

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 069**

51 Int. Cl.:

A01N 25/08 (2006.01)

A01N 43/56 (2006.01)

A01P 3/00 (2006.01)

A01N 47/16 (2006.01)

A01N 25/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.02.2014 PCT/JP2014/055202**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.09.2014 WO14133179**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.02.2014 E 14757774 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.09.2017 EP 2962563**

54 Título: **Preparación agroquímica sólida**

30 Prioridad:
28.02.2013 JP 2013038435

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.11.2017

73 Titular/es:
SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD (100.0%)
27-1 Shinkawa 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-8260, JP

72 Inventor/es:
YANAGISAWA, KAZUYUKI

74 Agente/Representante:
ISERN JARA, Jorge

ES 2 643 069 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

Preparación agroquímica sólida

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una formulación agroquímica sólida que comprende fenpirazamina.

Antecedentes de la invención

10 Convencionalmente, una formulación agroquímica que comprende fenpirazamina es conocida como fungicida agrícola y, por ejemplo, se usa en la práctica una composición agroquímica granular que comprende fenpirazamina y lignosulfonato (véase, por ejemplo, JP-A-2006-249067).

15 La formulación puede emitir a veces olor, por ejemplo durante el almacenamiento o el transporte a alta temperatura, y similares. En la mayoría de los casos en los que se emiten olores, estos no suponen una degradación de la calidad que origine un problema práctico tal como la descomposición del ingrediente activo agroquímico. Sin embargo, el olor puede ser reconocido como un olor desagradable, dependiendo del usuario y de la situación de uso, por lo que es deseable suprimir la emisión de olor.

20 Un objeto de la presente invención es proporcionar una formulación agroquímica sólida que contiene fenpirazamina que no tenga un problema de emisión de olor y que tenga también una excelente estabilidad en una situación práctica.

25 Divulgación de la invención

Los presentes inventores han investigado a fin de encontrar una formulación agroquímica sólida que contiene fenpirazamina que no tenga un problema de emisión de olor y que tenga también una excelente estabilidad en una situación práctica y, consecuentemente, han logrado la presente invención.

30 Más específicamente, la presente invención es tal como se describe a continuación.

[1] Una formulación agroquímica sólida que comprende fenpirazamina y un componente ácido, en la que el pH a 35 25 °C de una mezcla de 1 g de la formulación agroquímica sólida y 99 g de agua de intercambio iónico es 8 o inferior.

[2] La formulación agroquímica sólida de acuerdo con [1], en la que el componente ácido es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácido fosfórico y ácido sulfúrico.

[3] La formulación agroquímica sólida de acuerdo con [1] o [2], en la que el pH está en el intervalo de 3 a 6.

40 [4] La formulación agroquímica sólida de acuerdo con cualquiera de [1] a [3], que comprende adicionalmente lignosulfonato.

45 De acuerdo con la presente invención, se puede proporcionar una formulación agroquímica sólida que contiene fenpirazamina y que no tiene un problema de emisión de olor y que tiene también una excelente estabilidad en una situación práctica, por ejemplo, una dispersión acuosa de la presente formulación sólida usada cuando se aplica la presente formulación sólida a una planta y similares.

Modo de llevar a cabo la invención

50 La formulación agroquímica sólida de la presente invención (denominada "la presente formulación sólida" en lo sucesivo en el presente documento) comprende fenpirazamina, en una cantidad normalmente de un 5 a un 90 % en peso y, preferentemente, de un 15 a un 80 % en peso, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

55 La presente formulación sólida es una formulación que tiene un pH a 25 °C de una mezcla de 1 g de la presente formulación sólida y 99 g de agua de intercambio iónico (denominado "el pH de la presente formulación sólida" en lo sucesivo en el presente documento) de 8 o inferior. La presente formulación sólida es una formulación que tiene un pH de 8 o inferior, exhibiendo de este modo el efecto de la presente invención, y el pH de la presente formulación sólida está preferentemente en el intervalo de 3 a 8 y, más preferentemente, en el intervalo de 3 a 6. El agua de intercambio iónico en la presente invención se refiere al agua purificada usando una resina de intercambio catiónico y una resina de intercambio aniónico, y normalmente se refiere a agua que tiene una conductividad eléctrica a 25 °C inferior a 0,1 mS/m.

