 bolsas de algodón (5 repeticiones) que contienen 5 gramos de la misma formulación (6% diluida por polvos de talco). Cada semana 16 muestras de uno de cada formulación, se tomaron para el análisis, de manera que todas las repeticiones se combinaron para el análisis.

[0250] Durante los experimentos, los pimientos se mantuvieron a 6°C, 60-70% de humedad y bajo presión atmosférica en un refrigerador industrial de laboratorio.

RESULTADOS DESPUÉS DE LA COSECHA

A. Pruebas de eficacia

25

[0251]

30

(A) El polvo obtenido preparado según el Ejemplo 1A (por polimerización interfacial), que contiene 64% de aceite de árbol de té, se aplicó como se describe anteriormente en el ensayo de eficacia después de la recolección en zanahorias dentro de un recipiente después de la cosecha. La observación visual después de 3 semanas demostró que la formulación de polvo tratada había impedido infecciones bacterianas y fúngicas en comparación con el control de ningún tratamiento que tenía infecciones bacterianas y fúngicas significativas.

35

(B) El polvo obtenido preparado según el ejemplo comparativo 1B (por el método verde), que también contiene 64% de aceite de árbol de té, se aplican a las zanahorias como en "A" anteriormente. Los hongos Rhizopus y Butritis se comprobaron visualmente por un agrónomo experto con muchos años de experiencia.

40

(C) El polvo obtenido preparado según el Ejemplo 2A (por polimerización interfacial), que contiene 64% de aceite de orégano, se aplicó como se describe anteriormente en el ensayo de eficacia tras la cosecha de patatas dentro de un recipiente después de la cosecha. La observación visual después de 3 semanas demostró que la formulación de polvo tratada había impedido infecciones bacterianas y fúngicas en comparación con el control. Este es un ejemplo de papel y observación visual.

45

(D) El polvo obtenido preparado de acuerdo con el Ejemplo 3A (por polimerización interfacial), que contiene 32% de aceite de árbol de té y 32% de aceite de orégano, se aplicó como se ha descrito anteriormente en el ensayo de eficacia tras la cosecha de <u>patatas</u> dentro de un recipiente después de la cosecha, y durante un período de dos semanas de observación visual se mostró que impidió infecciones bacterianas y fúngicas en comparación con el control.

50

(E) El polvo obtenido preparado según el Ejemplo 4A (por polimerización interfacial), que contiene 64% de aceite de orégano, y recubierto por ácido de cera de parafina, fue probado en ensayos de eficacia durante un período de 35 días en 30 pimientos divididos en 5 bolsas donde cada bolsa contiene 2 pequeñas bolsas con 5 gramos de la formulación. En cada una de las pequeñas bolsas con el aceite esencial microencapsulado 5g se diluyó con polvo de talco para diluir la cantidad de aceites esenciales en la formulación total a 6% de aceite esencial. Cada semana se observaron visualmente los pimientos para determinar la infección Rhizopus y Botritis. Los paquetes esenciales encapsulados redujeron el número de pimientos con el crecimiento bacteriano en más de un 50% a 80% y en algunos casos 90%.

55

Además, las pruebas de sabor por 15 degustadores diferentes elegidos al azar, de los pimientos tratados más de 80% afirmaron que el sabor de los pimientos era como si se hubieran recogido recientemente.

60

65

(F) Las microcápsulas preparadas de acuerdo con el Ejemplo 5A se ensayaron en pimientos como se describe en el ejemplo 1E anterior. Se estudió el desarrollo de hongos (Rhizopus y Botritis) cultivados en el tallo de los pimientos tratados por las formulaciones 2-ETW y 3-ETW, preparado en el Ejemplo 6A, durante un período de 35 días. Se observó que ningún hongo se ha cultivadado en cualquier muestra que incluye el control durante los primeros 21 días. Después de 21 días en el control y 3-ETW hay un aumento lento hasta el 28° día, y un aumento más agudo a partir de entonces, en el que a los 35 días el control tiene una infección de 53%, mientras

que 3-ETW expuso muestras con una infección de 20%. Los pimientos tratados con 2-ETW tenían infección de menos de 5% a los 35 días, lo que indica que una mayor proporción de árbol de orégano/té da mejores resultados.

