

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 394**

51 Int. Cl.:

A01N 25/12	(2006.01)
A01N 47/40	(2006.01)
A01P 7/02	(2006.01)
A01N 43/40	(2006.01)
A01N 51/00	(2006.01)
B29B 9/06	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.02.2012 PCT/JP2012/053631**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.09.2012 WO12117862**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.02.2012 E 12752099 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017 EP 2681995**

54 Título: **Método para producir gránulos agroquímicos**

30 Prioridad:

28.02.2011 JP 2011042222

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

13.10.2017

73 Titular/es:

**NIPPON SODA CO., LTD. (100.0%)
2-1 Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo, 100-8165, JP**

72 Inventor/es:

**TANAKA NOBUYUKI y
SHIMANUKI KAZUHIRO**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 637 394 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para producir gránulos agroquímicos

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un método para producir gránulos agroquímicos. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para producir gránulos agroquímicos que tienen calidad estable y que contienen un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, y una sustancia capaz de absorber aceite.

Se reivindica prioridad sobre la Solicitud de Patente Japonesa No. 2011-042222, presentada el 28 de Febrero de 2011.

10 Técnica anterior

En cuanto a los métodos para producir gránulos agroquímicos, se conocen los siguientes métodos. Por ejemplo, PTL 1 describe un método de producción en el que una composición agroquímica de liberación sostenida que contiene un componente activo agroquímico, una sustancia hidrófoba que tiene un punto de ebullición de 50°C o superior, una sustancia capaz de absorber aceite y una sustancia hidrófila que tiene un punto de ebullición de 50°C o superior, se funden y el producto resultante se granula por extrusión bajo condiciones de calentamiento llevadas a cabo a una temperatura igual o superior al punto de fusión. Específicamente, la PTL1 describe un método en el que se mezclan uniformemente entre sí 20 g de acetamiprid como sustancia activa, 620 g de carbonato de calcio precipitado como portador, 20 g de poli(alcohol vinílico) como agente de control de la liberación y 40 g de hulla blanca capaz de absorber aceite, se añaden a esto 300 g de cera de parafina derretida (punto de fusión de aproximadamente 70°C), la mezcla se amasa con una amasadora mientras se mantiene a una temperatura de producto de 85°C, el material amasado se granula extrusionándolo a través de una criba, que se calienta a 85°C y tiene aberturas de 1mm, a continuación se tritura con un desintegrador y después el producto resultante se tamiza y se clasifica en gránulos con un tamaño de 0,8mm a 2mm.

25 PTL 2 describe un método para producir gránulos agroquímicos compuestos por un ingrediente activo agroquímico, un material termoplástico y un portador diluyente inorgánico, a través de (i) una etapa de mezclado, (ii) una etapa de amasado, y (iii) una etapa de extrusión. En este método, la granulación por extrusión se realiza a una temperatura que es igual o superior a un punto de congelación e inferior a un punto de fusión del material termoplástico. Específicamente, la PTL2 describe un método en el que se cargan el 2% en peso de dinotefurano como ingrediente activo agroquímico, 20% en peso de cera de éster de ácido montanoico como material termoplástico (punto de fusión de 75°C a 85°C y punto de congelación De 70°C a 75°C), 5% en peso de hulla blanca como portador de dilución inorgánico, 10% en peso de talco, y 63% en peso de carbonato cálcico en un mezclador Henschel y se mezclan entre sí, la mezcla se descarga en forma de polvo a 76°C, el polvo se carga en un granulador de extrusión de tornillo (EXR-130) fabricado por Fuji Paudal Co., Ltd. y se amasa a 78°C, el resultante se granula extrusionándolo a través de una criba que tiene aberturas de 0,8mm a 73°C y después se tritura con un desintegrador, obteniendo de ese modo gránulos.

40 PTL 3 describe un método para producir una composición agroquímica compuesta por un ingrediente activo agroquímico, dos o más clases de sustancias hidrófobas, una sustancia capaz de absorber aceite y un portador, a través de (i) una etapa de mezclado, (ii) una etapa de amasado, y (iii) una etapa de extrusión. En este método para producir gránulos agroquímicos, la granulación por extrusión se realiza a una temperatura que es igual o superior a un punto de congelación e inferior a un punto de fusión de una sustancia hidrófoba que tiene un punto de fusión alto. Específicamente, la PTL3 describe un método en el que se cargan 2% en peso de acetamiprid como ingrediente activo agroquímico, 15% en peso de cera de carnauba (punto de fusión de 83 ° C y punto de congelación de 73°C a 74°C.) y 5% en peso de cera de parafina (punto de fusión de 70°C) como sustancias hidrófobas, 5% en peso de hulla blanca como una sustancia capaz de absorber aceite, 2% en peso de poli(alcohol vinílico) como sustancia hidrosoluble, y 10% en peso de talco y 61% en peso de carbonato cálcico como portador en un mezclador Henschel y se mezclan entre sí, la mezcla se descarga como material granular a 80°C, el material granular se carga en un granulador de extrusión de tornillo (EXR-130) fabricado por Fuji Paudal Co., Ltd., se amasa a 80°C, y se granula a la misma temperatura extrusionándolo a través de una criba que tiene aberturas de 0,8 mm, y los gránulos se Trituran adicionalmente con un desintegrador, obteniendo de ese modo los gránulos agroquímicos.