65 En la presente formulación sólida, el pH a 25 °C es el valor de pH que se mide mientras un líquido mixto, obtenido añadiendo 1 g de la presente formulación sólida a 99 g de agua de intercambio iónico y agitando suficientemente la mezcla usando un agitador magnético o similar, se mantiene a 25 °C usando un baño termostático o similar, y un

electrodo de vidrio de un pHmetro de tipo electrodo de vidrio se sumerge en el líquido mixto, el valor del pH determinado a un punto en el cual el cambio de la diferencia de 10 segundos se estabiliza a un valor ± 1 mV.

5 La presente formulación sólida comprende un componente ácido en una cantidad requerida para tener un pH de 8 o inferior. El componente ácido incluye ácidos inorgánicos, ácidos orgánicos, y similares. Los ácidos inorgánicos incluyen el ácido hipocloroso, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido bórico, y similares.

10 Los ácidos orgánicos incluyen ácidos grasos saturados o insaturados tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido octanoico, ácido palmítico, ácido oleico, ácido esteárico y ácido graso HARTALL (extracto de madera compuesto principalmente por ácido oleico y ácido linoleico, y denominado también ácido graso de aceite de bogol ("tall oil"): fabricado por Harima Chemicals Group, Inc.), ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico y ácido ftálico, ácidos di- o tricarboxílicos tales como ácido succínico, ácido málico, ácido oxálico y ácido cítrico, ácidos carboxílicos tales como ácido sórbico y ácido láctico, ácidos organofosfóricos tales como fosfatos de mono- o dialquilo C1 a C6 (por ejemplo, fosfato de diisopropilo, fosfato de monopropilo, PAP (mezcla compuesta principalmente por fosfato de diisopropilo y fosfato de monoisopropilo: fabricado por NIPPON CHEMICAL INDUSTRIAL CO., LTO.)), y similares. Se usan preferentemente el ácido fosfórico y el ácido sulfúrico.

20 El contenido del componente ácido en la presente formulación sólida es una cantidad requerida para tener un pH a 25 °C de una mezcla de 1 g de la presente formulación sólida y 99 g de agua de intercambio iónico de 8 o inferior, y se puede determinar dependiendo del tipo de componente ácido y del pH deseado y es normalmente, de un 0,01 a un 25 % en peso y, preferentemente, de un 0,01 a un 15 % en peso, como cantidad total, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida. El contenido del componente ácido de la presente formulación sólida se puede determinar, por ejemplo, preparando una formulación sólida que usa una cantidad predeterminada del componente ácido, junto con otros componentes mediante el método expuesto más adelante, midiendo el pH mediante el procedimiento anterior, y ajustando la cantidad del componente ácido en base a la diferencia con respecto al pH deseado, o similares.

30 La presente formulación sólida puede comprender adicionalmente lignosulfonato. Ejemplos del lignosulfonato usado en la presente invención incluyen sales de sodio, sales de potasio y sales de amonio del ácido lignosulfónico. Como lignosulfonato, es preferente un lignosulfonato que tiene un peso molecular promedio de 3000 a 14 000, un pH de 8 o inferior, y un grado de sulfonación de 1,0 a 3,0. El pH del lignosulfonato se refiere al pH a 25 °C de una solución acuosa al 15 % (p/v) obtenida disolviendo lignosulfonato en agua de intercambio iónico. En la presente invención, el % (p/v) significa una concentración en tanto por ciento en peso/volumen y una solución acuosa al 15 % (p/v) se refiere a una solución acuosa en la que el peso de lignosulfonato disuelto en 100 ml de solución acuosa de lignosulfonato es de 15 g. El pH del lignosulfonato se puede medir preparando una solución acuosa al 15 % (p/v) de lignosulfonato, y midiendo el mismo de la misma manera que en el caso del pH de la presente formulación sólida. Asimismo, el grado de sulfonación del lignosulfonato es el número promedio de grupos ácido sulfónico en una unidad, cuando el peso molecular de una unidad de lignina es 1000.

