

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 508**

51 Int. Cl.:

A01N 25/28 (2006.01)

B01J 13/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.05.2010 PCT/JP2010/059489**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.12.2010 WO10137743**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.05.2010 E 10780694 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.08.2017 EP 2434876**

54 Título: **Método para la producción de microcápsulas**

30 Prioridad:

29.05.2009 JP 2009130143

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

23.10.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**IUCHI, SEIJI y
TAKABE, RIE**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 638 508 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 la producción de microcápsulas

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para la producción de una microcápsula y a una microcápsula producida mediante el método.

10 Antecedentes de la técnica

Se conoce una microcápsula donde una gotita de líquido, en el que un compuesto plaguicida se suspende en un éster de ácido graso tal como O-acetilricinoleato de metilo, se recubre con una resina (véase el documento US 2009/0142406A1).

15

Sumario de la invención**Problema técnico**

20 Una formulación de microcápsula de un compuesto plaguicida es una formulación que tiene por objeto controlar el momento de liberación del compuesto plaguicida contenido en la misma.

Un objeto de la presente invención es proporcionar una técnica para retrasar el momento de liberación del compuesto plaguicida con una microcápsula que contiene un compuesto plaguicida en un éster de ácido graso tal como O-acetilricinoleato de metilo.

25

Solución al problema

30 Los inventores de la presente invención han descubierto que el momento de liberación del compuesto plaguicida desde la microcápsula se retrasa cuando una microcápsula se produce mediante el uso de una mezcla de un compuesto plaguicida, un éster de ácido graso tal como O-acetilricinoleato de metilo y un poliisocianato que se mantiene a 20 a 60 °C durante 3 horas o más. Los inventores también han descubierto que la microcápsula producida mediante el método de producción es excelente en estabilidad a la luz en comparación con una microcápsula convencional.

35

La presente invención proporciona:

[1] Un método para la producción de una microcápsula, de acuerdo con las reivindicaciones 1-6. Además una microcápsula se produce de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6.

40

Efectos de la invención

De acuerdo con el método para la producción de una microcápsula de la presente invención, puede obtenerse una microcápsula desde la que la liberación de un compuesto plaguicida se controla más que la de una microcápsula convencional.

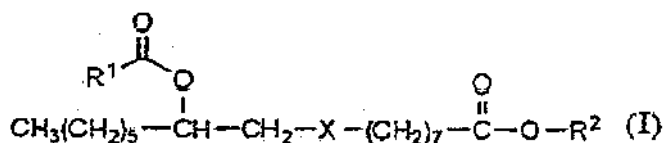
45

Descripción de realizaciones

El método para la producción de una microcápsula de la presente invención comprende las siguientes etapas:

50

etapa (1) mantener una mezcla de un compuesto plaguicida sólido, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato, donde el compuesto plaguicida sólido se suspende en el compuesto de fórmula (I), a 20 a 60 °C durante 3 horas o más:



55

donde X representa -CH₂-CH₂- o -CH=CH-, R¹ representa un grupo alquilo C1-C4, y R² representa un grupo alquilo C1-C4;

60

etapa (2) después añadir la mezcla en agua que contiene un poliol o una poliamina y producir gotitas de líquido en el agua; y

etapa (3) formar una película de poliuretano o de poliurea alrededor de las gotitas.

En la presente invención, el compuesto plaguicida es un compuesto plaguicida sólido. Como se usa en el presente documento, el compuesto plaguicida sólido por lo general significa un compuesto que tiene actividad plaguicida y que tiene un punto de fusión de 15 °C o superior, preferentemente de 50 °C superior. Más preferentemente, el compuesto plaguicida sólido, como se usa en el presente documento, es un compuesto que tiene actividad plaguicida cuyo punto de fusión es de 15 °C o superior, preferentemente de 50 °C o superior y cuya solubilidad es del 5 % en peso o menos en el compuesto representado por la fórmula anterior (I).

Los ejemplos del compuesto plaguicida utilizado en la presente invención incluyen un compuesto insecticida, un compuesto fungicida, un compuesto herbicida, un compuesto regulador del crecimiento de insectos, un compuesto regulador del crecimiento vegetal y un compuesto repelente de insectos.

Los ejemplos del compuesto insecticida incluyen compuestos de carbamato tales como propoxur, isoprocarb, xililcarb, metolcarb, XMC, carbarilo, pirimicarb, carbofurano, metomilo, fenoxicarb, alanicarb y metoxadiazona; compuestos organofosforados tales como acefato, fentoato, vamidotión, triclorfón, monocrotofos, tetraclorvinfos, dimetilvinfos, fosadona, clorpirifos, clorpirifos-metilo, piridafentión, quinalfos, metidatión, metamidofos, dimetoato, formotión, azinfos-etilo, azinfos-metilo y salitión; compuestos neonicotinoides tales como imidacloprid, nitenpiram, acetamiprida, clotianidina y tiametoxama; 4-cloro-2-(2-cloro-2-metilpropil)-5-(6-yodo-3-piridilmetoxi)piridazin-3(2H)-ona, cartap, buprofezina, tiociclama, bensultap, fenoxicarb, fenazaquin, fenpiroximato, piridabeno, hidrametilnona, tiodicarb, clorfenapir, fenproximato, pimetrozina, pirimidifeno, tebufenozida, tebufenpirad, triazamato, indoxacarb, sulfuramida, milbembectina, abamectina y paradiclorobenceno.