50 Bibliografía de la técnica anterior

Bibliografía de Patentes

[PTL 1] Publicación Internacional PCT Núm. WO95/09532

[PTL 2] Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Primera Publicación Núm. 2003-252702

[PTL 3] Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Primera Publicación No. 2004-43370

El documento JP 2003 171207 A describe un método para producir gránulos agroquímicos mediante mezcla-calentamiento de ingredientes activos, material termoplástico y portador, refrigeración, y granulación en condiciones definidas previamente.

- 5 El documento JP 8 092007 A esta relacionado con un método para producir una composición en forma de polvo de partida química agrícola mediante calentamiento y mezclado de los materiales de partida.

Descripción de la invención

Problemas a resolver por la invención

- 10 Sin embargo, en vista de que los gránulos que se producen establemente tienen una excelente calidad, los métodos de producción anteriores no son satisfactorios.

La presente invención tiene por objeto proporcionar un método para producir gránulos agroquímicos que contienen un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas y una sustancia capaz de absorber aceite, con calidad estable.

Medios para resolver los problemas

- 15 Los autores de la presente invención realizaron una investigación exhaustiva sobre la razón por la cual la calidad no es estable en los métodos anteriores. Como resultado, encontraron que es más importante regular la temperatura en la etapa de amasado que regular la temperatura en la etapa de granulación por extrusión, y que los gránulos de excelente calidad pueden ser producidos más establemente si se controla un perfil de temperatura de la etapa de amasado dentro de un cierto intervalo. La presente invención se ha completado basándose en este conocimiento.

- 20 Esto es, la presente invención incluye lo siguiente.

- 25 [1] Un método para producir gránulos agroquímicos, que comprende: (ii) una etapa de obtención de un material amasado cargando un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, y una sustancia capaz de absorber aceite en un dispositivo de amasado, amasándolos a una temperatura de calentamiento de 8°C más elevada que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas e igual a o menor que 130°C, y después haciendo que el material se descargue del dispositivo de amasado a una temperatura de 4°C o más baja que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas e igual a o más alta que 60°C; y (iii) una etapa de granulación del material amasado obtenido mediante un método de moldeo por extrusión, en donde una temperatura de calentamiento en una sección cercana a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado es de 30°C a 70°C; y las etapas (ii) y (iii) se llevan a cabo consecutivamente.

- 30 [2] Un método para producir gránulos agroquímicos, que comprende: (i) una etapa de obtención de una mezcla mezclando juntos un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, y una sustancia capaz de absorber aceite, (ii) una etapa de obtención de un material amasado cargando la mezcla obtenida en un dispositivo de amasado, amasando la mezcla a una temperatura de calentamiento que es 8°C más elevada que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas e igual a o menor que 130°C, y haciendo después que el material amasado se descargue del dispositivo de amasado a una temperatura de 4°C o inferior que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas e igual a o mayor que 60°C; y (iii) una etapa de granulación del material amasado obtenido mediante un método de moldeo por extrusión, en donde una temperatura de calentamiento en una sección cercana a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado es de 30°C a 70°C y las etapas (ii) y (iii) se llevan a cabo consecutivamente.

- 40 [3] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con los apartados [1] o [2], que incluye adicionalmente una etapa de desintegración del material granulado después de la etapa (iii).

[4] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [3], en el que la solubilidad en agua del ingrediente activo agroquímico es 60 ppm o mayor.

- 45 [5] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [4], en el que el ingrediente activo agroquímico es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en nitenpirám, imidacloprid, acetamiprid, tiametoxám, clotianidina, tiacloprid, y dinotefurán.

- 50 [6] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [5], en el que la sustancia hidrófoba es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en cera de carnauba, goma laca, cera de abeja, cera de Japón, cera de arroz, cera de candelilla, ácidos grasos o productos hidrogenados de los mismos que se obtienen por descomposición de grasas y aceites vegetales o grasas y aceites animales, ácido esteárico, ácido behénico, ácidos grasos hidrogenados de colza, ácidos grasos de palma hidrogenados, ácidos grasos hidrogenados de sebo de vacuno, aceite de ricino hidrogenado, cera de parafina, cera microcristalina y cera de éster de ácido montanoico.

[7] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [6], en el que la sustancia capaz de absorber aceite es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en dióxido de silicio amorfo, almidón, derivados de almidón, y celulosas.

5 [8] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [7], que contiene adicionalmente un agente de control de liberación.

[9] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [8], en el que el contenido del ingrediente activo agroquímico es de 0,01 a 50% en peso, el contenido de la sustancia hidrófoba es de 15 a 80% en peso, y el contenido de la sustancia capaz de absorber aceite es 0,05 a 30% en peso.

10 [10] El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con uno cualquiera de los apartados [1] a [9], en el que el dispositivo de amasado es un dispositivo de amasado de un solo tornillo continuo o un dispositivo de amasado de doble tornillo continuo.