40 El lignosulfonato que tiene un peso molecular promedio de 3000 a 14 000, un pH de 8 o inferior, y un grado de sulfonación de 1,0 a 3,0 incluye específicamente Reax 80D (fabricado por MeadWestvaco Corporation, lignosulfonato de sodio con un pH a 25 °C de una solución acuosa al 15 % (p/v) de 7,0), Reax 88A (fabricado por MeadWestvaco Corporation, lignosulfonato de sodio con un pH a 25 °C de una solución acuosa al 15 % (p/v) de 4,3), Reax 907 (fabricado por MeadWestvaco Corporation, lignosulfonato de sodio con un pH a 25 °C de una solución acuosa al 15 % (p/v) de 7,2), y Reax 910 (fabricado por MeadWestvaco Corporation, lignosulfonato de sodio con un pH a 25 °C de una solución acuosa al 15 % (p/v) de 7,2), y similares.

50 Así pues, la presente formulación sólida comprende lignosulfonato, el contenido total es normalmente de un 1 a un 80 % en peso y, preferentemente, de un 20 a un 50% en peso, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

La presente formulación sólida puede comprender adicionalmente un adyuvante agroquímico usado en una formulación agroquímica sólida normal. El adyuvante agroquímico incluye vehículos sólidos, tensioactivos, aglutinantes, agentes antiespumantes, y similares.

55 Ejemplos de vehículos sólidos incluyen vehículos minerales tales como arcilla de caolín, tierra de diatomeas, agalmatolita, piedra de sílice, bentonita, arcilla ácida, arcilla activada, arcilla de atapulgita, pirofillita, sericita, zeolita, zeeklita, wollastonita, silicato de calcio, talco, piedra pómez y carbón blanco; sales de amonio tales como sulfato de amonio y cloruro de amonio, fosfatos tales como fosfato diácido de potasio y fosfato ácido de dipotasio, carbonatos tales como carbonato de sodio, carbonato ácido de sodio y carbonato de calcio, sacáridos tales como glucosa, fructosa, sacarosa, lactosa y dextrina; y vehículos solubles en agua tales como urea, sal, sulfato de sodio y polietilenglicol que es sólido a temperatura ambiente.

65 La presente formulación sólida comprende el vehículo sólido en una cantidad normalmente de un 0 a un 30 % en peso y, preferentemente, de un 0 a un 20 % en peso, como cantidad total, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

Los tensioactivos incluyen tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos anfólicos y mezclas de los mismos. Normalmente se usa un tensioactivo no iónico, y/o un tensioactivo aniónico.

5 Ejemplos de tensioactivo no iónico incluyen éster de ácido carboxílico polioxietileno, polioxietileno polioxipropileno alquil aril éter, copolímero de bloque de polioxietileno y polioxipropileno, polioxietileno alquil aril éter, polioxietileno alquil éter, polioxietileno polioxipropileno triestirilfenil éter, polioxietileno estirilfenil éter, polioxietileno triestirilfenil éter, éster de ácido graso polioxietileno, éster de ácido graso, éster de ácido graso de alcohol polihídrico, éster de ácido graso de alcohol polihídrico polioxietileno, y polioxietileno alquilamina. Asimismo, ejemplos de tensioactivos
10 aniónicos incluyen sal éster de ácido dialquilsulfocarboxílico, sulfonato de alquilo, sulfonato de alquil arilo, policarboxilato, sal éster de ácido fosfórico y polioxietileno alquil aril éter, sal éster de ácido fosfórico y polioxietileno triestirilfenil éter, naftalensulfonato de alquilo, sal metálica de policondensado de ácido naftalensulfónico, una sal de condensado de ácido naftalensulfónico con formalina, sulfosuccinato de dialquilo, y sal sódica de alquilsulfato.