Los ejemplos del compuesto fungicida incluyen compuestos de bencimidazol tales como benomilo, carbendazima, tiabendazol y tiofanato-metilo; compuestos de fenilcarbamato tales como dietofencarb; compuestos de dicarboximida tales como procimidona, iprodiona, vinclozolina y; compuestos de azol tales como diniconazol, propanazol, epoxiconazol, tebuconazol, difenoconazol, ciproconazol, flusilazol y triadimefón; compuestos de acilalanina tales como metalaxilo; compuestos de carboxamida tales como furametpir, mepronilo, flutolanilo y trifluzamida; compuestos organofosforados tales como tolclofos-metilo, fosetil-aluminio y pirazofos; compuestos de anilino-pirimidina tales como pirimetanilo, mepanipirima y ciprodinilo; compuestos de cianopirrol tales como fludioxonilo y fenpiclonilo; clorotalonilo, manzeb, captan, folpet, triciclazol, piroquilon, probenazol, ftalida, cimoxanilo, dimetomorf, famoxadona, ácido oxolínico y una sal del mismo, fluazinama, ferimzona, diclocimet, clobentiazona, isovalerona, tetracloroisofaltonitrilo, tiofalconitrilo, tiofalconitrilo, tiofalconitrilo y 3-yodo-2-propilbutilcarbamato.

Los ejemplos del compuesto herbicida incluyen compuestos de triazina tales como atrazina y metribuzina; compuestos de urea tales como fluometurón, e isoproturón; compuestos de hidroxibenzonitrilo tales como bromoxinilo y yoxinilo; compuestos de 2,6-dinitroanilina tales como pendimetalina y trifluralina; compuestos de ácido ariloxialcanoico y sales de los mismos tales como 2,4-D, dicamba, fluroxipir y mecoprop; compuestos de sulfonilurea tales como bensulfurón-metilo, metsulfurón-metilo, nicosulfurón, primisulfurón-metilo y ciclosulfamurón; compuestos de imidazolinona y sales de los mismos, tales como imazapir, imazaquin e imazetapir; sulfentrazona, paraquat, flumetsulam, triflurosulfurón-metilo, fenoxaprop-p-etilo, cihalofop-butilo, diflufenican, norflurazón, isoxaflutol, sales de amonio de glufosinato, sales de glifosato, bentazona, bentiocarb, mefenacet, propanilo, flutiamida, flumiclorac-pentilo y flumioxazina.

Los ejemplos del compuesto regulador del crecimiento de insectos incluyen compuestos de benzoilurea tales como diflubenzurón, clorfluazurón, lufenurón, hexaflumurón, flufenoxurón, flucicloxurón, ciromazina, diafentiurón, hexitiazox, novalurón, teflubenzurón, triflumurón, 1-(2,6-difluorobenzoi)-3-[2-fluoro-4-(trifluorometil)fenil]urea, 1-(2,6-difluorobenzoi)-3-[2-fluoro-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluoropropoxi)fenil]urea y 1-(2,6-difluorobenzoi)-3-[2-fluoro-4-(1,1,2,2-tetrafluoroetoxi)fenil]urea; y piriproxifeno.

Los ejemplos del compuesto regulador del crecimiento vegetal incluyen hidrazida maleica, clormecuat, etefón, gibberelina, cloruro de mepichat, tidiazurón, inabenfida, paclobutrazol y uniconazol.

Los ejemplos del compuesto repelente de insectos incluyen 1S,3R,4R,6R-carano-3,4-diol y 2,5-piridinadicarboxilado de dipipilo.

Los ejemplos de los grupos alquilo C1-C4 representados por R¹ o R² en la fórmula (I), como se usan en el presente documento, incluyen un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo y un grupo butilo.

El compuesto representado por la fórmula (I) puede obtenerse por conversión del grupo carboxilo del ácido ricinoleico o el ácido 12-hidroxiesteárico en un grupo alcóxicarbonilo por condensación con un compuesto de alcohol inferior y conversión adicional del grupo hidroxilo de ricinoleato o 12-hidroxiesteárateo en un grupo acilo por condensación con un ácido graso inferior.

Los ejemplos del compuesto representado por la fórmula (I) incluyen ésteres de alquilo C1-C4 de ácido O-acetilricinoleico y ésteres de alquilo C1-C4 de ácido 12-acetoxiesteárico.

Los ejemplos más específicos del compuesto representado por la fórmula (I) incluyen:

- 5 O-acetilricinoleato de metilo $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3]$,
 O-acetilricinoleato de etilo $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3]$,
 O-acetilricinoleato de butilo $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]$,
 12-acetoxiesteareato de metilo $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2\text{CH}_3]$ y
 12-acetoxiesteareato de butilo $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]$.

