

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 781 674**

51 Int. Cl.:

**A01N 25/10** (2006.01)

**A01N 25/08** (2006.01)

**A01N 25/30** (2006.01)

**A01N 25/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.11.2015 PCT/CN2015/095771**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.09.2016 WO16145908**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2015 E 15885277 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 3269243**

54 Título: **Método de preparación para nanodispersión sólida de pesticida**

30 Prioridad:

**13.03.2015 CN 201510109887**

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

**04.09.2020**

73 Titular/es:

**INSTITUTE OF ENVIRONMENT AND  
SUSTAINABLE DEVELOPMENT IN  
AGRICULTURE CHINESE ACADEMY OF  
AGRICULTURAL SCIENCES (100.0%)  
No.12 Zhongguancun South Street, Haidian  
District  
Beijing 100081, CN**

72 Inventor/es:

**CUI, HAIXIN;  
CUI, BO;  
FENG, LEI y  
LIU, GUOQIANG**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

ES 2 781 674 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 de preparación para nanodispersión sólida de pesticida

**5 Campo de la invención**

La presente invención pertenece al campo técnico de los pesticidas. La presente invención se refiere a un método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida.

**10 Antecedentes de la invención**

El pesticida es una base material importante para defenderse contra desastres biológicos principales, garantizar la seguridad alimentaria y fomentar el crecimiento sostenible y estable de productos agrícolas. Según la Organización para la Alimentación y la Agricultura (FAO) de la ONU, la pérdida de productos agrícolas recuperada mediante el uso de pesticidas para controlar las plagas agrícolas representa aproximadamente el 30% de la producción agrícola total en todo el mundo. Salvo por algunas especies, generalmente el TC de pesticida no puede aplicarse directamente. Según las características del TC de pesticida y requisitos específicos para su uso, debe usarse junto con uno o más adyuvantes de pesticida, y procesarse o prepararse para dar una forma específica, que es una formulación de pesticida.

Actualmente, la proporción de pesticidas de alta eficiencia y respetuosos con el medio ambiente producidos y usados en China no es alta. Las formulaciones tradicionales tales como EC y WP todavía son las formas principales. Tienen algunas limitaciones, tales como un amplio uso de disolventes orgánicos, formación de nubes de polvo, escasa dispersión y estabilidad, que hacen que estas formas de pesticida tengan un uso generalmente poco eficaz.

El uso de codisolventes, la reducción del tamaño de partícula, el cambio de las formas cristalinas, la solubilización mediante tensioactivos y la carga del pesticida en un portador soluble en agua son los métodos habituales para mejorar el uso eficaz y la biodisponibilidad de los pesticidas.

El rápido desarrollo de la nanotecnología proporciona nuevas teorías y métodos técnicos para la ciencia agrícola moderna. El procesamiento, transformación e innovación de formulaciones del pesticida original con nanomateriales y nanotecnología permite que aparezca un gran número de formas nuevas y de alta eficiencia.

La microemulsión es una de las formulaciones de pesticida basadas en agua y una de las nuevas formulaciones en sustituir a EC y reducir la contaminación de disolventes orgánicos. La solicitud de patente china n.º CN 1656893A da a conocer un procedimiento para producir una microemulsión. La microemulsión es un sistema de dispersión termodinámicamente estable compuesto por un pesticida líquido, tensioactivos, agua y estabilizadores. Su característica consiste en usar agua como medio y no contener nada de o menos disolvente orgánico, por tanto, no es inflamable ni explosivo. Por tanto, puede producirse, manipularse, almacenarse y transportarse de manera segura, reducir la contaminación medioambiental y ahorrar mucho disolvente orgánico. Además, el pesticida tiene un grado extremadamente alto de dispersión en agua, un tamaño de partícula general de 10-100 nm y un aspecto casi transparente o ligeramente transparente. Esta formulación tiene una solubilidad, eficiencia de transferencia, humectabilidad y permeabilidad excelentes, lo cual puede conducir a una biodisponibilidad superior. No obstante, hay algunas desventajas y limitaciones en la microemulsión. Los problemas habituales son la inestabilidad, facilidad para cristalizar y precipitar, estrecha zona de temperatura transparente y baja carga de principio activo. Además, la estabilidad de la formulación es sensible a la interferencia por el entorno externo, por tanto, existen riesgos de seguridad en el procedimiento de almacenamiento y transporte. Especialmente con el fin de mantener su estabilidad y dispersibilidad, se necesita una gran cantidad de tensioactivos, habitualmente 3-4 veces superior al contenido en pesticida. Un uso a gran escala de diversos tensioactivos y adyuvantes también conduce a nuevos problemas medioambientales y de seguridad alimentaria, que hacen que su aplicación en la protección de frutas y verduras frescas se vea enormemente limitada.

La solicitud de patente china n.º CN 102499236A da a conocer una microemulsión sólida que contiene insecticidas piretroides y su preparación. Este método consiste en mezclar el TC con tensioactivos y/o disolventes orgánicos para formar una fase de aceite, y después mezclar con una fase sólida de portador y/o agua, para formar una mezcla de sólido-aceite o de agua-sólido-aceite. La microemulsión sólida puede dispersarse en agua para dar una microemulsión incolora, transparente o translúcida, que es como la emulsión obtenida diluyendo la microemulsión convencional con agua. Conserva las ventajas de la microemulsión convencional al tiempo que supera los defectos de la formulación líquida tales como vulnerable a interferencia del entorno y almacenamiento y transporte a largo plazo inconvenientes.

Sin embargo, todavía no puede resolver problemas de contaminación medioambiental y seguridad alimentaria provocados por el uso extenso de tensioactivos.

La nanosuspensión es otro nuevo tipo de formulaciones de pesticida basadas en agua. Es un sistema de dispersión coloidal submicrométrico, que se forma dispersando un principio activo de pesticida "puro" en agua mediante la acción estabilizante del tensioactivo. El principio activo en esta formulación de pesticida tiene un tamaño de partícula

pequeño y una gran área de superficie específica, provocando una tasa de disolución más rápida del principio activo y una adhesión a la diana potenciada. Estas propiedades pueden mejorar el uso eficaz del pesticida.

5 Por tanto, el documento US 2014/212466 A1 da a conocer un método para la preparación de un líquido portador que comprende las etapas de: (I) preparar una disolución de una única fase que comprende: (a) un disolvente o una mezcla de disolventes miscibles, (b) un material portador líquido, que es soluble en el disolvente (a), y (c) un material dopante que también es soluble en el disolvente (a); (II) enfriar (preferiblemente congelar) la disolución de una única fase producida en la etapa (I) hasta una temperatura a la que al menos tanto el disolvente (a) como el material portador (b) se vuelven sólidos; y (III) eliminar el disolvente sólido (a) de la disolución de una única fase enfriada (congelada) en forma de vapor, de tal manera que el material portador (b) enfriado (congelado) restante y el material dopante (c) se devuelven a temperatura ambiente proporcionando así un producto de material portador líquido (b) que tiene material dopante (c) dispersado en el mismo. El dopante insoluble en agua puede estar en forma de nanopartículas.

15 El documento US 2013/196852 A1 da a conocer un método para preparar una composición mejorada que comprende al menos un agente activo y al menos un material portador sólido, en el que el agente activo se dispersa a través del material portador en forma nanodispersada, método que comprende las etapas de: (a) formar una mezcla líquida que comprende el agente activo, el material portador, un agente estabilizante, un primer disolvente para el agente activo y el agente estabilizante y, un segundo disolvente para el material portador, y (b) secar la mezcla líquida para eliminar los disolventes primero y segundo para obtener una nanodispersión sustancialmente libre de disolvente del agente activo con el agente estabilizante en el material portador, en el que el agente estabilizante puede estabilizar el agente activo en la mezcla líquida durante el secado y en una nanodispersión líquida resultante de la composición mejorada.

25 El documento US 2010/260691 A1 da a conocer una composición acuosa que contiene un material hidrófobo, y, más particularmente, una matriz soluble en agua de un polímero soluble en agua y un tensioactivo soluble en agua, en forma de un complejo, para estabilizar el material hidrófobo, como emulsión o dispersión de nanopartículas así como un sistema de administración para administrar materiales hidrófobos bioactivos tales como una dispersión acuosa de nanopartículas de una matriz soluble en agua de polímero y un tensioactivo.