Efectos de la invención

15 De acuerdo con el método para producir gránulos agroquímicos de la presente invención, es posible producir establemente gránulos agroquímicos que contienen un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, y una sustancia capaz de absorber aceite, con alta calidad.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

20 El método para producir gránulos agroquímicos de la presente invención incluye (ii) una etapa para la obtención de un material amasado cargando un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas y una sustancia capaz de absorber aceite en un dispositivo de amasado, amasándolas a una temperatura de calentamiento de 8°C más elevada que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas e igual a o menor que 130°C, y haciendo a continuación que el material amasado sea descargado desde el dispositivo de amasado a una temperatura de 4°C o más baja que el punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas e igual a o mayor que 60°C, y (iii) una etapa de granulación del material amasado obtenido por un método de moldeo por extrusión.

25 En la presente invención, el término "punto de fusión que es el más alto de las sustancias hidrófobas" se refiere a un punto de fusión de una sustancia hidrófoba que tiene el punto de fusión más alto entre una o más clases de las sustancias hidrófobas usadas en el método para producir gránulos agroquímicos de la presente invención.

30 El ingrediente activo agroquímico utilizado en la presente invención no está particularmente limitado, siempre que pueda formularse en gránulos por amasado y granulación por extrusión. Además, el ingrediente activo agroquímico es preferiblemente una sustancia que tiene solubilidad en agua de 60 ppm o mayor. Si se utiliza un ingrediente activo agroquímico que muestra una alta solubilidad en agua, el ingrediente activo agroquímico se libera rápidamente de los gránulos.

35 Los ejemplos específicos del ingrediente activo agroquímico incluyen los siguientes germicidas, herbicidas, insecticidas y acaricidas, reguladores de crecimiento de plantas, y similares.

<Germicidas>

40 Captan, tiuram, ziram, zineb, maneb, mancozeb, propineb, policarbamato, clorotalonilo, quintozeno, captafol, iprodiona, procimidona, fluoroimida, mepronil, flutolanil, pencicuron, oxicarboxina, fosetil aluminio, propamocarb, triadimefon, triadimenol, propiconazol, diclobutrazol, bitertanol, hexaconazol, miclobutanil, flusilazol, etaconazol, fluotrimazol, flutriafen, penconazol, diniconazol, ciproconazol, fenarimol, triflumizol, procloraz, imazalil, pefurazoato, tridemorf, fenpropimorf, trifolina, butiobato, pirifenox, anilazina, polioxina, metalaxil, oxadixilo, furalaxil, isoprotiolano, probenazol, pirrolnitrina, blastidina S, kasugamicina, validamicina, sulfato de dihidroestreptomycin, benomilo, carbendazim, tiofanato-metilo, himexazol, cloruro de cobre alcalino, sulfato de cobre alcalino, acetato de fentina, hidróxido de trifenilestaño, dietofencarb, quinometionato, binapacril, lecitina, bicarbonato sódico, ditianon, dinocap, fenaminosulf, diclomezina, guazatina, dodina, IBP, edifenfos, mepanipirim, ferimzona, triclamida, metasulfocarb, fluazinam, etoquinolac, dimetomorf, filoquinona, tecloftalam, ftalida, óxido de fenazina, tiabendazol, triciclazol, vinclozolina, cimoxanilo, ciclobutanilo, guazatina, hidrocioruro de propamocarb, ácido oxolínico, ciflufenamida, iminoctadina, kresoxim-metilo, triazina, fenhexamida, ciazofamida, ciprodinilo, protioconazol, fenbuconazol, trifloxistrobina, azoxistrobina, hexaconazol, imibenconazol, tebuconazol, difenoconazol, carpropamida y similares.

50 <Herbicidas>

2,4-D, MCPA, clomeprop, dicamba, clorotolurón, diurón, linurón, isourón, fenurón, neburon, simazina, atrazina, simetrina, prometrina, hexazinona, propazina, desmetrina, terbumetón, propanilo, bromoxinilo, ioxinilo, piridato, cloridazón, bentazon, chlometoxifen, bifenox, acifluorfen sódico, flumioxazina, tiadiazina, oxadiazón, sulfentrazona, pentoxazona, piraclozil, pirazolinato, pirazoxifeno, benzofenap, mesotriona, isoxaflutol isoxaflortol, amitrol,

aclonifeno, diflufenican, benzobiclon, diclofopmetilo, fluazifopobutilo, aloxidim sodio, cletodim, setoxidim, tralcoxidim, tepraloxidim, bensulfurón-metilo, pirazosulfurón-etilo, rimsulfurón, imazosulfurón, prosulfurón, fulmetsulam, diclosulam, metosulfam, imazapir, imazaquin, piritiobac-sodio, bispiribac-sodio, piriminobac-metilo, flucarbazona, propoxicarbazona, glifosato, una sal amonio de glifosato, glufosinato, trifluralina, pendimetalina, 5 benfluralina, prodiamina, profam, ditiopir, alaclor, metolaclor, petoxamida, acetoclor, propaclor, dimetenamida, difenamida, napropamida, mefenacet, fentrazamida, molinoto, dimepiperato, cicloato, esprocarb, tiobencarb, tiocarbazil, bensulida, dalapon, asulam, DNOC, dinoseb, flupoxam, triaziflam, quinclorac, cinmetilina, dazomet, dimron, etobenzanida, oxaziclomefona, piributicarb y similares.