- (G) Las microcápsulas preparadas según el Ejemplo 6A se ensayaron en pimientos como se describe en el Ejemplo 1E contra Rhizopus y Botritis. Los resultados obtenidos por la observación visual mostraron buena inhibición contra el crecimiento de Rhizopus y Botritis similar a los resultados en el Ejemplo (F). Por otra parte, los 15 degustadores de los pimientos tratados revelaron que el sabor de los pimientos era como si
 - (H) Las microcápsulas preparadas según el Ejemplo 7A se ensayaron en pimientos como se describe en el Ejemplo 1E contra Rhizopus y Botritis. Los resultados obtenidos por la observación visual mostraron buena inhibición contra el crecimiento de Rhizopus y Botritis similar a los resultados en el Ejemplo (F).
- (I) Las microcápsulas preparadas según el ejemplo 7A fueron ensayadas en pimientos como se describe en el Ejemplo 1E contra Rhizopus y Botritis. Los resultados obtenidos por la observación visual mostraron buena inhibición contra el crecimiento de Rhizopus y Botritis similar a los resultados en el Ejemplo (F).
- (J) Las microcápsulas preparadas según el Ejemplo 8A fueron ensayadas en pimientos como se describe en el Ejemplo 1E contra Rhizopus y Botritis.

[0252] Las pruebas se llevaron a cabo para observar el desarrollo de hongos (Rhizopus y Botritis) en los tallos de los pimientos tratados por las formulaciones 10-ETBW y 12-ETST, durante un período de 35 días.

[0253] Los resultados muestran que en los primeros 21 días no ha crecido ningún hongo (incluso en el grupo de control). Los pimientos tratados con la formulación 12-ETSt (microcápsulas recubiertas con ácido esteárico) han comenzado la descomposición después de 28 días, con una tasa de descomposición lenta. Los pimientos tratados por el 10-ETBW (microcápsulas con un revestimiento de cera de abejas) comenzaron la descomposición antes de los 21 días (infección 10%), pero después de 28 días la tasa de descomposición fue más lenta que con 12-ETST. A los 35 días pimientos de ambos grupos tenían una infección del 13%. El control a los 28 y 35 días tenía un 17% y 30% de la infección.

[0254] Un resumen de la eficacia de diversos tratamientos sobre el desarrollo de hongos (Rhizopus y Botritis) en el tallo de los pimientos, durante un período de 35 días, como el porcentaje de las picaduras de pimienta no dañadas es como sigue: El % de la pimientos no infectados era de 90 a 95% para 2ETW, 85% para 10 ETBW, 80% para 12-ETST, 80% para 3-ETW y 58% para el control.

[0255] Parece que la formulación 2-ETW, que contiene 50% de aceite de orégano y 50% de aceite de árbol de té, fue el más eficaz después de 35 días.

Resultados de velocidad de liberación de aceite

hubieran sido recogido recientemente.

10

25

30

45

50

55

60

65

[0256] Se estudió la velocidad de liberación de diversas formulaciones que difieren en el ingrediente activo y en el espesor del recubrimiento. Las diferentes composiciones de formulación 2, 7 y 8 ETW se dan en la siguiente Tabla. El espesor del recubrimiento en % está destinado a comparar el revestimiento más delgado (designado 100%) con la capa que utilizan más material que en el caso de 200% significa dos veces el espesor del revestimiento según se infiere de la utilización de 200% más de material de revestimiento.

| | Ingrediente activo | | |
|---------|--------------------|-----------|--|
| Muestra | Aceite de | Aceite de | De espesor de revestimiento (cera de parafina) (%) |
| | árbol de te | orégano | |
| 2-ETW | 50 | 50 | 100% |
| 8-ETW | 80 20 | | 200% |
| 7-ETW | 20 | 80 | 200% |

[0257] En los experimentos de velocidad de liberación, la primera medición fue tomada en el tiempo cero (cuando los ingredientes activos se incorporaron en la cápsula), momento en el que el porcentaje de ingrediente activo se normaliza a 100%.