30 El documento CN 102 499 236 A da a conocer una microemulsión sólida que comprende un pesticida piretroide y un método de preparación de la microemulsión sólida. La microemulsión sólida comprende los siguientes componentes en porcentaje en peso: el 3-40% de principios farmacéuticos activos del pesticida piretroide, el 3-20% de tensioactivo, el 0-10% de disolvente orgánico, el 0-6% de disgregante, el 0-3% de aglutinante y el resto de portador. La invención da a conocer además un método de preparación de la microemulsión sólida que comprende el pesticida piretroide. La actividad biológica de principios activos de la microemulsión sólida dada a conocer por la invención puede ejercerse completamente, y la vida útil del producto puede prolongarse. Además, dado que la microemulsión sólida no adopta disolventes orgánicos polares, disolventes orgánicos de hidrocarburos aromáticos tales como xileno y otros disolventes químicos o adopta una pequeña cantidad de disolventes de éster de aceite vegetal verdes, puede evitarse la contaminación de los disolventes químicos en el medio ambiente.

Sin embargo, su principal inconveniente es que la formulación líquida tiene una escasa estabilidad y necesita más estabilizadores y agentes de suspensión.

45 Además, se ha realizado algún progreso en el estudio sobre la producción de pesticida insoluble para dar una formulación de polvo ultrafino a escala nanométrica. Sin embargo, en el procedimiento de diluir y dispersar el polvo con agua, la aglomeración, floculación y sedimentación de nanopartículas de pesticida, resultantes de la interacción de fuerzas electrostáticas y fuerzas de Van der Waals, no se han superado o resuelto de manera eficaz, haciendo que sea difícil desempeñar el efecto de aplicación deseado.

50 A lo largo de un prolongado periodo de exploración e investigación, basándose en la tecnología existente, la presente invención crea una formulación sólida, que hace que un pesticida escasamente soluble en agua se disperse altamente en portadores y tensioactivos en forma de nanopartículas sólidas, y un método de preparación para la misma. Puede eliminar el uso de disolventes orgánicos y reducir significativamente el uso de tensioactivos y aditivos. Puede desempeñar muchas ventajas de nanoformulaciones de pesticidas, pero también superar las principales limitaciones de las formulaciones anteriores. Como formulación sólida, tiene menos impactos medioambientales, una estabilidad y vida útil significativamente mejoradas, y comodidad de acondicionamiento, almacenamiento y transporte. Después de diluirse directamente con agua, la formulación puede formar un sistema de nanodispersión basado en agua que tiene prestaciones globales excelentes. Después de su pulverización sobre cultivos, resulta beneficioso para mejorar la dispersibilidad y tasa de disolución del principio activo escasamente soluble en agua, aumentar la adherencia y penetración foliares del principio activo, para mejorar la biodisponibilidad, reducir el uso de pesticida y la contaminación residual.

#### Descripción detallada de la invención

65 [Cuestión técnica que debe resolverse]

El objetivo de la presente invención es proporcionar un método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida.

5 [Plan técnico]

La presente invención se logra mediante el siguiente plan técnico.

10 La presente invención se refiere a un método de preparación de una nanodispersión sólida de pesticida, caracterizado porque se forma dispersando de manera uniforme nanopartículas de pesticida escasamente soluble en agua en tensioactivos y portadores solubles en agua, y tiene la siguiente composición en partes en peso:

|                             |              |
|-----------------------------|--------------|
| pesticida                   | 0,001 - 90 ; |
| tensioactivos               | 0,001 - 50 ; |
| portadores solubles en agua | 5 - 99,9 ;   |

en el que,

15 dicho pesticida es uno o más pesticidas seleccionados de insecticidas, fungicidas, herbicidas o reguladores del crecimiento de las plantas escasamente solubles en agua;

20 el tamaño de partícula promedio de dichas nanopartículas de pesticida es de 1 - 1000 nm, preferiblemente menos de 500 nm, más preferiblemente menos de 100 nm.

La escasa solubilidad en agua de los insecticidas, fungicidas, herbicidas o reguladores del crecimiento de las plantas debe entenderse como que su solubilidad en agua es de menos de o igual a 0,1 g/l.

25 Dicho insecticida debe entenderse como un principio activo para controlar plagas agrícolas que se encuentran en la aplicación de los productos de la presente invención. Tal como se conoce bien, casi todos los insecticidas tendrán un impacto sobre el ecosistema, la mayoría nocivos para los seres humanos, otros se concentrarán en la cadena alimenticia. Por tanto, debe lograrse un equilibrio entre el desarrollo agrícola, el medio ambiente y la salud de los seres humanos.

30 El insecticida puede seleccionarse de piretrinas, carbamatos, compuestos de organofósforo, azufre orgánico, colina orgánica, nereistoxina, neonicotina, fenilureida, abamectina, piridaben, acequinocilo, fenilpirazol, indoxacarb o diafentiuron.

35 El insecticida usado en el método de la invención puede ser uno comercialmente disponible en la actualidad en el mercado.

Dicho fungicida debe entenderse como un agente químico que puede controlar o destruir eficazmente microorganismos que se encuentran en la aplicación de los productos producidos mediante el método de la presente invención, incluyendo bacterias, hongos y algas.

40 Dicho fungicida puede seleccionarse de anilina-piridina, antibióticos, hidrocarburos aromáticos, dinitroanilina, alilamina, benzosulfamida, benzimidazol, bencisotiazol, benzofenona, benzopirimidina, benzotriazina, bencilcarbamato, carbamato, carboxamida, diamida de ácido carboxílico, cloronitrilo, cianoimidazol, ciclopropanocarboxamida, etilaminotiazol-carboxamida, imidazol, hidroxianilida, imidazolidinona, isobenzofuranona, metoxiacrilato, metoxi-carbamato, morfolina, N-fenilcarbamato, oxazolidindiona, fenil-acetamida, fenilamida, fenilpirrol, fenilurea, tiofosfatos, ácido ftalámico, ftalimida, piperazina, piperidina, propionamida, piridina, piridilmetilamida, toluamida, triazinas o triazoles.

50 El fungicida usado en el método de la invención puede ser uno comercialmente disponible en la actualidad en el mercado.

Dicho herbicida debe entenderse como un agente que puede provocar la muerte completa o selectiva de las malas hierbas, para eliminar o inhibir el crecimiento de las plantas.

55 Dicho herbicida puede seleccionarse de herbicidas de amidas, ariloxifenoxi-propionato, ácidos fenoxi-carboxílicos, compuestos de organofósforo, benzamida, benzofurano, ácido benzoico, benzotiadiazona, carbamato, cloroacetamida, ácido piridin-carboxílico, ácido clorocarboxílico, ciclohexanodiona, dinitroanilinas, difenil éter, isoxazol, oxazolidinona, N-fenilo-ftalimida, oxadiazol, oxazolidindiona, oxiacetamida, fenilcarbamato, fenil-piridazina, sulfonaminocarboxil-triazolinona, sulfonil-triazolo-carboxamida, triazolopirimidina, trionas, uracilo o ureas.

60 El herbicida usado en el método de la invención puede ser uno comercialmente disponible en la actualidad en el mercado.

El regulador del crecimiento de las plantas debe entenderse como un agente químico que puede regular el crecimiento y desarrollo de plantas.

- 5 Según la presente invención, dicho regulador del crecimiento de las plantas se selecciona de reguladores del crecimiento de las plantas de hidracida maleica, naftacetato de metilo, 6-bencilaminopurina, brasinolida, aminoetoxivinilglicina o paclbutrazol.

10 El regulador del crecimiento de las plantas usado en el método de la presente invención puede ser uno comercialmente disponible en la actualidad en el mercado.

15 Dicho tensioactivo debe entenderse como una sustancia que puede hacer que la propiedad de superficie de contacto del sistema de disolución cambie significativamente. La molécula de tensioactivo tiene una estructura anfífila en la que un extremo es un grupo hidrófilo y el otro extremo es un grupo hidrófobo. El grupo hidrófilo es habitualmente un grupo polar, tal como carboxilo, grupo sulfónico, amino, hidroxilo, grupo amido y similares. El grupo hidrófobo es habitualmente una cadena de hidrocarburo no polar. Dicho tensioactivo es uno o más tensioactivos seleccionados de tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos o tensioactivos anfóteros.