<Insecticidas y acaricidas>

- 10 Insecticidas basados en organofósforo orgánicos o carbamato: fentión, fenitrotión, diazinon, clorpirifos, ESP, vamidotion, fentoato, dimetoato, formotión, malatión, triclorfón, tiometón, fosmet, diclorvos, acefato, EPBP, metilparatión, oxidemetón-metilo, etión, salitión, cianofos, isoxatión, piridafentión, fosalona, metidatión, sulprofos, clorofenvinfos, tetraclorvinfos, dimetilvinfos, propafos, isofenfos, etiltiometón, profenofos, piraclofos, monocrotofos, azinfos-metilo, aldicarb, mesomilo, tiodicarb, carbofurano, carbosulfano, benfuracarb, furatiocarb, propoxur, BPMC, 15 MTMC, MIPC, carbarilo, pirimicarb, etiofencarb, fenoxicarb, cartap, tiociclam, bensultap, y similares.

Insecticidas basados en piretroides: permetrina, cipermetrina, deltametrina, fenvalerato, fenpropatrina, piretrina, aletrina, tetrametrina, resmetrina, dimetrina, propatrina, fenotrina, protrina, fluvalinato, ciflutrina, cialotrina, flucitrinato, etofenprox, ciclotrina, tralometrina, silafluofen, acrinatrina y similares.

- 20 Insecticidas basados en benzoilurea y otros: diflubenzuron, clorfluazuron, hexaflumuron, triflumuron, flufenoxuron, flucicloخورon, buprofezina, piriproxifen, metopreno, benzoepin, diafentiuron, imidacloprid, fipronil, sulfato de nicotina, rotenona, metaldehido, acetamiprid, clorfenapir, nitenpiram, tiacloprid, clotianidina, tiametoxam, dinotefuran, indoxacarb, pimetrozina, espinosad, emamectina, piridalilo, tebufenozida, cromafenozida, metoxifenozida, tolfenpirad y similares.

Nematocidas: fenamifos, fostiazato, cadusafos y similares.

- 25 Acaricidas: Clorobenzilato, fenisobromolato, dicofol, amitraz, BPPS, benzomato, hexatiazox, óxido de fenbutatina, polinactina, quinometionato, CPCBS, tetradifon, avermectina, milbemectina, clofentezina, cihexatina, piridaben, fenpiroximato, tebufenpirad, pirimidifen, fenotiocarb, dienoclor, fluacripirim, acequinocil, bifenazato, etoxazol, espirodiclofen, fenazaquin y similares.

<Reguladores de Crecimiento de Plantas>

- 30 Las giberelinas (por ejemplo, giberelina A3, giberelina A4 y giberelina A7), IAA, NAA y similares.

Entre estos, el ingrediente activo agroquímico es preferiblemente al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en nitenpiram, imidacloprid, acetamiprid, tiametoxam, clotianidina, tiacloprid, y dinotefuran.

El contenido del ingrediente activo agroquímico en los gránulos agroquímicos es preferiblemente de 0,01 a 50% en peso y más preferiblemente de 0,01 a 20% en peso.

- 35 La sustancia hidrófoba utilizada en la presente invención no está particularmente limitada, siempre que pueda formularse en gránulos mediante amasado y granulación por extrusión. El punto de fusión de la sustancia hidrófoba es preferiblemente de 50°C a 120°C y más preferiblemente de 50°C a 100°C. Los ejemplos de la sustancia hidrófoba incluyen cera de carnauba, goma laca, cera de abejas, cera de Japón, cera de arroz, cera de candelilla, ácidos grasos o productos hidrogenados de los mismos que se obtienen por descomposición de grasas y aceites vegetales 40 o grasas y aceites animales, ácido esteárico, ácido behénico, ácidos grasos hidrogenados de colza, ácidos grasos de palma hidrogenados, ácidos grasos de sebo de vacuno hidrogenados, aceite de ricino hidrogenado, cera de parafina, cera microcristalina y cera de éster de ácido montanoico, y similares. Estos pueden utilizarse solos o se pueden utilizar combinadas dos o más clases de estos.

- 45 El contenido de la sustancia hidrófoba en los gránulos agroquímicos es preferiblemente de 15 a 80% en peso y más preferiblemente de 18 a 70% en peso. Además, si se utiliza una sustancia hidrófoba que muestra un alto grado de cristalinidad, el principio activo agroquímico se libera lentamente de los gránulos.

- 50 La sustancia capaz de absorber aceite que se usa en la presente invención es una sustancia que puede absorber una sustancia hidrófoba fundida y puede convertirse en polvo externamente. Los ejemplos específicos de los mismos incluyen almidón, derivados de almidón, celulosas, dióxido de silicio amorfo y similares. Se puede utilizar una clase de éstos sola, o se pueden utilizar combinadas dos o más clases de éstos.