10 Los ejemplos del poliisocianato utilizado en la presente invención incluyen diisocianato de hexametileno, un aducto de diisocianato de hexametileno y trimetilolpropano, un condensado de biuret de 3 moléculas de diisocianato de hexametileno, un aducto de diisocianato de tolieno y trimetilolpropano, un condensado de isocianurato de diisocianato de tolieno, un condensado de isocianurato de diisocianato de hexametileno, un condensado de isocianurato de diisocianato de isofozona, un prepolímero de isocianato en el que una parte de isocianato de diisocianato de hexametileno forma un componente isocianurato junto con 2 moléculas de diisocianato de tolieno y
 15 la otra parte de isocianato forma un componente isocianurato junto con 2 moléculas de otro diisocianato de hexametileno, bis(ciclohexilisocianato) de 4,4'-metileno y diisocianato de trimetilhexametileno.

20 En la presente invención, la relación de peso del compuesto plaguicida al compuesto representado por la fórmula (I), es decir, la relación de peso del compuesto plaguicida al compuesto representado por la fórmula (I) es por lo general de 10:100 a 100:100, preferentemente de 20:100 a 40:100.

25 La cantidad del poliisocianato utilizado en la presente invención se determina por lo general dependiendo de la cantidad de la película de una microcápsula que se ha de producir. La cantidad de la película de una microcápsula que se ha de producir es por lo general del 5 al 45 % en peso, preferentemente del 10 al 30 % en peso del peso de la totalidad de la microcápsula. La cantidad del poliisocianato utilizado en la presente invención es por lo general del 25 al 90 % en peso, preferentemente del 40 al 70 % en peso del peso de la película de una microcápsula.

30 El compuesto plaguicida se suspende en el compuesto representado por la fórmula (I). También se divulga pero no se reivindica cuando el compuesto plaguicida se disuelve en el compuesto representado por la fórmula (I), la mezcla de un compuesto plaguicida, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato utilizado en la etapa (1) puede prepararse mezclando el compuesto plaguicida, el compuesto representado por la fórmula (I) y el poliisocianato. La suspensión de compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I) puede formarse de acuerdo con la solubilidad del compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I) y la relación de peso del compuesto plaguicida sólido al compuesto representado por la fórmula (I). Cuando el
 35 compuesto plaguicida sólido se suspende en el compuesto representado por la fórmula (I), la mezcla de un compuesto plaguicida, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato utilizado en la etapa (1) puede prepararse, por ejemplo, mediante la molienda del compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I) para obtener una suspensión y después la adición del poliisocianato en la suspensión resultante.

40 Un ejemplo de un método para moler el compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I) es un método de molienda en húmedo que comprende añadir el compuesto plaguicida sólido y, si es necesario, perlas o similares para moler el compuesto representado por la fórmula (I) y después moler la mezcla con un triturador. Los ejemplos de triturador incluyen molinos tales como un molino de perlas, un molino de bolas y un
 45 molino de barras y homogeneizadores de rotor-estator. Los ejemplos específicos del molino incluyen Attritor (fabricado por MITSUI MIKE MACHINERY CO., LTD.), Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK), Colloid Mill (fabricado por PRIMIX CORP.) y Pearl Mill (fabricado por ASHIZAWA FINETECH, LTD.). Los ejemplos específicos del homogeneizador de rotor-estator incluyen Polytron Homogenizer (fabricado por KINEMATICA AG).

50 La molienda del compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I) puede ser conseguirse mediante 2 o más operaciones. Para moler el compuesto plaguicida sólido en el compuesto representado por la fórmula (I), por ejemplo, el compuesto plaguicida sólido puede molerse grueso en la primera operación y después molerse finamente en la segunda operación. Un ejemplo de un método para moler el compuesto plaguicida sólido en
 55 el compuesto representado por la fórmula (I) en 2 operaciones es un método que comprende el uso de un homogeneizador de rotor-estator para la primera operación y el uso de un molino para la segunda operación.

60 Cuando el compuesto plaguicida sólido se suspende en el compuesto representado por la fórmula (I), el tamaño de partícula del compuesto plaguicida sólido suspendido en el compuesto representado por la fórmula (I) es por lo general de 10 μm o menos, preferentemente en el intervalo de 1 a 5 μm en términos de mediana del diámetro en volumen. Se prefiere que, basado en el volumen global de las partículas del compuesto plaguicida sólido suspendido en el compuesto representado por la fórmula (I), el volumen neto de partículas con un diámetro de 10 μm o más sea del 10 % o menos.

65 En la presente invención, la mezcla de un compuesto plaguicida, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato pueden contener además un disolvente orgánico. Los ejemplos del disolvente orgánico incluyen

5 hidrocarburos alifáticos tales como trimetilpentano, hidrocarburos aromáticos tales como fenilxililetano, alquilbenceno y alquilnaftaleno, éteres tales como 2-etil hexil éter y aceites vegetales tales como aceite de semilla de algodón. Cuando la mezcla contiene un disolvente orgánico, la relación de peso del disolvente orgánico basada en el peso del compuesto representado por la fórmula (I) es por lo general de 1/2 o menos, preferentemente de 3/7 o menos, más preferentemente de 1/4 o menos.