15 La presente formulación sólida comprende el tensioactivo en una cantidad normalmente de un 2 a un 20 % en peso y, preferentemente de un 4 a un 10 % en peso, como cantidad total, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

20 Como aglutinante, es preferente un aglutinante soluble en agua y ejemplos del mismo incluyen dextrina, alcohol polivinílico, goma arábiga, alginato de sodio, polivinilpirrolidona, manitol y sorbitol.

La presente formulación sólida comprende el aglutinante en una cantidad normalmente de un 0 a un 20 % en peso y, preferentemente de un 0 a un 10 % en peso, como cantidad total, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

25 Como agente antiespumante, es preferente un agente antiespumante basado en silicona.

La presente formulación sólida comprende el agente antiespumante en una cantidad normalmente de un 0 a un 5 % en peso y, preferentemente de un 0 a un 3 % en peso, como cantidad total, basado en el 100 % en peso de la presente formulación sólida.

30 Se muestran a continuación algunos ejemplos de la presente formulación sólida. Aquí, la cantidad muestra un peso basado en el peso total de la presente formulación sólida.

- 35 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y con un pH de la presente formulación sólida de 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- 40 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y con un pH de la presente formulación sólida de 8 o inferior.
- 45 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.
- 50 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- 55 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 25 % en peso de un componente ácido, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 8 o inferior.
- 60 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- 65 • Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 5 a un 90 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 1 a un 80 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.

- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 25 a un 45 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 25 a un 45 % en peso de lignosulfonato con un peso molecular promedio de 3000 a 14 000, un pH de 8 o inferior y un grado de sulfonación de 1,0 a 3,0, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 8 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina y de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 25 a un 45 % en peso de lignosulfonato, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.
- Una formulación agroquímica sólida que comprende de un 40 a un 60 % en peso de fenpirazamina, de un 0,01 a un 15 % en peso de ácido fosfórico, y de un 25 a un 45 % en peso de lignosulfonato con un peso molecular promedio de 3000 a 14 000, un pH de 8 o inferior y un grado de sulfonación de 1,0 a 3,0, y con un pH de la presente formulación sólida de 3 o superior y 6 o inferior.

La presente formulación sólida se puede producir mezclando fenpirazamina y un componente ácido en una cantidad necesaria para tener un pH de la presente formulación sólida de 8 o inferior (denominado "componente ácido A" en lo sucesivo en el presente documento), y si fuera necesario, lignosulfonato y un adyuvante agroquímico. La forma (tipo de formulación) de la presente formulación sólida es un polvo mojable o un gránulo dispersable en agua, y es preferente un gránulo dispersable en agua desde el punto de vista de la seguridad de los usuarios. Estas formulaciones se pueden preparar mediante un método conocido.

La presente formulación sólida que es un gránulo dispersable en agua (denominado "el presente gránulo dispersable en agua" en lo sucesivo en el presente documento) se puede producir, por ejemplo, de acuerdo con el método siguiente:

Un método para la pulverización de una suspensión acuosa que comprende fenpirazamina, el componente ácido A y agua y, si fuera necesario, lignosulfonato, un tensioactivo, un vehículo sólido, un agente antiespumante y similares, y el secado de la misma.