El dióxido de silicio amorfo puede ser producido por un método en húmedo y se llama hulla blanca en general. Los ejemplos de productos comercialmente disponibles del dióxido de silicio amorfo incluyen Carplex núm. 67, Carplex núm. 80, Carplex CS-5, Carplex CS-7, (todos fabricados por Shionogi & Co., Ltd.) y similares.

Entre los gránulos agroquímicos, el contenido de la sustancia capaz de absorber aceite es preferiblemente de 0,05 a 30% en peso y más preferiblemente de 0,5 a 20% en peso.

5 En la presente invención, además del ingrediente activo agroquímico, la sustancia hidrófoba y la sustancia capaz de absorber aceite, pueden usarse aditivos que pueden estar contenidos en gránulos agroquímicos. Los ejemplos de los aditivos incluyen un agente de control de liberación, un aglutinante, un agente volumétrico, un agente tensioactivo, un portador, un colorante y similares.

10 Los ejemplos del agente de control de liberación incluyen polímeros solubles en agua, sustancias inorgánicas solubles en agua, sustancias orgánicas solubles en agua y similares. Los ejemplos de los polímeros solubles en agua incluyen ácido alginico, alginato de sodio, goma xantana, carragenano, goma de karaya, hidroxipropilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxipropilalmidón; poli(alcohol vinílico), polímeros de carboxivinilo, poliacrilato de sodio y similares. Los ejemplos de sustancias inorgánicas u orgánicas solubles en agua incluyen sulfato sódico, cloruro sódico, ácido cítrico o una sal del mismo, ácido adípico o una sal del mismo, urea, almidón pregelatinizado, lactosa y similares. El contenido del agente de control de liberación en los gránulos agroquímicos es preferiblemente de 0 a 50% en peso y más preferiblemente de 0,01 a 40% en peso.

15 Los ejemplos del portador o agente volumétrico incluyen arcilla, talco, carbonato de calcio y similares. El portador o agente volumétrico se utilizan en una cantidad tal que la cantidad total del ingrediente activo agroquímico, la sustancia hidrófoba, la sustancia capaz de absorber aceite y el agente de control de liberación más el portador o el agente volumétrico llegue a ser 100% en peso.

(i) Etapa de mezclado

20 En primer lugar, en el método para producir gránulos agroquímicos de la presente invención, el ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite y otros aditivos opcionales pueden mezclarse entre sí. El orden de mezclado de los componentes respectivos, el método de mezclado y similares no están particularmente limitados. La mezcla obtenida está preferiblemente en un estado en polvo o granulado, ya que la mezcla es fácil de manejar y transferida fácilmente a la siguiente etapa en este estado. Además, la mezcla se puede realizar en la etapa de amasado descrita a continuación.

(ii) Etapa de amasado

30 En la etapa de amasado, en primer lugar se carga el ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite y otros aditivos opcionales en un dispositivo de amasado. El orden de carga de los componentes respectivos en el dispositivo de amasado no está particularmente limitado. El ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite y otros aditivos que se añaden opcionalmente pueden cargarse en el dispositivo de amasado después de ser transformados en una mezcla por la etapa de mezclado anterior.

35 La temperatura del ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite y otros aditivos opcionales que se cargan en el dispositivo de amasado, o la temperatura de la mezcla de éstos, no están particularmente limitadas, pero son preferiblemente de 0°C a 50°C y más preferiblemente de 5°C a 45°C.

40 A continuación, el ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite y otros aditivos opcionales se calientan y amasan en el dispositivo de amasado. En la presente invención, es necesario que la temperatura de calentamiento en el dispositivo de amasado alcance al menos una vez una temperatura igual o superior al punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas. El límite inferior de la temperatura de calentamiento más alta es preferiblemente 4°C más alto que el punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas cargadas en el dispositivo de amasado, más preferiblemente 8°C más alto que el punto de fusión e incluso más preferiblemente 10°C más alto que el punto de fusión. El límite superior de la temperatura de calentamiento no está particularmente limitado, siempre que el ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, la sustancia capaz de absorber aceite, y otros aditivos opcionales no se descompongan térmicamente. Sin embargo, el límite superior es 130°C, preferiblemente 120°C, y más preferiblemente 115°C.

50 El calentamiento puede realizarse, por ejemplo, haciendo que fluya un medio tal como vapor o agua caliente en una camisa montada en el dispositivo de amasado, o aplicando electricidad a un calentador eléctrico montado en el dispositivo de amasado. En vista de la facilidad de regulación de la temperatura, una alta eficiencia de conducción térmica, y similares, es preferible el calentamiento por medio de una camisa.