20 Dicho tensioactivo catiónico puede seleccionarse de sales de amina alifática, sales de etanolamina, sales de polietileno-poliamina o sales de amonio cuaternario.

25 Dicho tensioactivo aniónico puede seleccionarse de dodecilsulfonato de sodio, laurilsulfato de sodio, dodecibencenosulfonato de sodio, sulfonato de éter de colofonia maleica-polioxipropileno-polioxietileno, sales de fosfato de éter de alquilfenol-polioxietileno, sal de fosfato de monododecil éter, sal de fosfato de didodecil éter, fosfato de octil éter, fosfatidatos de polioxietileno de alcohol alifático, carboxilatos de éter de polioxietileno de alcohol alifático, policarboxilatos o lignosulfonatos.

30 Dicho tensioactivo no iónico puede seleccionarse de condensados de formaldehído y éter de alquilfenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de estirilfenol-polioxietileno, éter de poliestireno-fenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de cumenil-fenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de bencilfenol-polioxietileno, aceite de ricino de polioxietileno, polivinilpirrolidona, Tween, oleato de sorbitano, copolímeros de bloque de polioxietileno-polioxipropileno o monooleato de sacarosa.

35 Dicho tensioactivo anfótero puede seleccionarse de dodecilhidroxipropil-sulfobetaína, lauril-betaína, óxido de octadecil-dihidroxietil-amina, octadecil-urea o oleil-biuret.

40 El tensioactivo catiónico, tensioactivo aniónico, tensioactivo no iónico o tensioactivo anfótero usado en el método de la presente invención puede ser uno comercialmente disponible en la actualidad en el mercado.

45 Dicho portador soluble en agua puede seleccionarse de urea, sulfato de sodio, sulfato de magnesio, benzoato de sodio, sacarosa, lactosa, almidón soluble, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa de sodio, hidroxietil-p-ciclodextrina, hidroxipropil-p-ciclodextrina, sulfo-p-ciclodextrina, poli(alcohol vinílico), polietilenglicol, goma xantana, silicato de aluminio y magnesio, goma arábiga, acrilato de sodio o polivinilpirrolidona.

Las formulaciones de dicha nanodispersión sólida de pesticida pueden ser polvos, comprimidos, gránulos o microcápsulas.

50 Dichos polvos, comprimidos, gránulos y microcápsulas pueden prepararse según la composición de la nanodispersión sólida de pesticida descrita en el presente documento usando los métodos convencionales correspondientes.

55 La presente invención se refiere a un método para preparar la nanodispersión sólida de pesticida. El procedimiento de preparación detallado se muestra en la figura 1.

En la presente invención, el término "disolución de nanodispersión" y "nanodispersión sólida" se refiere a la disolución de dispersión o a la dispersión que contiene partículas de pesticida que tienen un diámetro de partícula promedio de menos de 1  $\mu\text{m}$ , preferiblemente menos de 500 nm, más preferiblemente menos de 100 nm.

60 Un método de la presente invención consiste en obtener, en primer lugar, la disolución de dispersión con una concentración adecuada de nanopartículas. En la disolución de dispersión, el pesticida sólido escasamente soluble en agua se dispersa como partículas de tamaño nanométrico en la disolución. Las características de las partículas cargadas con principio activo incluyendo pequeño tamaño y gran área de superficie específica, así como modificación funcional en sus superficies mediante grupos hidrófilos en los componentes adyuvantes, mejoran significativamente la solubilidad, dispersibilidad y estabilidad de principios activos escasamente solubles en agua en la disolución, para garantizar que la nanodispersión sólida mantiene su buena dispersión, suspensión y uniformidad

de concentración de principio activo en el procedimiento de dilución con agua y pulverización.

Para pesticidas con un punto de fusión por debajo de 100°C, el agua puede ser el disolvente para preparar la nanodispersión sólida. Para pesticidas con un punto de fusión por encima de 100°C, puede seleccionarse el mal disolvente de TC para preparar la nanodispersión sólida.

Para pesticidas con un punto de fusión por debajo de 100°C, las etapas de preparación de dicha nanodispersión sólida de pesticida son las siguientes:

10 A. Preparar la disolución de nanodispersión

Calentar de 0,001 a 90 partes en peso del pesticida hasta la temperatura por encima de su punto de fusión pero por debajo de su temperatura de descomposición y desnaturalización. Posteriormente, verter dicho pesticida en el agua y dispersar de manera uniforme dicho pesticida en agua usando una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad o un homogeneizador a alta presión. Después, enfriarlo hasta temperatura ambiente para obtener la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida.

El pesticida se ha descrito anteriormente; no se repite adicionalmente aquí.

20 En esta etapa, mediante un método de dispersión de TC fundido, se dispersa pesticida para dar nanopartículas en su estado líquido. Por un lado, este método puede reducir la dureza del material cuando se somete a cizalladura u homogeneización, reducir el consumo de energía y prevenir el desgaste de equipos; por otro lado, puede mejorar la uniformidad de la dispersión y reducir el tamaño de partícula hasta el máximo grado después de haberse dispersado.

25 La operación de enfriamiento posterior tiene el objetivo de transformar las gotitas de TC dispersadas rápidamente en estado sólido para reducir la viscosidad de la disolución y la interacción entre pesticidas. Puede estabilizar las partículas de pesticida a escala nanométrica en poco tiempo.

30 El tamaño de partícula y la uniformidad de la disolución de dispersión con nanopartículas sólidas de pesticida obtenida en esta etapa tendrán un gran impacto sobre el tamaño de partícula y la solubilidad de la nanodispersión sólida final. Como resultado, el tamaño de partícula y el índice de polidispersidad de la disolución de dispersión de nanopartículas obtenida en esta etapa deben ser lo más pequeños posible.

35 La máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad usada en la presente invención está comercialmente disponible en la actualidad en el mercado, tal como el producto comercializado por ATS con el nombre comercial C25, con una velocidad de cizalladura de 1000-30000 rpm. El homogeneizador a alta presión usado en la presente invención está comercialmente disponible en la actualidad en el mercado, tal como el producto comercializado por ATS con el nombre comercial AH-100D, con una presión de 50-1500 bar. La mezcladora usada en la presente invención está comercialmente disponible en la actualidad en el mercado, tal como el producto comercializado por Guohua Instrument Co. con el nombre comercial 78-2, con una velocidad de 50-5000 rpm.

B. Preparar la nanodispersión sólida

45 Añadir de 0,001 a 50 partes en peso de tensioactivos y de 5 a 99,9 partes en peso de portadores solubles en agua a la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida obtenida en la etapa A, agitar y después eliminar agua mediante calentamiento, evaporación por descompresión, secado a vacío o liofilización, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de pesticida.

50 En esta etapa, se añaden algunos componentes adyuvantes tales como tensioactivos y portadores solubles en agua a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas obtenidas en la etapa A, para recubrir las partículas de principio activo y modificar sus superficies, y después obtener las partículas cargadas con pesticida. Mediante efecto de impedimento estérico o electrostático entre partículas de pesticida, se impide la acumulación, floculación y precipitación de pesticidas, de modo que las partículas de pesticida pueden dispersarse de manera estable en la disolución. Después de eliminarse el disolvente, se convierten las partículas cargadas con pesticida en una nanodispersión sólida estable, al tiempo que se mantiene su diámetro nanométrico, también se mejoran la comodidad y seguridad de almacenamiento y transporte.

60 Puede usarse calentamiento, evaporación por descompresión, secado a vacío o liofilización para eliminar el agua. Por ejemplo, puede usarse un equipo de secado tal como el producto comercializado por Shanghai Yiheng Company con el nombre comercial DHG-9070A para el calentamiento. Puede usarse un aparato tal como el evaporador rotatorio con el nombre comercial EYELA N-2100 para la evaporación por descompresión. Puede usarse un aparato tal como el producto comercializado por Jinghong Co. con el nombre comercial XMTD-8222 para el secado a vacío. Puede usarse un aparato tal como el producto con el nombre comercial EYELA FD-81 para la liofilización.