En este método, la suspensión acuosa que se va a secar mediante pulverización se puede preparar, por ejemplo, mediante el método siguiente. 1) la presente

1) fenpirazamina y, si fuera necesario, lignosulfonato, un vehículo sólido, un agente antiespumante y similares, se añaden a una cantidad predeterminada de agua (que contiene opcionalmente un tensioactivo), y se pulverizan en húmedo usando un pulverizador en húmedo tal como un molino de bolas horizontal, un triturador de arena o similares. El componente ácido A se puede añadir antes de la pulverización o bien se puede añadir después de la pulverización.

2) la fenpirazamina y, si fuera necesario, un vehículo sólido y similares se mezclan homogéneamente usando una mezcladora, tal como una mezcladora horizontal con cinta helicoidal, una licuadora o una mezcladora Nauta, y después se pulverizan en seco usando un pulverizador, tal como un molino de martillos, un molino de púas, un molino de chorro o un pulverizador centrífugo. La mezcla pulverizada se mezcla de nuevo usando una mezcladora, según el caso, y después la mezcla pulverizada y el lignosulfonato, si fuera necesario, se añaden a una cantidad predeterminada de agua (que contiene opcionalmente un tensioactivo), y un agente antiespumante y similares se añaden posteriormente si fuera necesario, y la mezcla se suspende homogéneamente usando un agitador tal como un dispersador. El componente ácido A se puede mezclar con la fenpirazamina antes de la pulverización en seco, aunque normalmente se añade al agua junto con la mezcla pulverizada que contiene la fenpirazamina tras la pulverización en seco.

En la pulverización en húmedo o en la pulverización en seco para la preparación de la suspensión acuosa anterior, la pulverización se efectúa de modo que el tamaño de partícula de la fenpirazamina en la suspensión acuosa pueda ser de 0,5 a 20 μm y, preferentemente, de 1 a 15 μm . En la presente invención, el tamaño de partícula de la fenpirazamina significa un diámetro mediano volumétrico de los cristales de fenpirazamina. El diámetro mediano volumétrico se refiere a un diámetro de partícula al cual la frecuencia acumulada en una distribución de frecuencias basada en el volumen ha de ser del 50 % y se puede obtener, por ejemplo, mediante medición en húmedo usando un aparato de medición de distribuciones de tamaños de partícula por difracción láser. Más específicamente, se dispersan los cristales de fenpirazamina en agua y se mide el diámetro mediano volumétrico usando el aparato. Ejemplos de aparatos de medición de distribuciones de tamaños de partícula por difracción láser incluyen el Mastersizer 2000 (fabricado por Malvern Instruments Ltd.).

El secado por pulverización se lleva a cabo, por ejemplo, poniendo en contacto con aire caliente una suspensión acuosa pulverizada a partir de una boquilla de pulverización a presión o un atomizador rotatorio. En el secado por

pulverización, condiciones tales como la cantidad alimentada (caudal de alimentación) de la suspensión acuosa a partir de una boquilla de pulverización a presión o un atomizador rotatorio, la temperatura de secado por pulverización, la cantidad de suministro de aire caliente, la dirección del aire caliente y similares, se ajustan adecuadamente, mediante lo cual se puede controlar el tamaño de partícula del presente gránulo dispersable en agua que se va a obtener. Normalmente, las condiciones anteriores se ajustan de modo que la temperatura de salida pueda ser de 80 °C o inferior y la temperatura del presente gránulo dispersable en agua inmediatamente después del secado pueda ser de 90 °C o inferior. Asimismo, las condiciones del secado por pulverización se ajustan de modo que el tamaño de partícula del presente gránulo dispersable en agua que se va a obtener pueda ser normalmente de 0,1 a 1 mm. En la presente invención, el tamaño de partícula del presente gránulo dispersable en agua significa un diámetro mediano volumétrico del presente gránulo dispersable en agua. El diámetro mediano volumétrico se refiere a un diámetro de partícula al cual la frecuencia acumulada en una distribución de frecuencias basada en el volumen ha de ser del 50 % y se puede obtener, por ejemplo, mediante medición en seco usando un aparato de medición de distribuciones de tamaños de partícula por difracción láser. Más específicamente, el presente gránulo dispersable en agua se dispersa en el aire, y el diámetro mediano volumétrico se mide usando el aparato. Ejemplos de aparatos de medición de distribuciones de tamaños de partícula por difracción láser incluyen el Mastersizer 2000 (fabricado por Malvern Instruments Ltd.).