55 El dispositivo de amasado no está particularmente limitado siempre que pueda realizar el amasado aplicando calor, y los ejemplos del mismo incluyen dispositivos de amasado de un solo tornillo, dispositivos de amasado de doble tornillo, amasadores de rodillo y similares. Entre estos, es preferible un dispositivo de amasado de un solo tornillo continuo o un dispositivo de amasado de doble tornillo continuo, y es más preferible un dispositivo de amasado de doble tornillo en el sentido de que el perfil de temperatura es fácilmente controlado, y el estado de amasado se regula fácilmente. En un dispositivo de amasado continuo, la porción desde la abertura para inyectar componentes de materia prima a la abertura para descargar el material amasado se puede dividir en varias secciones. Por otra

parte, las secciones respectivas pueden ser controladas para que tengan diferentes temperaturas y para que estén en diferentes estados de amasado.

5 El estado de amasado se puede diseñar mediante la combinación de una paleta y un tornillo instalados en el dispositivo de amasado. Los ejemplos de la paleta incluyen una paleta para amasar (paleta plana), una paleta que tiene una función de alimentación además de una función de amasado (paleta helicoidal), una paleta que tiene una función de retroalimentación además de una función de amasado (paleta helicoidal de retroalimentación), y similares. Cuando la paleta gira, el material amasado experimenta un cambio volumétrico por compresión o estiramiento y está influenciado por una acción de cizallamiento entre un canal y una paleta o entre paletas.

10 Finalmente, el material amasado es descargado desde el dispositivo de amasado. El límite superior de la temperatura (temperatura del producto) en el momento de la descarga es una temperatura de 4°C o más baja que el punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas. El límite inferior de la temperatura (temperatura del producto) en el momento de la descarga es 60°C, preferiblemente 65°C, y más preferiblemente 70°C.

15 Mediante el calor aplicado desde el exterior o el calor causado por fricción o similar, la temperatura del producto del material amasado en el dispositivo de amasado puede aumentar lentamente inmediatamente después de que el material se cargue en el dispositivo de amasado y alcanzar una temperatura igual a o superior que el punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas. Con el fin de controlar la temperatura (temperatura del producto) en el momento de la descarga para que se encuentre dentro del intervalo de temperatura anterior, en la sección cercana a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado, es preferible regular la temperatura del producto del material amasado haciendo que fluya a la camisa agua caliente a baja temperatura o similar. La temperatura de calentamiento en la sección próxima a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado es de 30°C a 70°C y más preferiblemente de 35°C a 60°C.

Por otra parte, si se utiliza un dispositivo de amasado equipado con una válvula, los componentes volátiles innecesarios pueden eliminarse por evaporación en la etapa de amasado.

(ii) Etapa de granulación por extrusión

25 Posteriormente, el material amasado obtenido se granula mediante un método de moldeo por extrusión. El método de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo con un dispositivo de moldeo por extrusión con una función de amasado, puesto que la etapa de amasado anterior y la etapa de granulación por extrusión puedan realizarse consecutivamente. Las condiciones de moldeo por extrusión no están particularmente limitadas. El límite superior de la temperatura en el momento de la extrusión del material amasado es una temperatura de 4°C o más baja que el punto de fusión más elevado de las sustancias hidrófobas. El límite inferior de la temperatura en el momento de la extrusión no está particularmente limitado, siempre que sea una temperatura a la cual el material amasado no coagule. Sin embargo, el límite inferior es 60°C, preferiblemente 62°C, y más preferiblemente 65°C. Si la temperatura en el momento de la extrusión es demasiado alta, a veces los materiales granulados obtenidos se adhieren o se fusionan entre sí y adquieren la forma un Ame (un tipo de caramelo japonés) o Dango (un tipo de bollo de masa hervida japonés). Si la temperatura en el momento de la extrusión es demasiado baja, a veces los materiales granulados tienen formas irregulares, o la cantidad de material pulverulento aumenta. El material amasado extrudido que tiene una forma de tipo cordón se corta con un cortador a un tamaño predeterminado. Es preferible que el material granulado obtenido por la etapa de granulación por extrusión y moldeo tenga una forma aproximadamente cilíndrica. El tamaño del material granulado puede ajustarse apropiadamente de acuerdo con la especificación de los gránulos agroquímicos.

(iv) Etapa de desintegración

45 El material granulado obtenido se enfría. A veces, el material granulado enfriado contiene materiales fusionados o adheridos entre sí. En este caso, puede realizarse una etapa de desintegración. El material granulado puede desintegrarse usando un dispositivo de desintegración conocido. Además, el material granulado puede ser opcionalmente secado o clasificado. De la manera descrita anteriormente, se pueden obtener gránulos agroquímicos.

EJEMPLOS

A continuación, la presente invención se describirá con más detalle basándose en los ejemplos.

Ejemplo 1

50 Se cargaron 20 partes en peso de acetamiprid (materia prima Mospiran [pureza de 99,0% o superior], fabricado por NIPPON SODA CO., LTD) como un ingrediente activo agroquímico, 605 partes en peso de carbonato de calcio sedimentario, 100 partes en peso de talco (Proveedor: Neolight Co., Ltd.), 50 partes en peso de dióxido de silicio (Carplex núm. 80, fabricado por Shionogi & Co., Ltd.), 15 partes en peso de poli(alcohol vinílico) (Gohsenol GL-05S, fabricado por The Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.), 57 partes en peso de cera de parafina triturada (WAX150, punto de fusión de 65,5°C a 68,2°C, fabricado por NIPPON SEIRO CO., LTD) y 153 partes en peso de cera de carnauba triturada (punto de fusión de 84 ± 3°C) en un mezclador de cinta y se mezclaron entre sí.