65 El calentamiento, evaporación por descompresión, secado a vacío o liofilización se lleva a cabo de una manera

convencional según los procedimientos de funcionamiento de las especificaciones de los equipos.

Para pesticidas con un punto de fusión por encima de 100°C, las etapas de preparación de dicha nanodispersión sólida de pesticida son las siguientes:

5

#### A. Preparar la disolución de nanodispersión

Calentar de 0,001 a 90 partes en peso del pesticida hasta la temperatura por encima de su punto de fusión, posteriormente verter dicho pesticida en su mal disolvente, después dispersar dicho pesticida de manera uniforme en el mal disolvente usando una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad o un homogeneizador a alta presión, después enfriarlo hasta temperatura ambiente para obtener la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida.

10

El mal disolvente del pesticida debe entenderse como un disolvente en el que la solubilidad del pesticida es menor del o igual al 5%, tal como n-hexano, octano, monometil éter de etilenglicol, etilenglicol o triamida hexametilfosfórica, todos los cuales son productos comercialmente disponibles en la actualidad en el mercado.

15

Dicha máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad tiene una velocidad de cizalladura de 1000-30000 rpm. Dicho homogeneizador a alta presión tiene una presión de 50-1500 bar. Dicha velocidad de mezclado es de 50-5000 rpm. Los aparatos usados en esta etapa son los descritos anteriormente, no se proporciona más repetición aquí.

20

#### B. Preparar la nanodispersión sólida

Añadir una disolución acuosa que contiene de 0,001 a 50 partes en peso de tensioactivos y de 5 a 99,9 partes en peso de portadores solubles en agua a la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida obtenida en la etapa A, agitar y después eliminar el mal disolvente mediante liofilización, secado por pulverización, centrifugación y destilación, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de pesticida.

25

La liofilización, secado por pulverización, centrifugación y destilación son técnicas convencionales en las técnicas, y los aparatos implicados están comercialmente disponibles en la actualidad en el mercado.

30

Dado que la etapa A y la etapa B de este método de preparación son las mismas que las descritas anteriormente, no se proporciona más repetición aquí.

35

Otro método de preparación de la presente invención consiste en disolver de 0,001 a 90 partes en peso del pesticida en el buen disolvente de dicho pesticida, después añadir de 0,001 a 50 partes en peso de tensioactivos, de 5 a 99,9 partes en peso de portadores solubles en agua y de 0 a 50 partes en peso de agua, mezclar y después dispersar dicho pesticida usando una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad o un homogeneizador a alta presión, seguido por destilación, evaporación por descompresión, secado por pulverización, liofilización o secado para eliminar el disolvente, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de pesticida. La característica de esta preparación es que en primer lugar se disuelve el pesticida en su estado molecular en el buen disolvente, en el siguiente procedimiento de adición de agua o eliminación de disolvente, se reduce la solubilidad del pesticida, haciendo que el pesticida precipite y se recubra mediante tensioactivos y portadores solubles en agua para formar nanopartículas estables.

40

45

El buen disolvente para dicho pesticida debe entenderse como un disolvente en el que la solubilidad de pesticida está por encima del 5%, tal como acetona, acetato de etilo, diclorometano, etanol, metanol, que están comercialmente disponibles en la actualidad en el mercado.

50

En comparación con la microemulsión y la nanosuspensión, la preparación sólida resultante de la presente invención tiene ventajas tales como pocos impactos medioambientales, formulación más estable, acondicionamiento, almacenamiento y transporte más convenientes, así como vida útil más larga. Además, según la presente invención, en primer lugar el TC se somete a cizalladura o se homogeniza en estado fundido en presencia de agua o disolvente para obtener las disoluciones de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida, después se añaden algunos componentes adyuvantes tales como tensioactivos. El pesticida así obtenido tiene un tamaño de partícula más pequeño, mejor uniformidad y mejor efecto de recubrimiento de tensioactivos. Controlando la temperatura de dispersión del pesticida en combinación con procedimientos de cizalladura y homogenización, el método dado a conocer en la presente invención puede controlar el tamaño de partícula de pesticida final a escala nanométrica y mantener una buena dispersibilidad. Este método es adecuado para la mayoría de los pesticidas escasamente solubles en agua, tales como insecticidas, herbicidas, fungicidas y reguladores del crecimiento de las plantas. Además, en comparación con las tecnologías existentes de microemulsión y microemulsión sólida, la nanodispersión sólida de la presente invención contiene menos del 1% de tensioactivos, o incluso menos del 0,1%, y también mantiene una buena dispersibilidad y estabilidad. Un bajo contenido de tensioactivos puede ahorrar costes de manera significativa, reducir los residuos de pesticidas y garantizar la seguridad del grano, alimento y ecología.

55

60

65

Actualmente, las nanoformulaciones de pesticidas se producen generalmente mediante trituración. Este método tiene varios inconvenientes, incluyendo un gran consumo de energía y una distribución de tamaño de partícula irregular. Además, la disolución y el desprendimiento de la perla de trituración y otros problemas también pueden contaminar el sistema y afectar a la calidad final del producto. No hay ninguna necesidad de usar equipos de alta energía tales como una máquina de trituración en el método de preparación de la presente invención. Además, el método de preparación de la presente invención tiene otras ventajas de ser sencillo, fácil de controlar, de calidad de producto estable y buena reproducibilidad, que no solo mejoran la eficiencia de producción, sino que también ahorran costes de producción.

#### 10 [Efectos beneficiosos]

Los efectos beneficiosos de la presente invención incluyen:

15 En comparación con la técnica anterior, el pesticida preparado mediante el método de la presente invención tiene un tamaño de partícula más pequeño, una dispersibilidad más uniforme y un efecto de recubrimiento mejor de tensioactivos. El contenido de tensioactivos en el producto de la presente invención puede ser de menos del 1%, incluso menos del 0,1%, y también puede mantener una buena dispersibilidad y estabilidad. El método de la presente invención puede eliminar el uso del disolvente orgánico y ahorrar significativamente costes de producción. No solo puede reducir el uso de pesticidas mediante la manera de mejorar el uso eficaz, sino que también puede reducir significativamente los residuos del pesticida, disolventes y aditivos nocivos en los productos agrícolas y la contaminación medioambiental, para garantizar la seguridad del grano, alimento y ecología. En el método de preparación de la presente invención, no hay ninguna necesidad de usar equipos de alta energía tales como una máquina de trituración. Además, el método de la presente invención tiene otras ventajas de ser sencillo, fácil de controlar, de calidad de producto estable y buena reproducibilidad, que no solo mejoran la eficiencia de producción, sino que también ahorran costes de producción.

#### **Breve descripción de los dibujos**

30 La figura 1 es un diagrama de flujo de procedimiento de las nanodispersiones sólidas de pesticida de la presente invención.

#### **Ejemplos**

35 La presente invención puede entenderse mejor mediante los siguientes ejemplos.

#### Ejemplo 1: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

#### 40 A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 0,001 partes en peso de insecticida de lambda-cialotrina hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 49,2°C y se vertieron en agua. Y después se dispersó lambda-cialotrina de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 20 min a una velocidad de 10000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de lambda-cialotrina; y

#### 50 B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadieron 0,099 partes en peso de tensioactivo de sal de sodio de ácido dodecanosulfónico y 99,9 partes en peso de urea a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de lambda-cialotrina obtenida en la etapa A. Se agitó la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 1000 rpm y después se calentó a 80°C para eliminar agua usando un equipo de secado comercializado por Shanghai Yiheng Co. con el nombre comercial DHG-9070A, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de lambda-cialotrina.

Se dispersó la nanodispersión sólida de lambda-cialotrina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 65 nm. Su capacidad de suspensión era del 99,2% y el tiempo de humectación era de 25 s.