El presente método incluye también un método en el cual partículas primarias pulverizadas y secadas hasta cierto grado se someten a una granulación posterior en un lecho fluidizado, principalmente, un método en el que una suspensión acuosa que comprende fenpirazamina, el componente ácido A y agua y, si fuera necesario, lignosulfonato, un tensioactivo, un vehículo sólido, un agente antiespumante y similares, se pulverizan en un aparato de lecho fluidizado, llevando a cabo continuamente la granulación de lecho fluidizado tras la granulación por pulverización (por ejemplo la tecnología FSD de GEA NIRO).

En el método, la suspensión acuosa que se va a secar mediante pulverización en el lecho fluidizado se puede preparar, por ejemplo, mediante el método 1) o 2) anterior.

En la pulverización en húmedo o en la pulverización en seco para la preparación de la suspensión acuosa anterior, la pulverización se efectúa de modo que el tamaño de partícula de la fenpirazamina en la suspensión acuosa pueda ser de 0,5 a 20 μm y, preferentemente, de 1 a 15 μm .

La suspensión acuosa obtenida se pulveriza en el lecho fluidizado desde la parte superior (pulverización superior) o desde la parte inferior (pulverización inferior) del aparato usando, por ejemplo, una boquilla de pulverización a presión o un atomizador rotatorio, y la floculación por contacto se produce cuando la niebla de pulverización se pone en contacto con aire caliente en el lecho fluidizado y se seca formando de este modo una materia granular de mayor tamaño que las partículas primarias inmediatamente después de la pulverización. Se puede controlar el tamaño de las partículas primarias y el tamaño de las partículas secundarias tras la floculación de la materia granular (el presente gránulo dispersable en agua) obtenida ajustando condiciones tales como la cantidad alimentada (caudal de alimentación) de la suspensión acuosa a partir de una boquilla de pulverización a presión o un atomizador rotatorio, la temperatura de secado en el lecho fluidizado, la cantidad de suministro de aire caliente, la dirección del aire caliente y similares. Normalmente, el tamaño de las partículas secundarias tras la floculación se controla ajustando el estado seco en el lecho fluidizado. Específicamente, la humedad del lecho llega a ser elevada en tales condiciones de modo que la relación caudal de alimentación/(temperatura de secado x cantidad de suministro de aire caliente) llega a ser elevada, y el tamaño de las partículas secundarias de los presentes gránulos dispersables en la agua llega a ser elevado. Por otro lado, la humedad del lecho llega a ser baja en tales condiciones de modo que la relación caudal de alimentación/(temperatura de secado x cantidad de suministro de aire caliente) llega a ser baja, y el tamaño de las partículas secundarias de los presentes gránulos dispersables en la agua llega a ser bajo. Normalmente, durante la producción, se ajusta cada condición de modo que la temperatura del presente gránulo dispersable en agua inmediatamente después del secado pueda ser de 30 a 90 °C. En la presente invención, se ajusta cada condición de modo que el tamaño de partícula (tamaño de las partículas secundarias) del presente gránulo dispersable en agua que se va a obtener pueda ser normalmente de 0,1 a 3 mm y, preferentemente, de 0,1 a 1 mm.

En la presente invención, la cantidad del presente gránulo dispersable en agua como patrón de la cantidad de cada componente contenido en el presente gránulo dispersable en agua no contiene humedad remanente durante el secado tras la granulación o humedad incrementada por la absorción de humedad tras el almacenamiento.

Ejemplos

Se describirá a continuación la presente invención con más detalle por medio de ejemplos.