10 En la etapa (1) del método de producción de microcápsulas de la presente invención, la mezcla de un compuesto plaguicida sólido, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato obtenida de este modo se mantiene a 20 a 60 °C durante 3 horas o más, preferentemente a 20 a 40 °C durante 5 horas o más.

Mientras que la mezcla de un compuesto plaguicida sólido, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato se mantiene a 20 a 60 °C, la mezcla puede agitarse o dejarse reposar. En la etapa (1), por lo general la mezcla se controla de manera que se mantenga a 20 a 60 °C.

15 En la etapa (2) del método de producción de microcápsulas de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (1) se añade a agua que contiene un poliol o una poliamina y se producen gotitas de líquido en el agua.

20 Cuando el agua contiene un poliol en esta etapa, se produce una microcápsula con una película de poliuretano. Cuando el agua contiene una poliamina en esta etapa, se produce una microcápsula con una película de poliurea.

El agua que contiene un poliol puede prepararse, por ejemplo, mediante la mezcla de agua y un poliol. El agua que contiene una poliamina puede prepararse, por ejemplo, mediante la mezcla de agua y una poliamina o una sal de poliamina.

25 Los ejemplos del poliol como se usa en el presente documento incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol y ciclopropilenglicol. Los ejemplos de la poliamina como se usa en el presente documento incluyen etilendiamina, hexametilendiamina, dietiltriamina y trietilentetramina.

30 La cantidad del poliol o la poliamina utilizados en la presente invención se determina por lo general dependiendo de la cantidad de la película de una microcápsula que se ha de producir. La cantidad del poliol utilizado en la presente invención es por lo general del 5 al 80 % en peso, preferentemente del 20 al 60 % en peso de la cantidad de la película de una microcápsula. La cantidad de la poliamina utilizada en la presente invención es por lo general del 5 al 80 % en peso, preferentemente del 20 al 60 % en peso de la cantidad de la película de una microcápsula.

35 La relación de peso del agua utilizada en la etapa (2) está por lo general en un intervalo de 0,8 a 2 veces el peso de la mezcla obtenida en la etapa (1). Como el agua utilizada en la etapa (2), se usa preferentemente agua desionizada. El agua utilizada en la etapa (2) puede contener un agente espesante, si es necesario.

40 Los ejemplos del agente espesante incluyen polisacáridos naturales tales como goma de xantano, goma de rhamnoso, goma de algarroba, carragenano, goma de welano y goma arábiga; polímeros sintéticos tales como poliacrilato de sodio; polímeros semisintéticos tales como carboximetilcelulosa; polvos minerales tales como silicato de magnesio y aluminio, esmectita, bentonita, hectorita y sílice pirógena y sol de alúmina.

45 Un ejemplo de un método para la preparación de gotitas de líquido en agua en la etapa (2) es un método que comprende añadir la mezcla obtenida en la etapa (1) a agua que contiene un poliol o una poliamina y después agitar la mezcla resultante con un agitador. Los ejemplos del agitador utilizado en esta operación incluyen un agitador de hélice, un agitador de turbina y un agitador de cizalla de alta velocidad. Los ejemplos específicos del agitador incluyen T.K. Homo Mixer, T.K. Homomic Line flow, T.K. Pipeline Homo Mixer y T.K. Fill Mix (fabricados por PRIMIX CORP); Clearmix (fabricado por M TECHNIQUE CO., LTD.); Polytron Homogenizer y Megatron Homogenizer (fabricados por KINEMATICA); y Supraton (fabricado por TSUKISHIMA KIKAI CO., LTD.).

50 El tamaño de partícula de las microcápsulas producidas finalmente mediante el método de la presente invención es casi idéntico al de las gotitas de líquido preparadas en la etapa (2). Las gotitas de líquido preparadas en la etapa (2) y las microcápsulas producidas finalmente mediante el método de la presente invención tienen un diámetro de partícula por lo general en el intervalo de 1 a 80 µm, preferentemente de 5 a 50 µm en términos de mediana del diámetro en volumen.

60 Las gotitas de líquido existentes en agua obtenida en la etapa (2) están hechas de una solución de un poliisocianato en un compuesto representado por la fórmula (I). El poliisocianato contenido en las gotitas de líquido se polimeriza con el poliol o la poliamina existentes en el agua en las superficies de contacto entre las gotitas de líquido y el agua. Como resultado, se forma una película de poliuretano o poliurea alrededor de las gotitas de líquido para proporcionar una suspensión acuosa de microcápsulas.

65 Para la película de poliuretano, la película de resina de poliuretano se forma alrededor de las gotitas de líquido, por ejemplo, mediante el calentamiento de una dispersión acuosa de las gotitas de líquido preparadas en la etapa (2) a 40 a 80 °C y después manteniendo la dispersión a la misma temperatura durante aproximadamente de 0,5 a 48

horas mientras se agita. Para la película de poliurea, la película de resina de poliurea se forma alrededor de las gotitas de líquido, por ejemplo, mediante el ajuste de una dispersión acuosa de las gotitas de líquido preparadas en la etapa (2) a un pH de neutro a alcalino débil y, después, manteniendo la dispersión a 0 a 50 °C durante

5 De acuerdo con el método como se ha descrito anteriormente, se produce una microcápsula en forma de una suspensión acuosa.