#### Ejemplo 2: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

#### 65 A. Preparación de una disolución de nanodispersión



5 Se calentaron 10 partes en peso de insecticida de nitenpiram hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 83°C y se vertieron en agua. Después se dispersó nitenpiram de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 20 min a una velocidad de 20000 rpm con una máquina de emulsión a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de nitenpiram; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

10 Se añadieron 50 partes en peso de tensioactivo aniónico de sales de fosfato de monododecil éter y 40 partes en peso de portador soluble en agua de sulfato de sodio a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de nitenpiram obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 1800 rpm y después se evaporó a vacío para eliminar el agua en un baño de agua a 40°C y presión de vacío de 10 mbar usando un equipo de evaporación rotatorio comercializado por BUCHI con el nombre comercial R-210, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de nitenpiram.

15 Se dispersó la nanodispersión sólida de nitenpiram preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 45 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 35 s.

Ejemplo 3: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

25 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

30 Se calentaron 30 partes en peso de insecticida de spinosad hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 84°C y se vertieron en agua. Después se dispersó spinosad de manera uniforme en agua mediante homogeneización durante 20 min a una presión de 600 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de spinosad; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

35 Se añadieron 0,03 partes en peso de tensioactivo aniónico de fosfato de octil éter y 69,97 partes en peso de portador soluble en agua de sulfato de magnesio a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de spinosad obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 1200 rpm, después se secó a vacío para eliminar agua a 40°C usando un aparato comercializado por Jinghong Co. con el nombre comercial XMTD-822, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de spinosad.

40 Se dispersó la nanodispersión sólida de spinosad preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 210 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 40 s.

Ejemplo 4: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

50 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

55 Se calentaron 25 partes en peso de herbicida de trifluralina hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 49°C y se vertieron en agua. Después se dispersó trifluralina de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 12 min a una velocidad de cizalladura de 6000 rpm con una máquina de emulsión a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de trifluralina; y

60 B. Preparación de nanodispersión sólida

65 Se añadieron 17 partes en peso de tensioactivo no iónico de éter de poliestireno-fenol-polioxi-etileno y 58 partes en peso de portador soluble en agua de urea a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de trifluralina obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 5000 rpm y después se liofilizó en la condición de 10 Pa para eliminar agua usando un equipo comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de trifluralina.

Se dispersó la nanodispersión sólida de trifluralina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 256 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 47 s.

Ejemplo 5: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 18 partes en peso de fungicida de clorhidrato de propamocarb hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 55°C y se vertieron en agua. Después se dispersó clorhidrato de propamocarb de manera uniforme en agua mediante homogeneización durante 10 min a una presión de 800 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de clorhidrato de propamocarb; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadieron 12 partes en peso de tensioactivo no iónico de condensado de formaldehído y éter de cumenil-fenol-polioxi-etileno, 64 partes en peso de la mezcla de urea y sulfato de sodio (razón en peso de 1:1) y 6 partes en peso de la mezcla de polietilenglicol y goma xantana (razón en peso de 1:2) a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de clorhidrato de propamocarb obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 1000 rpm y después se calentó a 60°C para eliminar agua usando un equipo de secado comercializado por Shanghai Yiheng Co. con el nombre comercial DHG-9070A, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de clorhidrato de propamocarb.

Se dispersó la nanodispersión sólida de clorhidrato de propamocarb preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 324 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 42 s.

Ejemplo 6: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 5,9 partes en peso de fungicida de triflumizol hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 63,5°C y se vertieron en agua. Después se dispersó triflumizol de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 18 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm con una máquina de emulsión por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de triflumizol; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadieron 0,001 partes en peso de tensioactivo no iónico de condensado de formaldehído y éter de bencilfenol-polioxi-etilenos, portadores solubles en agua como 70 partes en peso de la mezcla de sulfato de sodio y sulfato de magnesio (razón en peso de 2:3) y 24,099 partes en peso de la mezcla de polietilenglicol y silicato de aluminio y magnesio (razón en peso de 3:1) a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de triflumizol obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 3000 rpm y después se evaporó a vacío en un baño de agua de 35°C y a una presión de 12 mbar para eliminar agua usando un aparato comercializado por BUCHI Co. con el nombre comercial R-210, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de triflumizol.

Se dispersó la nanodispersión sólida de triflumizol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 67 nm. Su capacidad de suspensión era del 99,4% y el tiempo de humectación era de 31 s.

Ejemplo 7: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

5 Se calentaron 90,0 partes en peso de herbicida de alaclor hasta aproximadamente 10°C por encima de su punto de fusión de 41,5°C y se vertieron en agua. Después se dispersó alaclor de manera uniforme en agua mediante homogeneización durante 12 min a una presión de 800 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de alaclor; y

10 B. Preparación de nanodispersión sólida

15 Se añadieron 5,0 partes en peso de tensioactivo anfótero de dodecilhidroxipropil-sulfobetaina y 5,0 partes en peso de portador soluble en agua de urea a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de alaclor obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 2000 rpm, después se secó a vacío para eliminar agua a 40°C usando un aparato comercializado por Jinghong Co. con el nombre comercial XMTD-822, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de alaclor.

20 Se dispersó la nanodispersión sólida de alaclor preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 263 nm. Su capacidad de suspensión era del 98,7% y el tiempo de humectación era de 37 s.

Ejemplo 8: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

25 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

30 Se calentaron 20,0 partes en peso de regulador del crecimiento de las plantas de n-triacontanol hasta aproximadamente 5°C por encima de su punto de fusión de 87°C y se vertieron en agua. Después se dispersó n-triacontanol de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 15 min a una velocidad de cizalladura de 18000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de n-triacontanol; y

35

B. Preparación de nanodispersión sólida

40 Se añadieron 8,0 partes en peso de lauril-betaína y 72 partes en peso de portador soluble en agua de sulfato de sodio a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de n-triacontanol obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 2600 rpm y después se liofilizó en la condición de 10 Pa para eliminar agua usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de n-triacontanol.

45 Se dispersó la nanodispersión sólida de n-triacontanol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 430 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 42 s.

Ejemplo 9: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

50

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

55 Se calentaron 0,001 partes en peso de insecticida de deltametrina hasta aproximadamente 5°C por encima de su punto de fusión de 101°C y se vertieron en disolvente de etilenglicol. Después se dispersó deltametrina de manera uniforme en etilenglicol mediante cizalladura durante 18 min a una velocidad de cizalladura de 25000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de deltametrina; y

60

B. Preparación de nanodispersión sólida

65 Se añadieron 50,0 partes en peso de tensioactivo aniónico de sal de fosfato de didodecil éter y 49,999 partes en peso de disolución acuosa de sacarosa a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de deltametrina obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 1100 rpm y después se

liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el disolvente usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de deltametrina.

5 Se dispersó la nanodispersión sólida de deltametrina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 85 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 42 s.

10 Ejemplo 10: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

15 Se calentaron 29,0 partes en peso de insecticida de buprofezina hasta su punto de fusión de 105°C y se vertieron en dimetilformamida. Después se dispersó buprofezina de manera uniforme en dimetilformamida mediante cizalladura durante 14 min a una velocidad de cizalladura de 16000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de buprofezina; y

20 B. Preparación de nanodispersión sólida

25 Se añadió una disolución acuosa que contenía 10 partes en peso de tensioactivo aniónico de fosfato de octil éter, 10 partes en peso de tensioactivo anfótero de óxido de octadecil-dihidroxi-*etil*-amina y 51 partes en peso de portador soluble en agua de lactosa a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de buprofezina obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 2200 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el disolvente usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de buprofezina.

30 Se dispersó la nanodispersión sólida de buprofezina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 342 nm. Su capacidad de suspensión era del 97,5% y el tiempo de humectación era de 48 s.

35 Ejemplo 11: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

40 A. Preparación de una disolución de nanodispersión

45 Se calentaron 90,0 partes en peso de fungicida de bitertanol hasta aproximadamente 5°C por encima de su punto de fusión de 125°C y se vertieron en dimetilformamida. Después se dispersó bitertanol de manera uniforme en dimetilformamida mediante homogeneización durante 18 min a una presión de 800 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de bitertanol; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

50 Se añadió una disolución acuosa que contenía 0,001 partes en peso de tensioactivo aniónico de fosfatidatos de polioxietileno de alcohol alifático y 9,999 partes en peso de portador soluble en agua de hidroxipropilmetilcelulosa a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de bitertanol obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 2200 rpm y después se secó a vacío para eliminar el disolvente a 40°C usando un aparato comercializado por Jinghong Co. con el nombre comercial XMTD-822, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de bitertanol.