En primer lugar, se mostrarán ejemplos de producción y ejemplos de producción comparativos.

Ejemplo de producción 1

5 Se pulverizó en seco fenpirazamina (pureza del 97 % en peso) mediante un molino de chorro vertical (tritador de chorro modelo JOM-0101, fabricado por Seishin Enterprise Co., Ltd.), y se preparó un polvo fino de fenpirazamina con un tamaño de partícula de la fenpirazamina de 2,7 µm.

10 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina resultante, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Geroon SC/213, fabricado por Rhodia), 42,6 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 0,9 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (1).

15 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (1) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 8,1.

Ejemplo de producción 2

20 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Geroon SC/213, fabricado por Rhodia), 41,3 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 2,2 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (2).

25 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (2) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 6,7.

30 Ejemplo de producción 3

35 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Geroon SC/213, fabricado por Rhodia), 39,1 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 4,4 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (3).

40 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (3) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 5,7.

Ejemplo de producción 4

45 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Geroon SC/213, fabricado por Rhodia), 38,3 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 5,2 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (4).

50 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (4) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 5,0.

55 Ejemplo de producción 5

60 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Geroon SC/213, fabricado por Rhodia), 36,6 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 6,9 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (5).

65

El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (5) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 4,0.

Ejemplo de producción 6

5 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 30,7 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 12,8 partes en peso de ácido fosfórico y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de
10 obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTD) a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (6).

15 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (6) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 2,5.

Ejemplo de producción 7

20 Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 17,2 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 0,5 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (7).

25 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (7) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 8,3.

Ejemplo de producción 8

30 Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 16,7 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 1,0 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (8).

35 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (8) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 6,7.

Ejemplo de producción 9

40 Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 15,6 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 2,1 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (9).

45 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (9) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 6,3.

50 Ejemplo de producción 10

Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 14,1 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 3,6 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (10).

55 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (10) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 5,4.

60 Ejemplo de producción 11

Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 13,1 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 4,7 partes en peso de

65

una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (11).

5 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (11) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 4,7.

Ejemplo de producción 12

10 Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 10,4 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) y 7,3 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico al 10 % usando una licuadora a fin de obtener la presente formulación agroquímica sólida (12).

15 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida (12) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 3,0.

Ejemplo de producción 13

20 Se mezclaron 51,2 partes en peso de fenpirazamina, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 37,29 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 80D, fabricado por MeadWestvaco Corporation), 0,01 partes en peso de ácido fosfórico, 0,5 partes en peso de una mezcla de un agente antiespumante basado en silicona autoemulsionable (KS-530, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) y agua de intercambio iónico (proporción en peso 1:4) y 117 partes en peso de agua de intercambio iónico, y después
25 se pulverizan en húmedo usando un molino de bolas horizontal (nombre comercial: DYNO-MILL KDL, fabricado por SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION) a fin de obtener una suspensión de fenpirazamina. Por otro lado, se disuelven 4 partes en peso de fosfato diácido de potasio en 23 partes en peso de agua de intercambio iónico para obtener una solución acuosa de fosfato diácido de potasio. Se mezclan la solución acuosa de fosfato diácido de potasio y 12 partes en peso de la mezcla de un agente antiespumante basado en silicona autoemulsionable (nombre comercial: KS-530, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) y agua de intercambio iónico (proporción en peso
30 1:4) con la suspensión de fenpirazamina para obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se seca mediante pulverización usando una máquina de granulación de lecho fluidizado (STREA-1, fabricada por Powrex Corporation) y se granula mediante un método que lleva a cabo continuamente la granulación de lecho fluidizado tras la granulación por pulverización a fin de obtener una formulación agroquímica sólida.

35 Las condiciones durante la producción se muestran a continuación. Caudal de alimentación: 5 g/min al inicio, 25 g/min en el estado estacionario. Temperatura de secado: 90 °C al inicio y 80 °C en el estado estacionario. Cantidad de suministro de aire caliente: 85 m³/h al inicio, 50 m³/h en el estado estacionario.