10 La suspensión acuosa de la microcápsula producida de este modo puede someterse a centrifugación, filtración o secado por pulverización para obtener una formulación en polvo de la microcápsula.

15 A la suspensión acuosa de la microcápsula producida mediante el método descrito anteriormente, pueden añadirse adicionalmente un agente espesante, un agente anticongelante, un conservante, un regulador de la densidad, un regulador de pH o agua. En este caso, la microcápsula producida de este modo puede usarse, por ejemplo, como una composición plaguicida suspendida en agua que contiene del 0,1 al 30 % en peso de un compuesto plaguicida.

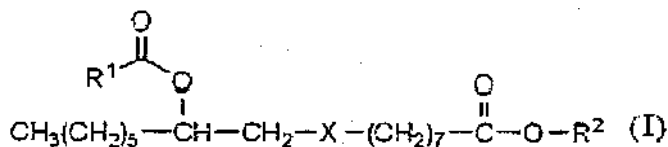
20 Los ejemplos del agente espesante incluyen los descritos anteriormente. Los ejemplos del agente anticongelante incluyen propilenglicol. Los ejemplos del conservante incluyen ésteres del ácido p-hidroxibenzoico; derivados de isotiazolina tales como 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona y 2-metil-4-isotiazolin-3-ona; 2-bromo-2-nitropropano-1,3-diol; y derivados de ácido salicílico. Los ejemplos específicos del conservante incluyen Biohope L (fabricado por K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) y Proxel GXL (fabricado por Avecia K.K.). Los ejemplos del regulado de la densidad incluyen sales hidrosolubles tales como sulfato de sodio y compuestos hidrosolubles tales como urea. Los ejemplos del regulador de pH incluyen hidrógeno fosfato disódico, hidrógeno fosfato dipotásico e hidróxido de sodio.

25 Cuando el compuesto plaguicida es un compuesto insecticida, una composición plaguicida que contiene la microcápsula de la presente invención se pulveriza sobre plagas o hábitats de plagas en una cantidad de aproximadamente 0,1 a 1.000 g/1.000 m², preferentemente de aproximadamente 1 a 100 g/1.000 m² del compuesto plaguicida.

30 Se muestran a continuación ejemplos de una microcápsula producida mediante el método de la presente invención.

Una microcápsula producida mediante un método para la producción de una microcápsula que comprende mantener una mezcla de un compuesto sólido, suspendido en un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato a 20 a 60 °C durante 3 horas o más:

35



40 donde X representa -CH₂-CH₂- o -CH=CH-, R¹ representa un grupo alquilo C1-C4 y R² representa un grupo alquilo C1-C4; después añadir la mezcla a agua que contiene un poliol o una poliamina y producir gotitas de líquido en el agua; y después formar una película de poliuretano o de poliurea alrededor de las gotitas (en lo sucesivo en el presente documento, denominada como la presente microcápsula).

45 La presente microcápsula, donde el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

50 La presente microcápsula, donde el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas, el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y la relación de la mediana del diámetro en volumen/espesor de la película es de 25 a 150.

55 La presente microcápsula, donde el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas, el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y la película está hecha de poliuretano.

60 La presente microcápsula, donde el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas, el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más es de menos del 20 % basado

la relación de peso del compuesto plaguicida al compuesto representado por la fórmula (I) es de 20:100 a 40:100, el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas, el volumen neto de las partículas de microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más es de menos del 20 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas, la relación de la mediana del diámetro en volumen/espesor de la película es de 25 a 150 y la película está hecha de poliuretano.

Ejemplos

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá en más detalle a modo de ejemplos de producción y ejemplos de ensayo, a los que la presente invención no se limita.

Ejemplo de producción 1

Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-1). La mezcla 1-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla de 1-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla de 1-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

La mezcla 1-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla de 1-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 1-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,4 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 1,6 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

A 100 g de la mezcla 1-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 20 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-4). La mezcla 1-4 se mantuvo a 20 °C durante 24 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-5).

A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábiga (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 1-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-6).

La mezcla 1-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 1-7).

La mezcla 1-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 1).

Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 20,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 8,9 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de producción 2

Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla de 2 -1). La mezcla 2-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla de 2-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla de 2-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla de 2-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

La mezcla 2-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla de 2-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla de 2-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,7 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 1,9 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

A 100 g de la mezcla 2-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 40 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 2-4). La mezcla 2-4 se mantuvo a 40 °C durante 5 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 2-5).

5 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 2-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 2-6).

10 La mezcla 2-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 2-7).

15 La mezcla 2-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 2).

20 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 17,7 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 11,6 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de producción 3

25 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-1). La mezcla 3-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 3-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 3-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

30 La mezcla 3-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 3-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,5 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 1,8 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

35 A 100 g de la mezcla 3-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 30 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-4). La mezcla 3-4 se mantuvo a 30 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-5).