[0258] Las siguientes mediciones se tomaron sobre una base semanal, durante 6 semanas.

[0259] Todas las formulaciones ensayadas liberan el aceite de una manera similar. Después de 3 semanas la cantidad retenida en 2, 7 y 8-ETW son 62%, 70% y 48%, respectivamente. En la formulación 2-ETW, incluso después de 6 semanas, el porcentaje de ingrediente activo era más del 30% de la cantidad inicial, mientras que para 8 ETW y 7 ETW era de 2% y 15%, respectivamente.

[0260] En la comparación de la velocidad de liberación de la velocidad de liberación de diversas formulaciones que contienen aceite de orégano puro, y que difieren en el material de recubrimiento (véase la tabla siguiente para diferentes revestimientos), todo en un espesor de recubrimiento máximo de 200% en comparación con microcápsulas de recubrimiento exterior más delgadas (véase explicación arriba del significado de % en espesor de lámina) se observaron los siguientes resultados. Formulación 12-ETSt tenía un 30% del aceite que queda después

de 6 semanas y 10 ETBW y % ETW tenía 25% y 19%, respectivamente:

Muestra Revestimiento
12-ETST Ácido esteárico
10-ETBW Cera de abeja
5-ETW Parafina

[0261] Las velocidades de liberación de formulaciones de 13-ETSt y 16-ETSt, teniendo las dos una combinación de aceite de orégano y aceite de semilla de algodón (10%) y recubiertas por el ácido esteárico. La Formulación 13-ETSt tiene un espesor de recubrimiento 400% frente a 200% en la muestra 16-ETSt preparado en el ejemplo 9A (véase la explicación arriba del significado de % en espesor de lámina). Además microcápsulas de muestra de 16 ETST se prepararon por polimerización interfacial doble. En ambas formulaciones después de 1, 3 y 6 semanas la cantidad de aceite esencial que queda en el microcapsuale era 95-98%, 80% y 70% respectivamente

[0262] Parece que, o bien el doblamiento del revestimiento de pollurea o bien el aumento del espesor de cera al 400% logró una velocidad de liberación similar y retenciones mayores de aceite (en efecto la velocidad de liberación más baja) en comparación con microcápsulas previamente descritas. Así, mediante los enfoques descritos tales como la inclusión de aceite de semilla de algodón, y el uso de múltiples recubrimiento vs capas IP individuales o múltiples las velocidades esenciales de liberación del aceite de los polvos reivindicados pueden controlarse y optimizarse para una aplicación dada.

Ejemplo de ENSAYO 2: aplicación veterinaria de microcápsulas de núcleo sólido

[0263] Microcápsulas sólidas que contienen aceite de citronela y piretro preparado de acuerdo con los experimentos Ejemplo 1A, en el que se utilizó la formulación de citronela en el mismo peso que el aceite del árbol del té del ejemplo 1A y se añadió el piretro para ser 10% de la cantidad de citronela. Esto se mezcló en una proporción de 5-15% en peso con cada uno de los siguientes plásticos: PVC, polipropileno y polietileno, hasta 95% de plástico y no más de 15% microcápsulas. Cada vez, la mezcla se funde y se extruye a partir de un extrusor a las mínimas necesarias para lograr el flujo de plástico en moldes de cuello animal.

[0264] La eficacia contra las moscas, pulgas y garrapatas se comprobó mediante observación visual de los perros, los caballos y las vacas y los resultados fueron muy prometedores. Los resultados mostraron una reducción significativa de la infección en comparación con el control.

Ejemplo de ENSAYO 3: Aplicación del Medio Ambiente de microcápsulas de núcleo sólido

[0265] Microcápsulas sólidas que contienen citronella y piretro en una proporción de 10/1 en peso, o: qwenling y piretro también en una ración de 10/1 en peso se prepararon de acuerdo con el Ejemplo 1A en el que se utilizó la formulación de citronela en el mismo peso como el aceite de árbol de té de Ejemplo 1A y el piretro se añadió para ser 10% de la cantidad de citronela. De manera similar, se prepararon formulaciones qwenling de acuerdo con el Ejemplo 1A en el que se utilizó la formulación para qwenling en el mismo peso que el aceite del árbol del té del Ejemplo 1A y se añadió el piretro para ser 10% de la cantidad de qwenling.