5 La mezcla obtenida (temperatura del producto de aproximadamente 23°C) se cargó en un dispositivo de amasado de doble tornillo continuo (amasadora KRC, fabricado por KURIMOTO, LTD.) con el fin de que fuera amasada con calentamiento, y se descargó del dispositivo de amasado de doble tornillo continuo a una temperatura de producto de 75°C. El dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se dividió en dos secciones. La temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para la mezcla de inyección se ajustó a 89°C haciendo que el vapor fluyera a la camisa. La temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para descargar el material amasado se ajustó a 43°C haciendo que fluyera agua caliente a la camisa.

10 El material amasado obtenido (una temperatura de producto de 75°C) se cargó en un granulador de extrusión (Fine Riu User exrc JS-100, fabricado por Dalton Co., Ltd.) y se granuló por extrusión a una temperatura de extrusión de 73°C, y como resultado, se obtuvo un material granulado que tenía una forma cilíndrica uniforme. En el material granulado prácticamente no se observaron gránulos fusionados o adheridos entre sí.

15 El material granulado se secó en un lecho fluidificado y después se enfrió a temperatura ambiente. A continuación, el material granulado se desintegró con un desintegrador y se clasificó a un tamaño de 1000 µm a 1400 µm utilizando un tamiz, obteniendo de ese modo gránulos. El rendimiento de gránulos a partir del material amasado fue del 84%.

Ejemplo 2

20 Se cargaron 20 partes en peso de acetamiprid (materia prima Mospiran [pureza de 99,0% o superior], fabricado por NIPPON SODA CO., LTD) como un ingrediente activo agroquímico, 605 partes en peso de carbonato de calcio sedimentario, 100 partes en peso de talco (Proveedor: Neolight Co., Ltd.), 50 partes en peso de dióxido de silicio (Carplex núm. 80, fabricado por Shionogi & Co., Ltd.), 15 partes en peso de poli(alcohol vinílico) (Gohsenol GL-05S, fabricado por The Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.), 57 partes en peso de cera de parafina triturada (WAX-150, punto de fusión de 65,5°C a 68,2°C, fabricado por NIPPON SEIRO CO., LTD) y 153 partes en peso de cera de carnauba triturada (punto de fusión de 83 ± 3°C) en un mezclador de cinta y se mezclaron entre sí.

25 La mezcla obtenida (una temperatura del producto de aproximadamente 33°C) se cargó en un dispositivo de amasado de doble tornillo continuo (amasadora KRC, fabricado por KURIMOTO, LTD.) Con el fin de que fuera amasada con calentamiento, y se descargó del dispositivo de amasado de doble tornillo continuo a una temperatura del producto de 70°C. El dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se dividió en dos secciones. La temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para inyectar la mezcla se ajustó a 110°C haciendo que fluyera vapor a la camisa. La temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para descargar el material amasado se ajustó a 42°C haciendo que fluyera agua caliente a la camisa.

30 El material amasado obtenido (temperatura del producto de 70°C) se cargó en un granulador de extrusión (Fine Riu User EXRC JS-100, fabricado por Dalton Co., Ltd.) y se granuló por extrusión a una temperatura de granulación de 72°C, y como resultado, se obtuvo un material granulado que tenía una forma cilíndrica uniforme. En el material granulado prácticamente no se observaron gránulos fusionados o adheridos entre sí.

40 El material granulado se enfrió a temperatura ambiente en un secador (secador de lecho vibro-fluidificado, fabricado por TOKUJU CORPORATION). A continuación, el material granulado se desintegró con un desintegrador y se clasificó a un tamaño de 2000 µm a 710 µm usando un tamiz (un tamiz de vibración redondo, fabricado por TOKUJU CORPORATION), obteniendo de ese modo gránulos. El rendimiento de gránulos a partir del material amasado fue del 91%.

Ejemplo Comparativo 1

45 Se produjeron gránulos de la misma manera que en el Ejemplos 1, excepto que en el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo, la temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para inyectar material amasado se cambió a 113°C, la temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para la descarga del material amasado se cambió a 103°C y la temperatura del producto en el momento en que el material amasado se descargó desde el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se cambió a 84°C. Como resultado, se obtuvo un material amasado ligeramente blando. El material granulado contenía una gran cantidad de gránulos que se adherían o se fusionaban entre sí. El rendimiento de gránulos a partir del material amasado fue de 81%.

50 Ejemplo Comparativo 2

55 Se obtuvieron gránulos de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que en el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo, la temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para inyectar material amasado se cambió a 90°C, la temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para la descarga del material amasado se cambió a 22°C y la temperatura del producto en el momento en que el material amasado se descargó desde el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se cambió a 76°C. Como resultado, debido a un amasado insuficiente, se obtuvo un material amasado que tenía

superficies duras. El material granulado contenía una cantidad extremadamente grande de materiales en polvo o materiales finamente divididos. El rendimiento de gránulos a partir del material amasado fue de 72%.