40 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 3-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-6).

45 La mezcla 3-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 3-7).

50 La mezcla 3-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 3).

55 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana de diámetro en volumen de 22,5 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 µm o menos era del 7,9 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 50 µm o más era del 0,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

60 Ejemplo de producción 4

65 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-1). La mezcla 4-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 4-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla de 4-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de

0,5 mm.

5 La mezcla 4-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 4-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,5 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 1,8 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

10 A 100 g de la mezcla 4-3 se les añadieron 9,8 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 40 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-4). La mezcla 4-4 se mantuvo a 40 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-5).

15 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 5,6 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 4-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-6).

20 La mezcla 4-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 4-7).

25 La mezcla 4-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 4).

30 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,8 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 50 µm o más era del 0,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de Producción 5

35 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-1). La mezcla 5-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 5-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 5-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

40 La mezcla 5-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 5-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

50 A 100 g de la mezcla 5-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 40 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-4). La mezcla 5-4 se mantuvo a 40 °C durante 10 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-5).

55 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 5-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-6).

La mezcla 5-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 5-7).

60 La mezcla 5-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 5).

65 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,6 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 µm o menos era del 9,1 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 50 µm o más era del 0,3 % basado en el

volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de Producción 6

5 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-1). La mezcla 6-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 6-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 6-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

10 La mezcla 6-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 6-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 μm , donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 μm o más era del 3,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

15 A 100 g de la mezcla 6-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 60 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-4). La mezcla 6-4 se mantuvo a 60 °C durante 3 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-5).

20 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 6-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-6).

25 La mezcla 6-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 6-7).

30 La mezcla 6-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 6).

35 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 21,9 μm , donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 μm o menos era del 8,6 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 50 μm o más era del 0,1 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

40 Ejemplo de Producción 7

45 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-1). La mezcla 7-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 7-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 7-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,4 mm.

50 La mezcla 7-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 7-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,5 μm , donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 μm o más era del 1,8 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

55 A 100 g de la mezcla 7-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-4). La mezcla 7-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-5).

60 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 7-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-6).

65 La mezcla 7-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 11.000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 7-7).

La mezcla 7-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 7).

5 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 13,6 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 µm o menos era del 15,9 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

10 Ejemplo de Producción 8

Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-1). La mezcla 8-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 8-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 8-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,4 mm.

La mezcla 8-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 8-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,5 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 1,8 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

25 A 100 g de la mezcla 8-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-4). La mezcla 8-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-5).

30 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 8-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-6).

35 La mezcla 8-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 7000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 8-7).

40 La mezcla 8-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 8).

45 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 34,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de 5 µm o menos fue del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 16,9 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de Producción 9

50 Se mezclaron 375 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-1). La mezcla 9-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 9-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 9-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,6 mm.

55 La mezcla 9-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 9-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,0 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

60 A 100 g de la mezcla 9-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-4). La mezcla 9-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-5).

65

A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 9-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-6).

- 5 La mezcla 9-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 9-7).

- 10 La mezcla 9-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 9).

- 15 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 18,4 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 11,2 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5,0 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de Producción 10

- 20 Se mezclaron 150 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-1). La mezcla 10-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 10-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 10-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,4 mm.

- 30 La mezcla 10-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 10-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

- 35 A 100 g de la mezcla 10-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-4). La mezcla 10-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-5).

- 40 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 10-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-6).

- 45 La mezcla 10-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 10-7).

- 50 La mezcla 10-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 10).

- 55 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

Ejemplo de Producción 11

- 60 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-1). La mezcla 11-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 11-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 11-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

- 65 La mezcla 11-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor:

12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 11-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

5 A 100 g de la mezcla 11-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-4). La mezcla 11-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-5).

10 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 11-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-6).

15 La mezcla 11-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 11-7).

20 La mezcla 11-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 11).

25 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

30 La composición en suspensión acuosa 11 se mezcló con una solución acuosa preparada mediante la mezcla de 68,05 g de agua, 0,05 g de goma de xantano, 0,1 g de silicato de aluminio y magnesio, 0,5 g de hidrógeno fosfato disódico y 0,1 g de Biohope L (conservante, fabricado por K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) para proporcionar una formulación en suspensión acuosa de microcápsulas. La formulación en suspensión acuosa tenía un pH de 7,9.

Ejemplo de Producción 12

35 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-1). La mezcla 12-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 12-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 12-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 40 0,5 mm.

45 La mezcla 12-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 12-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

50 A 100 g de la mezcla 12-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-4). La mezcla 12-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-5).

55 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 12-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-6).

60 La mezcla 12-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 12-7).

65 La mezcla 12-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 12).

Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de

las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

5 La composición en suspensión acuosa 12 se mezcló con una solución acuosa preparada mediante la mezcla de 68,55 g de agua, 0,05 g de goma de xantano, 0,1 g de silicato de aluminio y magnesio, 0,1 g de hidróxido de sodio y 0,1 g de Biohope L (conservante, fabricado por K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) para proporcionar una formulación en suspensión acuosa de microcápsulas. La formulación en suspensión acuosa tenía un pH de 7,9.