55 Se dispersó la nanodispersión sólida de bitertanol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 560 nm. Su capacidad de suspensión era del 96,5% y el tiempo de humectación era de 50 s.

60 Ejemplo 12: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

65 A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 50,0 partes en peso de fungicida de simeconazol hasta aproximadamente 5°C por encima de su punto de fusión 118,5°C y se vertieron en etilenglicol. Después se dispersó simeconazol de manera uniforme en etilenglicol mediante cizalladura durante 14 min a una velocidad de cizalladura de 16000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de simeconazol; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadió una disolución acuosa que contenía 45,0 partes en peso de tensioactivo no iónico de polivinilpirrolidona y 5,0 partes en peso de portador soluble en agua de hidroxietilcelulosa a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de simeconazol obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 3500 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el disolvente usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de simeconazol.

Se dispersó la nanodispersión sólida de simeconazol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 350 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 33 s.

Ejemplo 13: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 0,05 partes en peso de herbicida de pirazosulfuron-etilo hasta su punto de fusión de 178°C y se vertieron en etilenglicol. Después se dispersó pirazosulfuron-etilo de manera uniforme en etilenglicol mediante homogeneización durante 10 min a una presión de 1200 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de pirazosulfuron-etilo; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadió una disolución acuosa que contenía 0,05 partes en peso de tensioactivo no iónico de Tween 80, 49,9 partes en peso de carboximetilcelulosa de sodio y 50 partes en peso de la mezcla de polietilenglicol y goma xantana (razón en peso de 1:2) a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de pirazosulfuron-etilo obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 3200 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el disolvente usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de pirazosulfuron-etilo.

Se dispersó la nanodispersión sólida de pirazosulfuron-etilo preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 482 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 35 s.

Ejemplo 14: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 17,0 partes en peso de regulador del crecimiento de las plantas de daminozida hasta aproximadamente 5°C por encima de su punto de fusión de 157°C y se vertieron en etilenglicol. Después se dispersó daminozida de manera uniforme en etilenglicol mediante cizalladura durante 15 min a una velocidad de cizalladura de 15000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfrió hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de daminozida; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadió una disolución acuosa que contenía 8,0 partes en peso de tensioactivo no iónico de oleato de sorbitano, 70 partes en peso de hidroxietil-β-ciclodextrina y 5 partes en peso de la mezcla de polietilenglicol y silicato de aluminio y magnesio (razón en peso de 3:1) a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de daminozida obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 1800 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el disolvente usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre

comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de daminozida.

5 Se dispersó la nanodispersión sólida de daminozida preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 490 nm. Su capacidad de suspensión era del 98,5% y el tiempo de humectación era de 40 s.

Ejemplo 15: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

10 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

15 Se disolvieron 25 partes en peso de insecticida de avermectina en acetona. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de 25 partes en peso de tensioactivo aniónico de carboxilato de éter de polioxietileno de alcohol alifático y 50 partes en peso de portador soluble en agua de lactosa a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida y después se sometió a cizalladura durante 12 min a una velocidad de cizalladura de 18000 rpm con una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, después se eliminó el disolvente a 45°C usando un equipo de evaporación rotatorio comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial N-2100, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de avermectina.

20 Se dispersó la nanodispersión sólida de avermectina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 95 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 25 s.

25 Ejemplo 16: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

30 Se disolvieron 45 partes en peso de insecticida de benzoato de emamectina en acetato de etilo. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de tensioactivos aniónicos de 25 partes en peso de sulfonato de éter de colofonia maleica-polioxipropileno-polioxietileno, 15 partes en peso de dodecylbencenosulfonato de sodio y 15 partes en peso de portador soluble en agua de urea a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida y después se homogeneizó durante 12 min a una presión de 800 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D y después se eliminó el disolvente en la condición de una temperatura de entrada de 45°C, temperatura de salida de 95°C, presión de pulverización de 20 kPa y velocidad de entrada de 0,09 l/h usando un equipo de secado por pulverización comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial SD-1000, obteniendo por tanto la nanodispersión sólida de benzoato de emamectina.

40 Se dispersó la nanodispersión sólida de benzoato de emamectina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 87 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 23 s.

45 Ejemplo 17: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

50 Se disolvieron 90,0 partes en peso de fungicida de procloraz en cloroformo. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de tensioactivo aniónico de 3,5 partes en peso de sal de fosfato de didodecil éter, 1,5 partes en peso de dodecylbencenosulfonato de sodio y 5,0 partes en peso de portador soluble en agua de sacarosa a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida y después se sometió a cizalladura durante 18 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm con una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, después se eliminó el disolvente a 30°C usando un equipo de evaporación rotatorio comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial N-2100, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de procloraz.

60 Se dispersó la nanodispersión sólida de procloraz preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 550 nm. Su capacidad de suspensión era del 97,5% y el tiempo de humectación era de 42 s.

Ejemplo 18: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

65 Se disolvieron 0,05 partes en peso de fungicida de tfluzamida en cloroformo. Posteriormente, se añadieron 0,05

partes en peso de tensioactivo anfótero de oleil-biuret y 99,9 partes en peso de la mezcla de urea y sulfato de sodio (razón en peso de 3:1) a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida a una velocidad de rotación de 4200 rpm y después se eliminó el disolvente a 30°C usando un equipo de evaporación rotatorio comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial N-2100, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de tifulzamida.

5 Se dispersó la nanodispersión sólida de tifulzamida preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 620 nm. Su capacidad de suspensión era del 97% y el tiempo de humectación era de 48 s.

10 Ejemplo 19: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

15 Se disolvieron 65 partes en peso de herbicida de diclofop-metilo en acetona. Posteriormente, se añadieron 11,0 partes en peso de tensioactivo anfótero de óxido de octadecil-dihidroxietil-amina, 12,0 partes en peso de sulfato de magnesio y 12,0 partes en peso de silicato de aluminio y magnesio a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida a una velocidad de rotación de 5000 rpm y después se liofilizó para eliminar el disolvente en la condición de 10 Pa usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de diclofop-metilo.

20 Se dispersó la nanodispersión sólida de diclofop-metilo preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 190 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 38 s.

25 Ejemplo 20: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

30 Se disolvieron 20 partes en peso de herbicida de amidosulfuron en metanol. Posteriormente, se añadieron 50 partes en peso de tensioactivo anfótero de oleil-biuret, 25 partes en peso de la mezcla de urea y sulfato de sodio (razón en peso de 3:1) y 5 partes en peso de disolución acuosa de la mezcla de polietilenglicol y silicato de aluminio y magnesio (razón en peso 3:5) a la disolución resultante. Se sometió la mezcla así obtenida a cizalladura durante 8 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm usando una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25 y después se liofilizó para eliminar el disolvente en la condición de 10 Pa usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de amidosulfuron.

35 Se dispersó la nanodispersión sólida de amidosulfuron preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 220 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 33 s.

40 Ejemplo 21: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

45 Se disolvieron 0,001 partes en peso de regulador del crecimiento de las plantas de bencilaminopurina en metanol. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de 25 partes en peso de tensioactivo no iónico de Cremophor EL, 25 partes en peso de tensioactivos anfóteros de lauril-betaína, 30 partes en peso de la mezcla de urea y sacarosa (razón en peso 1:1) y 19,999 partes en peso de portador soluble en agua de polietilenglicol a la disolución resultante. Se mezcló bien la mezcla así obtenida a una velocidad de rotación de 4200 rpm y después se eliminó el disolvente en la condición de una temperatura de entrada de 120°C, temperatura de salida de 95°C, presión de pulverización de 20 kPa y velocidad de entrada de 0,1 l/h usando un equipo de secado por pulverización comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial SD-1000, obteniendo por tanto la nanodispersión sólida de bencilaminopurina.

50 Se dispersó la nanodispersión sólida de bencilaminopurina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 85 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 22 s.