Ejemplo Comparativo 3

5 Se realizó un intento de producir gránulos de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que en el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo, la temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para inyectar material amasado se cambió a 85°C, la temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para la descarga del material amasado se cambió a 55°C, y la temperatura del producto en el momento en que el material amasado se descargó desde el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se cambió a 79°C. Como resultado, debido a un amasado insuficiente, se obtuvo un material amasado en polvo y no se pudo realizar la granulación por extrusión.

Ejemplo comparativo 4

15 Se realizó un intento de producir gránulos de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que en el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo, la temperatura de calentamiento de la sección (primera sección) cerca de la abertura para inyectar material amasado se cambió a 95°C, la temperatura de calentamiento de la sección (segunda sección) cerca de la abertura para la descarga del material amasado se cambió a 95°C, y la temperatura del producto en el momento en que el material amasado se descargó desde el dispositivo de amasado de doble tornillo continuo se cambió a 98°C. Como resultado, se obtuvo un material amasado extremadamente blando. Los materiales extrudidos de la máquina de granulación se adherían o se fusionaban entre sí, y adquirirían una forma de caramelos o bolas de masa hervida. Por consiguiente, no podían granularse.

20 **Aplicabilidad industrial**

De acuerdo con el método para producir gránulos agroquímicos de la presente invención, es posible producir establemente gránulos agroquímicos que contienen un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas y una sustancia capaz de absorber aceite, con alta calidad. En consecuencia, la presente invención es extremadamente útil en el campo industrial.

25

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir gránulos agroquímicos, que comprende:

5 (ii) una etapa de obtención de un material amasado cargando un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas y una sustancia capaz de absorber aceite en un dispositivo de amasado y amasándolas a una temperatura de calentamiento 8°C por encima del punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas e igual o menor que 130°C, y después haciendo que el material se descargue desde el dispositivo de amasado a una temperatura de 4 o más °C por debajo del punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas e igual a o mayor que 60°C; y

10 (iii) una etapa de granulación del material amasado así obtenido por un método de moldeo por extrusión, en donde

una temperatura de calentamiento en una sección cercana a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado es de 30°C a 70°C; y

las etapas (ii) y (iii) se realizan de manera consecutiva.

2. Un método para producir gránulos agroquímicos, que comprende:

15 (i) una etapa de obtención de una mezcla mezclando conjuntamente un ingrediente activo agroquímico, una o más clases de sustancias hidrófobas, y una sustancia capaz de absorber aceite;

(ii) una etapa de obtención de un material amasado cargando la mezcla obtenida en un dispositivo de amasado, amasando la mezcla a una temperatura de calentamiento que es 8°C más alta que el punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas e igual a o menor que 130°C, y haciendo después que el material amasado se descargue del dispositivo de amasado a una temperatura de 4 o más °C por debajo del punto de fusión más alto de las sustancias hidrófobas e igual a o mayor que 60°C; y

(iii) una etapa de granulación del material amasado obtenido por un método de moldeo por extrusión, en donde una temperatura de calentamiento en una sección cercana a la abertura para descargar el material amasado del dispositivo de amasado es de 30°C a 70°C y

25 las etapas (ii) y (iii) se realizan de manera consecutiva.

3. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que comprende adicionalmente:

una etapa de disgregación del material granulado después de la etapa (iii).

4. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3,

30 en donde la solubilidad en agua del ingrediente activo agroquímico es de 60 ppm o mayor.

5. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4,

en donde el ingrediente activo agroquímico es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en nitenpiram, imidacloprid, acetamiprid, tiametoxam, clotianidina, tiacloprid y dinotefuran.

6. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5,

35 en donde la sustancia hidrófoba es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en cera de carnauba, goma laca, cera de abejas, cera de Japón, cera de arroz, cera de candelilla, ácidos grasos o productos hidrogenados de los mismos que se obtienen por descomposición de grasa y aceite vegetal o grasa y aceite animal, ácido esteárico, ácido behénico, ácidos grasos de colza hidrogenados, ácidos grasos de palma hidrogenados, ácidos grasos de sebo de vacuno hidrogenados, aceite de ricino hidrogenado, cera de parafina, cera microcristalina y cera de éster de ácido montanoico.

7. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6,

en donde la sustancia capaz de absorber aceite es al menos una clase seleccionada del grupo que consiste en dióxido de silicio amorfo, almidón, derivados de almidón y celulosas.

8. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que contiene adicionalmente: un agente de control de liberación.

9. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,

en donde el contenido del ingrediente activo agroquímico es de 0,01 a 50% en peso, el contenido de la sustancia hidrófoba es de 15 a 80% en peso, y el contenido de la sustancia capaz de absorber aceite es 0,05 a 30% en peso.

10. El método para producir gránulos agroquímicos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9,

5 en donde el dispositivo de amasado es un dispositivo de amasado de un solo tornillo continuo o un dispositivo de amasado de doble tornillo continuo.