40 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la formulación agroquímica sólida obtenida y 99 g de agua de intercambio iónico era de 8 o inferior.

Ejemplo de producción comparativo 1

45 Se mezclaron 51,5 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 43,5 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation), y 300 partes en peso de agua de intercambio iónico, hasta que la mezcla llegó a ser uniforme a fin de obtener una suspensión acuosa. La suspensión acuosa se secó mediante pulverización usando un secador por pulverización (modelo SD-1, fabricado por TOKYO RIKAKIKAI CO, LTO) a fin de obtener la formulación agroquímica sólida comparativa (1).

50 El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la formulación agroquímica sólida comparativa (1) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 9,8.

55 Ejemplo de producción comparativo 2

60 Se agitaron y se mezclaron 77,3 partes en peso del polvo fino de fenpirazamina preparado en el ejemplo de producción 1, 5,0 partes en peso de policarboxilato de potasio (Gerocon SC/213, fabricado por Rhodia), 17,7 partes en peso de lignosulfonato de sodio (Reax 85A, fabricado por MeadWestvaco Corporation) usando una licuadora a fin de obtener la formulación agroquímica sólida comparativa (2).

El pH a 25 °C de un líquido mixto de 1 g de la presente formulación agroquímica sólida comparativa (2) y 99 g de agua de intercambio iónico era de 10,0.

65

A continuación se muestra un ejemplo de ensayo.

Ejemplo de ensayo 1

5 Se dispusieron 10 g de cada una de las formulaciones agroquímicas sólidas (1) a (12) y de las formulaciones agroquímicas sólidas comparativas (1) a (2) en una bolsa de aluminio y estas se cerraron herméticamente, y después se dejaron en un termostato a 54 °C durante 2 semanas. Seguidamente, para cada formulación agroquímica sólida, se llevó a cabo un análisis sensorial del olor derivado de la fenpirazamina por parte de tres expertos, basándose en los siguientes criterios de determinación. Se calculó el valor promedio de los valores de determinación de los tres expertos. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Criterios de determinación

- 15 0: No hay olor
 1: Hay olor
 2: Hay un olor fuerte
 3: Hay un olor muy fuerte

20 El olor entre 0 y 1, el olor entre 1 y 2 y el olor entre 2 y 3 se determinaron como 0,5, 1,5 y 2,5, respectivamente.

[Tabla 1]

Formulación agroquímica sólida ensayada	Olor tras almacenamiento de 2 semanas a 54 °C
Presente formulación agroquímica sólida (1)	1,0
Presente formulación agroquímica sólida (2)	0,5
Presente formulación agroquímica sólida (3)	0,0
Presente formulación agroquímica sólida (4)	0,0
Presente formulación agroquímica sólida (5)	0,0
Presente formulación agroquímica sólida (6)	0,0
Presente formulación agroquímica sólida (7)	1,8
Presente formulación agroquímica sólida (8)	1,3
Presente formulación agroquímica sólida (9)	0,5
Presente formulación agroquímica sólida (10)	0,5
Presente formulación agroquímica sólida (11)	0,5
Presente formulación agroquímica sólida (12)	1,0
Formulación agroquímica sólida comparativa (1)	2,0
Formulación agroquímica sólida comparativa (2)	2,3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una formulación agroquímica sólida que comprende fenpirazamina y un componente ácido, en la que el pH a 25 °C de una mezcla de 1 g de la formulación agroquímica sólida y 99 g de agua de intercambio iónico es 8 o inferior.
2. La formulación agroquímica sólida de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el componente ácido es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácido fosfórico y ácido sulfúrico.
- 10 3. La formulación agroquímica sólida de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que el pH está en el intervalo de 3 a 6.
4. La formulación agroquímica sólida de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende adicionalmente lignosulfonato.