10 Ejemplo de Producción 13

Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-1). La mezcla 13-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 13-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 13-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

20 La mezcla 13-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 13-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

25 A 100 g de la mezcla 13-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-4). La mezcla 13-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-5).

30 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 13-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-6).

35 La mezcla 13-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 13-7).

40 La mezcla 13-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 13).

45 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

50 La composición en suspensión acuosa 13 se mezcló con una solución acuosa preparada mediante la mezcla de 68,05 g de agua, 0,05 g de goma de xantano, 0,1 g de silicato de aluminio y magnesio, 0,5 g de hidrógeno fosfato dipotásico y 0,1 g de Biohope L (conservante, fabricado por K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) para proporcionar una formulación en suspensión acuosa de microcápsulas. La formulación en suspensión acuosa tenía un pH de 7,2.

55 Ejemplo de Producción 14

Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-1). La mezcla 14-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 14-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 14-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

65 La mezcla 14-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 14-3 tenían una

ES 2 638 508 T3

mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

5 A 100 g de la mezcla 14-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-4). La mezcla 14-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-5).

10 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 14-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-6).

15 La mezcla 14-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 14-7).

20 La mezcla 14-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 14).

25 Las microcápsulas resultantes tienen una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

30 La composición en suspensión acuosa 14 se mezcló con una solución acuosa preparada mediante la mezcla de 68,25 g de agua, 0,05 g de goma de xantano, 0,1 g de silicato de aluminio y magnesio, 0,3 g de hidrógeno fosfato disódico y 0,1 g de Biohope L (conservante, fabricado por K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) para proporcionar una formulación en suspensión acuosa de microcápsulas. La formulación en suspensión acuosa tenía un pH de 6,2.

Ejemplo de Producción 15

35 Se mezclaron 250 g de clotianidina y 750 g de O-acetilricinoleato de metilo (Ricsizer C-101, fabricado por Itoh Oil Chemicals Co., Ltd., contenido: 95,5 %) (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-1). La mezcla 15-1 se agitó con un homogeneizador de rotor-estator (Polytron Homogenizer, fabricado por KINEMATICA AG) para moler la clotianidina contenida en la mezcla 15-1 durante aproximadamente 10 minutos (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-2). Las partículas de clotianidina en la mezcla 15-2 tenían una mediana del diámetro en volumen de 0,5 mm.

40 La mezcla 15-2 se alimentó en un Dyno Mill (fabricado por WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK, tamaño del recipiente: 600 ml, relleno con 1.150 g de vidrio esférico de 1 mm de diámetro, velocidad de revolución del rotor: 12 m/s como velocidad periférica) a una velocidad de 3 l/h para moler adicionalmente las partículas de clotianidina (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-3). Las partículas de clotianidina en la mezcla 15-3 tenían una mediana del diámetro en volumen de 2,9 µm, donde el volumen neto de las partículas con un diámetro de 10 µm o más era del 3,3 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

50 A 100 g de la mezcla 15-3 se les añadieron 21,6 g de un poliisocianato (Sumidur L-75, aducto de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno, fabricado por SUMIKA BAYER URETHANE CO., LTD.) a 25 °C (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-4). La mezcla 15-4 se mantuvo a 25 °C durante 20 horas (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-5).

55 A 108,8 g de agua (agua desionizada) se les añadieron 12,4 g de etilenglicol y 12,6 g de goma arábica (Arabic Cole SS fabricada por SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD.) para preparar una fase acuosa. Toda la fase acuosa y toda la mezcla 15-5 se mezclaron (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-6).

La mezcla 15-6 se agitó con un homogeneizador (T.K. Autohomomixer, fabricado por PRIMIX CORP, velocidad de revolución: 9000 rpm) a temperatura ambiente para formar gotitas de líquido en el agua (la mezcla resultante se denomina la mezcla 15-7).

60 La mezcla 15-7 se agitó a 60 °C durante 24 horas para proporcionar una composición en suspensión acuosa de microcápsulas de clotianidina (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa 15).

65 Las microcápsulas resultantes tenían una mediana del diámetro en volumen de 19,9 µm, donde el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 5 µm o menos era del 9,4 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas y el volumen neto de las microcápsulas con un diámetro de partícula de 50 µm o más

era del 0 % basado en el volumen global de las partículas de microcápsulas.

La composición en suspensión acuosa 15 se mezcló con una solución acuosa preparada mediante la mezcla de 68,35 g de agua, 0,05 g de goma de xantano, 0,1 g de silicato de aluminio y magnesio y 0,2 g de Proxel GXL (conservante, fabricado por Avecia KK) para proporcionar una formulación en suspensión acuosa de microcápsulas. La formulación en suspensión acuosa tenía un pH de 7,4.

Ejemplo de producción comparativo 1

Una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa comparativa 1) se produjo de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1 excepto por que la mezcla 1-4 se mantuvo a 20 °C durante 1 hora.

Ejemplo de producción comparativo 2

Una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa comparativa 2) se produjo de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 5 excepto por que la mezcla 5-4 se mantuvo a 40 °C durante 1 hora.