55 Ejemplo 22: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

60 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

65 Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

Se disolvieron 42,0 partes en peso de regulador del crecimiento de las plantas de piripropanol en cloroformo. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de 0,001 partes en peso de tensioactivo aniónico de carboxilato de éter de polioxitileno de alcohol alifático, 57,999 partes en peso de portador soluble en agua de sacarosa a la disolución resultante. Se sometió la mezcla así obtenida a cizalladura durante 15 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm con una máquina de emulsión por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de piripropanol.

Se dispersó la nanodispersión sólida de piripropanol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 250 nm. Su capacidad de suspensión era del 98% y el tiempo de humectación era de 32 s.

#### Ejemplo 23: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

##### A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 10 partes en peso de insecticida de lambda-cialotrina y 5 partes en peso de insecticida de spinosad hasta 90°C y se vertieron en agua. Después se dispersaron lambda-cialotrina y spinosad de manera uniforme en agua mediante cizalladura durante 20 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm con una máquina de emulsión por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfriaron hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión que contenía las nanopartículas sólidas de insecticidas anteriores; y

##### B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadieron 15,0 partes en peso de ácido dodecanosulfónico de sodio, 15,0 partes en peso de tensioactivo aniónico de policarboxilato y 45 partes en peso de urea a la disolución de dispersión obtenida en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 1000 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa para eliminar el agua usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de lambda-cialotrina-spinosad.

Se dispersó la nanodispersión sólida de lambda-cialotrina-spinosad preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 175 nm. Su capacidad de suspensión era del 99% y el tiempo de humectación era de 35 s.

#### Ejemplo 24: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

##### A. Preparación de una disolución de nanodispersión

Se calentaron 30 partes en peso de insecticida de spinosad y 30 partes en peso de herbicida de trifluralina hasta 90°C y se vertieron en agua. Después se dispersaron spinosad y trifluralina de manera uniforme en agua mediante homogeneización durante 20 min a una presión de 1200 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfriaron hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión de nanopartículas sólidas de spinosad y trifluralina; y

##### B. Preparación de nanodispersión sólida

Se añadieron 10,0 partes en peso de ácido dodecanosulfónico de sodio, 5,0 partes en peso de tensioactivo aniónico de policarboxilato y 22 partes en peso de portador soluble en agua de urea a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla a una velocidad de rotación de 1200 rpm, después se eliminó el agua en la condición de una temperatura de entrada de 120°C, temperatura de salida de 95°C, presión de pulverización de 20 kPa y velocidad de entrada de 0,1 l/h usando un equipo de secado por pulverización comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial SD-1000, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de spinosad-trifluralina.

Se dispersó la nanodispersión sólida de spinosad-trifluralina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 320 nm. Su capacidad de suspensión era del 98,7% y el tiempo de humectación era de 43 s.

#### Ejemplo 25: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención



Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

5 Se calentaron 6 partes en peso de fungicida de clorhidrato de propamocarb y 24 partes en peso de herbicida de alaclor hasta 65°C y se vertieron en agua. Se dispersaron dichos clorhidrato de propamocarb y alaclor de manera uniforme en agua mediante homogeneización durante 20 min a una presión de 1000 bar con un homogeneizador a alta presión comercializado por ATS Co. con el nombre comercial AH-100D, posteriormente se enfriaron hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión que contenía las nanopartículas sólidas de fungicida y herbicida anteriores; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

15 Se añadieron 12,0 partes en peso de tensioactivo aniónico de ácido dodecanosulfónico de sodio, 8,0 partes en peso de tensioactivo no iónico de condensado de formaldehído y éter de cumenil-fenol-polioxietileno y 50 partes en peso de la mezcla de urea y sulfato de sodio (razón en peso de 1:1) a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 1000 rpm y después se liofilizó en la condición de 5 Pa con un aparato de liofilización comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, preparando por tanto dicha nanodispersión sólida de clorhidrato de propamocarb-alaclor.

20 Se dispersó la nanodispersión sólida de clorhidrato de propamocarb-alaclor preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 255 nm. Su capacidad de suspensión era del 98,2% y el tiempo de humectación era de 29 s.

Ejemplo 26: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

A. Preparación de una disolución de nanodispersión

30 Se calentaron 27,0 partes en peso de insecticida de deltametrina y 20 partes en peso de fungicida de simeconazol hasta 120°C y se vertieron en octano. Después se dispersaron deltametrina y simeconazol de manera uniforme en octano mediante cizalladura durante 15 min a una velocidad de cizalladura de 15000 rpm con una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25, posteriormente se enfriaron hasta temperatura ambiente, obteniendo por tanto una disolución de dispersión que contenía las nanopartículas sólidas de insecticida y fungicida anteriores; y

B. Preparación de nanodispersión sólida

40 Se añadieron 13,0 partes en peso de tensioactivo anfótero de óxido de octadecil-dihidroxietil-amina, 32 partes en peso de sulfato de magnesio y 8 partes en peso de portadores solubles en agua de silicato de aluminio y magnesio a la disolución de dispersión de nanopartículas sólidas obtenidas en la etapa A. Se agitó bien la mezcla resultante a una velocidad de rotación de 4000 rpm y después se destiló para eliminar el disolvente en la condición de 150°C con un equipo de destilación comercializado por Kaifeng Hongxing Co. con el nombre comercial S212, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de deltametrina-simeconazol.

45 Se dispersó la nanodispersión sólida de deltametrina-simeconazol preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 172 nm. Su capacidad de suspensión era del 98,5% y el tiempo de humectación era de 34 s.

Ejemplo 27: preparación de la nanodispersión sólida de pesticida de la presente invención

Los procedimientos del ejemplo son los siguientes:

55 Se disolvieron 18 partes en peso de insecticida de lambda-cialotrina y 18 partes en peso de insecticida de avermectina en acetona. Posteriormente, se añadió una disolución acuosa de 15 partes en peso de tensioactivo aniónico de sulfonato de éter de colofonia maleica-polioxipropileno-polioxietileno, 15 partes en peso de tensioactivo no iónico de condensado de formaldehído y éter de cumenil-fenol-polioxietileno y 34 partes en peso de portador soluble en agua de sacarosa a la disolución resultante. Se sometió la mezcla así obtenida a cizalladura durante 15 min a una velocidad de cizalladura de 10000 rpm usando una máquina de emulsionado por cizalladura a alta velocidad comercializada por ATS Co. con el nombre comercial C25 y después se liofilizó para eliminar el disolvente en la condición de 5 Pa usando un aparato comercializado por EYELA Co. con el nombre comercial FD-81, obteniendo por tanto una nanodispersión sólida de lambda-cialotrina-avermectina.

## ES 2 781 674 T3

Se dispersó la nanodispersión sólida de lambda-cialotrina-avermectina preparada en este ejemplo en agua destilada. Se midió usando un analizador de granularidad por láser comercializado por Malvern Co. con el nombre comercial Nano ZS90 y su tamaño de partícula promedio era de 67 nm. Su capacidad de suspensión era del 99,5% y el tiempo de humectación era de 21 s.