[0266] Estos polvos se mezclaron con polietileno de baja densidad en una proporción de (pero no limitado a) 90/10 de polímero a aceite esencial y, a continuación se fundieron y extruyeron en molde mantel. El mantel de plástico obtenido, que contiene microcápsulas incorporadas en el mismo, se comprobó visualmente para determinar su eficacia contra las moscas y mosquitos en balcones, jardines y jardines de evento y los resultados fueron muy buenos. En efecto eran muy eficaces para repeler moscas y mosquitos.

Ejemplo de ENSAYO 4: Aplicación de tratamiento de agua de microcápsulas de núcleo sólido

50 **[0267]** Las siguientes microcápsulas sólidas se prepararon y ensayaron contra larvas quironómidas y huevos, así como copépodos (pequeños crustáceos).

Métodos generales:

5

10

15

20

25

30

35

40

45

65

55 **[0268]** En los siguientes experimentos, las formulaciones ensayadas se diluyeron en relaciones variables: 1: 100.000, 1: 200 000, 1: 500 000 etc.

Determinación de los índices de supervivencia de las larvas quironómidas

60 [0269] Los experimentos se llevaron a cabo en larvas quironómidas hasta 1 día después de la eclosión.

[0270] Un experimento de bioensayo se realizó en tubos de ensayo de centelleo de 20 cc. Los tubos de ensayo se llenaron con 10 ml de agua del grifo (en las muestras de control) o la formulación de microcápsulas en suspensión en el agua del grifo. 10-20 larvas se colocaran en cada tubo de ensayo.

[0271] En los dos primeros experimentos, la tasa de supervivencia se determinó por el control de movimiento de las larvas en el agua. En el tercer experimento, la tasa de supervivencia se determinó contando las bacterias vivas y muertas en los diferentes tubos de ensayo, 24 horas y 48 horas después de la incubación.

[0272] Cada formulación se ensayó en 3 repeticiones (un total de 12 muestras y 5 muestras de control.

Determinación de las tasas de eclosión de los huevos quironómidos

5 **[0273]** Los tubos de ensayo contenían 10 ml de agua del grifo (en las muestras de control) o una formulación de microcápsulas en suspensión en el agua del grifo. Un lote de huevos recién recogido se metió en cada uno de los tubos de ensayo. La determinación de la tasa de incubación se determinó mediante la comprobación de la eclosión y la observación por debajo de un binocular de si las larvas nacidas están vivas o muertas.

10 Determinación de los índices de supervivencia de los copépodos

[0274] Los tubos de ensayo se llenaron con 2 ml de agua del grifo (en las muestras de control) o la formulación de microcápsulas en suspensión en el agua del grifo. 1 copépodo recién recogido se puso en cada tubo de ensayo. En otro conjunto de experimentos, el copépodo que se utilizó se había recogido 24 horas antes.

15 **[0275]** El índice de supervivencia se determinó por el control de movimiento de las larvas en el agua. En el tercer experimento, el índice de supervivencia se determinó mediante la observación por bajo de un binocular de si los copépodos estaban vivos o muertos, 24 horas y 48 horas después de la incubación.

[0276] Cada formulación se ensayó en 6 repeticiones (un total de 24 muestras y 12 muestras de control.