Ejemplo de producción comparativo 3

Una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa comparativa 3) se produjo de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1 excepto por que la mezcla 1-4 se mantuvo a 50 °C durante 1 hora.

Ejemplo de producción comparativo 4

Una composición en suspensión acuosa (en lo sucesivo en el presente documento, denominada la composición en suspensión acuosa comparativa 4) se produjo de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1 excepto por que la mezcla 1-4 se mantuvo a 60 °C durante 0,5 horas.

Ejemplo de ensayo 1

Una mezcla de 0,5 g de cada una de las composiciones en suspensión acuosa que se muestran en la siguiente Tabla 1 con 249,5 g de agua se dejó reposar a temperatura ambiente durante 2 horas. Después, la mezcla se centrifugó a 3000 rpm durante 15 minutos. Aproximadamente 1 ml del sobrenadante se separó y 10 µl del 1 ml se sometieron a cromatografía líquida de alto rendimiento para analizar la cantidad de clotianidina. Basándose en el valor de análisis obtenido de este modo, se calcularon la cantidad de clotianidina contenida en el sobrenadante y la cantidad de clotianidina contenida en una microcápsula. La tasa residual de clotianidina contenida en microcápsulas basada en la cantidad de clotianidina contenida inicialmente en la microcápsula se muestra en la Tabla 1.

[Tabla 1]

	Tasa residual de clotianidina contenida en microcápsulas (%)
Composición en suspensión acuosa 1	79
Composición en suspensión acuosa 2	78
Composición en suspensión acuosa 3	79
Composición en suspensión acuosa 4	91
Composición en suspensión acuosa 5	82
Composición en suspensión acuosa 6	76
Composición en suspensión acuosa comparativa 1	39
Composición en suspensión acuosa comparativa 2	41
Composición en suspensión acuosa comparativa 3	45
Composición en suspensión acuosa comparativa 4	38

Ejemplo de Ensayo 2

Cada una de las composiciones en suspensión acuosa que se muestran en la siguiente Tabla 2 se diluyó 200 veces con agua. Después, se extendieron 0,4 ml de la dilución en una placa de Petri de vidrio de 6 cm de diámetro. Después, la dilución se secó al aire a temperatura ambiente. La placa de Petri se expuso a la luz solar durante 250 horas (iluminancia acumulada: 1.810 lux).

A la placa de Petri se le añadieron 10 ml de acetonitrilo y después se agitaron. Después, se sometieron 10 µl de la

mezcla a cromatografía líquida de alto rendimiento para analizar la cantidad de clotianidina. Basándose en el valor de análisis obtenido de este modo, se calculó la cantidad de clotianidina que quedaba en la placa de Petri. La tasa residual de clotianidina basada en la cantidad de clotianidina contenida en la dilución extendida inicialmente en la placa de Petri se muestra en la Tabla 2.

5

[Tabla 2]

	Tasa residual de clotianidina (%)
Composición en suspensión acuosa 1	79
Composición en suspensión acuosa 2	81
Composición en suspensión acuosa 3	86
Composición en suspensión acuosa 4	89
Composición en suspensión acuosa 5	82
Composición en suspensión acuosa comparativa 1	54
Composición en suspensión acuosa comparativa 3	61

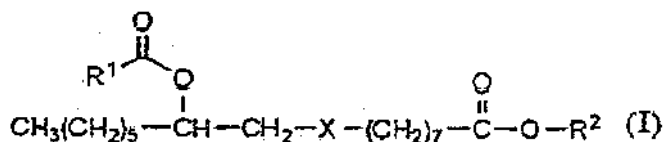
Aplicabilidad industrial

- 10 De acuerdo con el método para la producción de una microcápsula de la presente invención, es posible producir una microcápsula con el momento de liberación retrasado de un compuesto plaguicida contenido en la misma en comparación con una microcápsula convencional.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una microcápsula, que comprende:

- 5 (1) mantener una mezcla de un compuesto plaguicida sólido, un compuesto representado por la fórmula (I) y un poliisocianato, donde el compuesto plaguicida sólido se suspende en el compuesto de fórmula (I), a 20 a 60 °C durante 3 horas o más:



- 10 donde X representa -CH₂-CH₂- o -CH=CH-, R¹ representa un grupo alquilo C1-C4, y R² representa un grupo alquilo C1-C4;
- (2) después añadir la mezcla en agua que contiene un poliol o una poliamina y producir gotitas de líquido en el agua; y
- 15 (3) formar una película de poliuretano o de poliurea alrededor de las gotitas.

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde la relación de peso del compuesto plaguicida sólido al compuesto representado por la fórmula (I) es de 10:100 a 100:100.

- 20 3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el compuesto representado por la fórmula (I) es un éster de alquilo C1-C4 del ácido O-acetilricinoleico.

4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el compuesto representado por la fórmula (I) es O-acetilricinoleato de metilo.

- 25 5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el compuesto plaguicida sólido es un compuesto neonicotinoide.

6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el compuesto plaguicida sólido es clotianidina.