## REIVINDICACIONES

1. Método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida caracterizado porque se forma dispersando de manera uniforme nanopartículas de pesticida escasamente soluble en agua en tensioactivos y portadores solubles en agua, y tiene la siguiente composición en partes en peso:

|                             |             |
|-----------------------------|-------------|
| pesticida                   | 0,001 - 90; |
| tensioactivos               | 0,001 - 50; |
| portadores solubles en agua | 5 - 99,9;   |

en el que:

10 dicho pesticida es uno o más pesticidas seleccionados de insecticidas, fungicidas, herbicidas o reguladores del crecimiento de las plantas escasamente solubles en agua con una solubilidad en agua de menos de o igual a 0,1 g/l;

el tamaño de partícula promedio de dichas nanopartículas de pesticida es de 1 - 1000 nm;

15 que comprende las siguientes etapas:

A. preparar la disolución de nanodispersión

20 calentar de 0,001 a 90 partes en peso del pesticida hasta la temperatura por encima de su punto de fusión pero por debajo de su temperatura de descomposición y desnaturalización, posteriormente verter dicho pesticida en el agua, después dispersar dicho pesticida de manera uniforme en agua usando una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad o un homogeneizador a alta presión, posteriormente enfriarlo hasta temperatura ambiente para obtener la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida; y

25 B. preparar la nanodispersión sólida

añadir de 0,001 a 50 partes en peso de tensioactivos y de 5 a 99,9 partes en peso de portadores solubles en agua a la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida obtenida en la etapa A, agitar y después eliminar agua mediante calentamiento, evaporación por descompresión, secado a vacío o liofilización, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de pesticida;

o

A. preparar la disolución de nanodispersión

35 calentar de 0,001 a 90 partes en peso del pesticida hasta la temperatura por encima de su punto de fusión, posteriormente verterlo en un mal disolvente de dicho pesticida en el que la solubilidad del pesticida es menor del o igual al 5%, después dispersar dicho pesticida de manera uniforme en el mal disolvente usando una máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad o un homogeneizador a alta presión, posteriormente enfriarlo hasta temperatura ambiente para obtener la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida; y

B. preparar la nanodispersión sólida

45 añadir de 0,001 a 50 partes en peso de tensioactivos y de 5 a 99,9 partes en peso de portadores solubles en agua a la disolución de dispersión de las nanopartículas sólidas de pesticida obtenida en la etapa A, agitar y después eliminar el mal disolvente y agua mediante liofilización, secado por pulverización, centrifugación o destilación, obteniendo por tanto dicha nanodispersión sólida de pesticida.

2. Método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida según la reivindicación 1, caracterizado porque:

dicho insecticida se selecciona de piretrinas, carbamatos, compuestos de organofósforo, sulfuros orgánicos, colinas orgánicas, nereistoxina, neonicotinas, fenilureida, abamectina, piridaben, acequinocilo, fenilpirazol, indoxacarb o diafentiuron,

dicho fungicida se selecciona de anilina-piridina, antibióticos, hidrocarburos aromáticos, dinitroanilina, alilamina, benzosulfamida, benzimidazol, bencisotiazol, benzofenona, benzopirimidina, benzotriazina, bencilcarbamato,

carbamato, carboxamida, diamida de ácido carboxílico, cloronitrilo, cianoimidazol, ciclopropanocarboxamida, etilaminotiazol-carboxamida, imidazol, hidroxianilida, imidazolidinona, isobenzofuranona, metoxiacrilato, metoxi-carbamato, morfolina, N-fenilcarbamato, oxazolidindiona, fenil-acetamida, fenilamida, fenilpirrol, fenilurea, tiofosfatos, ácido ftalámico, ftalimida, piperazina, piperidina, propionamida, piridina, piridilmetil-amida, toluamida, triazinas o triazoles;

- 5 dicho herbicida se selecciona de amidas, ariloxifenoxi-propionatos, ácidos fenoxi-carboxílicos, compuestos de organofósforo, benzamida, benzofurano, ácido benzoico, benzotiadiazinona, carbamato, cloroacetamida, ácido piridin-carboxílico, ácido clorocarboxílico, ciclohexanodiona, dinitroanilinas, difenil éter, isoxazol, oxazolidinona, N-fenilo-ftalimida, oxadiazol, oxazolidindiona, oxiacetamida, fenilcarbamato, fenil-piridazina, sulfonaminocarboxil-triazolinona, sulfonil-triazolo-carboxamida, triazolopirimidina, trionas, uracilo o ureas;
- 10 dicho regulador del crecimiento de las plantas se selecciona de hidracida maleica, naftacetato de metilo, 6-bencilaminopurina, brasinólida, aminoetoxivinilglicina o paclobutrazol.
3. Método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho tensioactivo es uno o más tensioactivos seleccionados de tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos o tensioactivos anfóteros;
- 15 dicho tensioactivo catiónico se selecciona de sales de amina alifática, sales de etanolamina, sales de polietileno-poliamina o sales de amonio cuaternario;
- 20 dicho tensioactivo aniónico se selecciona de dodecilsulfonato de sodio, laurilsulfato de sodio, dodecylbencenosulfonato de sodio, sulfonato de éter de colofonia maleica-polioxipropileno-polioxietileno, sales de fosfato de éter de alquilfenol-polioxietileno, sal de fosfato de monododecil éter, sal de fosfato de didodecil éter, fosfato de octil éter, fosfatidatos de polioxietileno de alcohol alifático, carboxilatos de éter de polioxietileno de alcohol alifático, policarboxilatos o lignosulfonatos;
- 25 dicho tensioactivo no iónico se selecciona de condensados de formaldehído y éter de alquilfenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de estirilfenol-polioxietileno, éter de poliestireno-fenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de cumenil-fenol-polioxietileno, condensado de formaldehído y éter de bencilfenol-polioxietileno, aceite de ricino de polioxietileno, polivinilpirrolidona, Tween, oleato de sorbitano, copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno o monooleato de sacarosa;
- 30 dicho tensioactivo anfótero se selecciona de dodecilhidroxipropil-sulfobetaína, lauril-betaína, óxido de octadecil-dihidroxietil-amina, octadecil-urea o oleil-biuret.
4. Método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho portador soluble en agua se selecciona de urea, sulfato de sodio, sulfato de magnesio, benzoato de sodio, sacarosa, lactosa, almidón soluble, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa de sodio, hidroxietil-p-ciclodextrina, hidroxipropil-p-ciclodextrina, sulfo-p-ciclodextrina, poli(alcohol vinílico), polietilenglicol, goma xantana, silicato de aluminio y magnesio, goma arábica, acrilato de sodio o polivinilpirrolidona.
- 40 5. Método de preparación para una nanodispersión sólida de pesticida según la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad de cizalladura de dicha máquina de emulsiónado por cizalladura a alta velocidad es de 1000 - 30000 rpm, la presión de dicho homogeneizador a alta presión es de 50 - 1500 bar y dicha velocidad de agitación es de 50 - 5000 rpm.

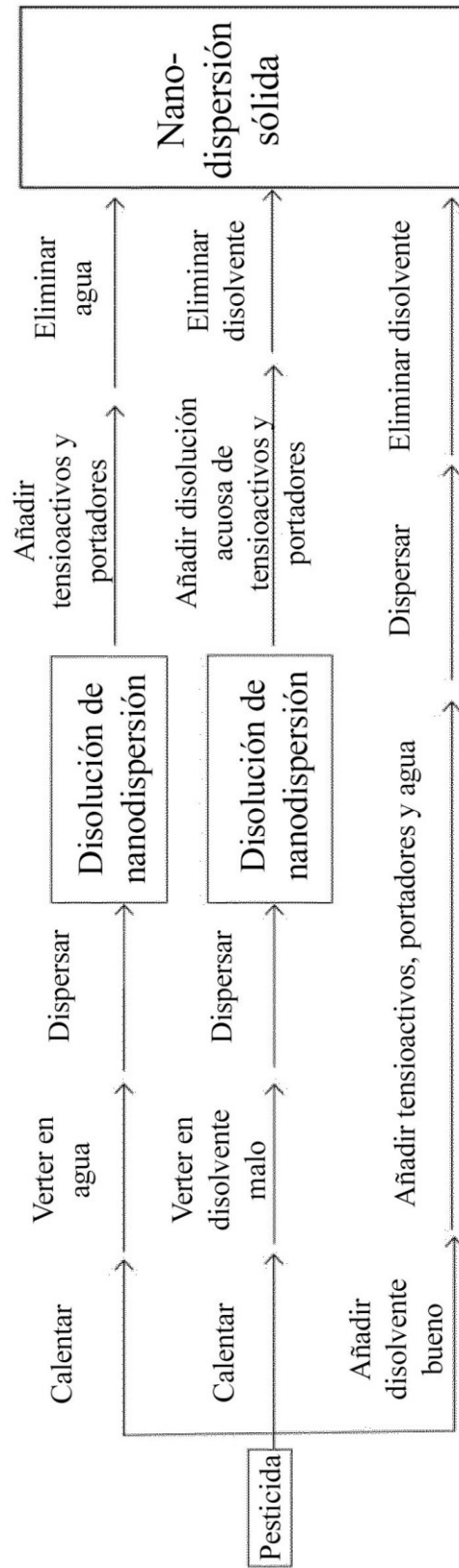


FIG. 1