20 RESULTADOS DE APLICACIÓN DE AGUA

A) Índices de supervivencia de las larvas quironómidas

[0277]

25

30

35

40

I. Experimento L1

| 24 horas | 12 horas | Relación de dilución | Nº de formulación |
|------------------|------------------|----------------------|-------------------|
| sin movimiento | movimiento | 1: 100.000 | Nº W1 |
| sin movimiento | movimiento | 1: 200.000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 500 000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 100.000 | # W2 |
| sin movimiento | movimiento | 1: 200.000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 500 000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 100.000 | # W3 |
| sin movimiento | movimiento | 1: 200.000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 500 000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 100.000 | # W4 |
| sin movimiento | movimiento | 1: 200.000 | |
| sin movimiento | movimiento | 1: 500 000 | |
| Todas las larvas | Todas las larvas | 0 Agua de grifo | (control) |
| están vivas | están vivas | | |

45

50

55

60

II. Experimento L2

| 24 horas | 12 horas | Relación de dilución | Nº de formulación |
|------------------|------------------|----------------------|-------------------|
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 5,00 | # W1 |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 10.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 50.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 5,00 | # W2 |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 10.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 50.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 5,00 | # W3 |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 10.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 50.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 5,00 | # 4 |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 10.000 | |
| sin movimiento | sin movimiento | 1: 50.000 | |
| Todas las larvas | Todas las larvas | 0 | Agua del grifo |
| están vivas | están vivas | | (control) |

III. Experimento L3

Relación de dilución Nº de formulación 24 horas # W1 sin movimiento 1: 50.000 5 1: 100.000 sin movimiento 1: 200.000 sin movimiento sin movimiento 1: 400.000 1: 50.000 # W2 sin movimiento 10 sin movimiento 1: 100.000 sin movimiento 1: 200.000 sin movimiento 1: 400.000 1: 50.000 # W3 sin movimiento sin movimiento 1: 100.000 15 sin movimiento 1: 200.000 1: 400.000 sin movimiento # 4 1: 50.000 sin movimiento 1: 100.000 sin movimiento 20 1: 200.000 sin movimiento 1: 400.000 sin movimiento 6/8, 10/12, 8/12 Número de larvas vivas del número inicial Agua del grifo (control)

B) Índices de eclosión de los huevos quironómidos [0278]

30 I. Experimento T1

| 48 horas | 24 horas | Relación de dilución | Nº de formulación | |
|----------|----------|----------------------------|-------------------|--|
| 0/5 | 0/5 | 1: 5000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 10.000 | # W1 | |
| 3/5 | 0/5 | 1: 50.000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 5000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 10.000 | # W2 | |
| 2/5 | 0/5 | 1: 50.000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 5000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 10.000 | # W3 | |
| 4/5 | 0/5 | 1: 50.000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 5000 | | |
| 0/5 | 0/5 | 1: 10.000 | # W4 | |
| 3/5 | 0/5 | 1: 50.000 | | |
| 5/5 | 3/5 | 0 Agua del grifo (control) | | |

[0279] Los números indican lotes nacidos del número total de los lotes.

60

25

35

40

45

50

55

II. Experimento L2

1: 10.000

1: 20.000

1: 40.000

Relación de dilución

Nº de formulación

W1

5

72 horas

0/5

0/5

0/5

48 horas

0/5

0/5

0/5

24 horas

0/5

0/5

0/5

10

15

20

0/5 0/5 0/5 0/5 0/5 0/5 # W2 1: 10.000 1: 20.000 0/5 0/5 0/5 1: 40.000 0/5 0/5 0/5 1: 10.000 # W3 4/5 0/5 0/5 1: 20.000 5/5 0/5 0/5 1: 40.000 # W5 0/5 0/5 0/5 1: 10.000 5/5 1/5 0/5 1: 20.000 1: 40.000 5/5 2/5 0/5 5/5 5/5 3/5 grifo 0 Agua de (control)

III. Experimento T3

25

| 25 | |
|----|--|
| 30 | |
| 35 | |
| 40 | |

45

50

| 72 horas | 48 horas | 24 horas | Relación de dilución | Nº de formulación |
|----------|----------|----------|----------------------|---------------------------|
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 10.000 | |
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 20.000 | Placebo (cápsulas vacías) |
| 1/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 40.000 | |
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 100.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 10.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 20.000 | # 10/4 |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 40.000 | # W1 |
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 100.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 10.000 | # W2 |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 20.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 40.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 100.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 10.000 | |
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 20.000 | # W3 |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 40.000 | # VV3 |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 100.000 | |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 10.000 | |
| 1/3 | 1/3 | 0/3 | 1: 20.000 | # W4 |
| 0/3 | 0/3 | 0/3 | 1: 40.000 | |
| 2/3 | 2/3 | 0/3 | 1: 100.000 | |
| 1/4 | 1/4 | 0/4 | 0 | Agua de grifo (control) |

C) Experimento de índice de supervivencia de copépodos

[0280]

55

60

I. Experimento K1

| 24 horas | relación de dilución | Nº de formulación |
|----------|----------------------|-----------------------------|
| 6/6 | 1: 1000 | |
| 6/6 | 1: 5000 | Placebo (cápsulas vacías) |
| 6/6 | 1: 10.000 | |
| 6/6 | 1: 50.000 | |
| 0/6 | 1: 1000 | |
| 0/6 | 1: 5000 | # W1 |
| 0/6 | 1: 10.000 | |
| 0/6 | 1: 50.000 | |
| 0/6 | 1: 1000 | |
| 0/6 | 1: 5000 | # W2 |
| 0/6 | 1: 10.000 | |
| 0/6 | 1: 50.000 | |
| 0/6 | 1: 1000 | |
| 0/6 | 1: 5000 | # W3 |
| 0/6 | 1: 10.000 | |
| 0/6 | 1: 50.000 | |
| 0/6 | 1: 1000 | # W4 |
| 0/6 | 1: 5000 | |
| 0/6 | 1: 10.000 | |
| 0/6 | 1: 50.000 | |
| 10/12 | 0 | El agua del grifo (control) |

[0281] Los números indican el número de copépodos vivos de la cantidad inicial de copépodos.

II. Experimento K2

| | - | | |
|----------|----------------------|---------------------------|--|
| 24 horas | relación de dilución | Nº de formulación | |
| 3/3 | 1: 100.000 | Placebo (cápsulas vacías) | |
| 3/3 | 1: 500 000 | Flacebo (capsulas vacias) | |
| 0/6 | 1: 100.000 | # W1 | |
| 5/6 | 1: 500 000 | | |
| 0/6 | 1: 100.000 | # W2 | |
| 5/6 | 1: 500 000 | | |
| * 1/6 | 1: 100.000 | # W3 | |
| 5/6 | 1: 500 000 |] # vv3 | |
| * 1/6 | 1: 100.000 | # \\// | |
| 4/6 | 1: 500 000 | # W4 | |
| 10/12 | 0 | Agua de grifo (control) | |

[0282] Los números indican el número de copépodos vivos de la cantidad inicial de copépodos. * El 1 copépodo vivo parecía estar muriendo.

Reivindicaciones

5

15

20

25

30

40

45

50

55

60

- 1. Una microcápsula que comprende
- un núcleo sólido que tiene al menos un aceite esencial en una mezcla con un material sólido poroso; y al menos una capa de lámina que encapsula uniformemente el núcleo sólido, en el que al menos una capa de lámina comprende una lámina de poliurea y/o una lámina de poliuretano.
- 2. La microcápsula de la reivindicación 1, en la que dicho material sólido poroso es un aerogel.
- 10 3. La microcápsula de la reivindicación 2, en la que dicho aerogel está hecho de sílice.
 - **4.** La microcápsula de la reivindicación I, en la que al menos una capa de lámina está recubierta además por al menos una capa de grasa, donde dicha capa grasa comprende un material graso seleccionado entre las ceras, grasas, ácidos grasos, y lípidos.
 - 5. La microcápsula de la reivindicación 1, que tiene un tamaño medio de entre 0,1 a 1000 micras.
 - **6.** Una composición que comprende las microcápsulas de cualquiera de las reivindicaciones 1-5 y al menos un vehículo, aditivo, adyuvante o ingrediente activo adicional.
 - 7. Un procedimiento para la preparación de aceite esencial de microcápsulas de núcleo sólido que comprende:
 - a) disolución de un di- o poliisocianato en al menos un aceite esencial para obtener una solución de di- o poliisocianato en aceite esencial;
 - b) la adición de dicha solución a un material sólido poroso y mezcla hasta formar un polvo uniforme que comprende el aceite esencial y dicho di- o poliisocianato;
 - c) añadir a dicho polvo uniforme, que comprende el aceite esencial y el di- o poliisocianato, una solución acuosa que contiene una di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, para efectuar una polimerización interfacial de dicho di- o poliisocianato y dicha di- o poliamina y/o un compuesto di- o polihidroxi, obteniendo de ese modo microcápsulas que contienen un núcleo sólido que comprende al menos un aceite esencial se mezcla con un material sólido poroso, de manera uniforme encapsulado por al menos una poliurea y/o capa de lámina de poliuretano, en una forma de polvo.
- 8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende además el recubrimiento de al menos una capa de lámina con al menos una capa de grasa, en el que la capa de grasa comprende un material graso seleccionado entre las ceras, grasas, ácidos grasos, y lípidos.
 - 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el aceite esencial se selecciona del grupo que consiste en aceite de semilla de algodón, aceite de soja, aceite de canela, aceite de maíz, aceite de cedro, aceite de ricino, aceite de clavo, aceite de geranio, aceite de hierba de limón, aceite de linaza, aceite de menta, aceite de sésamo, aceite de tomillo, aceite de romero, aceite de anís, aceite de albahaca, aceite de alcanfor, aceite de citronela, aceite de eucalipto, aceite de hinojo, aceite de pomelo, aceite de limón, aceite de mandarina, aceite de naranja, aceite de aquia de pino, aceite de pimienta, aceite de rosa, aceite de menta, aceite de clavo, aceite de eucalipto y aceite de lavanda; aceite esencial de anís, aceite esencial de angélica, aceite esencial de iris, aceite esencial de hinojo, aceite esencial de naranja, aceite esencial de cananga, aceite esencial de alcaravea, aceite esencial de cardamomo, aceite esencial de madera de guaia, aceite esencial de comino, aceite esencial de lindera, aceite esencial de canela, geranio esencial petróleo, aceite esencial de bálsamo de tazaiba, aceite esencial de cilantro, aceite esencial de perilla, aceite esencial de madera de cedro, aceite esencial de citronela, aceite esencial de jazmín, aceite esencial de palmarosa sofia, aceite esencial de cedro, aceite esencial de menta verde, aceite esencial de menta occidental, aceite esencial de anís estrella, aceite esencial de nardo, aceite esencial de clavo, aceite esencial de neroli, aceite esencial de wintergreen, aceite esencial de bálsamo tolu, aceite esencial de pachulí, aceite esencial de rosa, aceite esencial de palmarosa, aceite esencial chamaecyparis obtusa, aceite esencial de hiba, aceite esencial de sándalo, aceite esencial de petitgrain, aceite esencial de bahía, aceite esencial de vetiver, aceite de bergamota, aceite esencial de bálsamo del Perú, aceite esencial de bois de rose, aceite esencial ho alcanfor, aceite esencial de mandarina, aceite esencial de eucalipto, aceite esencial de limón, aceite esencial de lavanda, aceite esencial linaloe, aceite esencial de hierba de limón, aceite esencial de limón, aceite esencial de romero, aceite esencial de menta japonesa, aceite de mandarina, aceite de árbol de té, aceite de semilla de té, aceite de alcaravea, aceite de ajo, aceite de menta, aceite de cebolla, aceite de romero, aceite de citronela, aceite de lavanda, aceite de geranio, aceite de almendra y aceite de menta verde y mezclas de los mismos.
 - **10.** Un método para prevenir y/o tratar la plaga de insectos, infecciones bacterianas y/o infecciones fúngicas en el cultivo tras la cosecha y/o en productos con tendencia a desarrollar dichas infecciones, mediante la exposición de dichos cultivos o dichos productos a las microcápsulas de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, o a la composición de la reivindicación 6.
 - 11. Un método para repeler plagas en un medio ambiente, comprendiendo el método la incorporación de las

microcápsulas de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, o la composición de la reivindicación 6, en productos para el hogar de plástico o en productos al aire libre de plástico.