República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) **PI 0619631-4 B1**

BRPI0619631B1

(22) Data do Depósito: 21/11/2006

(45) Data de Concessão: 05/01/2016

(RPI 2348)

(54) Título: MICROCÁPSULA DE PESTICIDA E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DA MESMA

(51) Int.Cl.: A01N 25/02; A01N 25/28; A01N 31/04; A01N 43/36; A01N 43/40; B01J 13/16

(30) Prioridade Unionista: 12/12/2005 JP 2005-357296

(73) Titular(es): SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED

(72) Inventor(es): TOSHIYUKI TANEDANI

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"MICROCÁPSULA DE PESTICIDA E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DA MESMA".**

Campo Técnico

A presente invenção refere-se a microcápsulas de compostos pesticidas.

Técnica Anterior

Convencionalmente, formulações em microcápsulas são conhecidas como formulações de liberação sustentada de compostos pesticidas. São conhecidos diversos métodos como técnicas de microencapsulação de compostos pesticidas. Um método de polimerização interfacial é usado favoravelmente porque é fácil controlar a espessura do filme de revestimento das microcápsulas e por conseguinte fica fácil ajustar o desempenho de liberação sustentada dos compostos pesticidas de forma apropriada. A microencapsulação pelo método de polimerização interfacial está descrita, por exemplo nas Patentes Japonesas Abertas à Inspeção Pública N^{os} 5-201814 e 8-99805.

Normalmente, no caso em que um composto pesticida insolúvel em água pode ser dissolvido em um solvente orgânico insolúvel em água, é possível obter microcápsulas dispersando-se uma solução do composto pesticida no solvente orgânico para formar gotículas líquidas em água e formar um filme de revestimento de uma resina por polimerização nas interfaces entre as gotículas líquidas e a água. No caso de um composto pesticida altamente solúvel em água, no entanto, é difícil fazer com que o composto pesticida fique suficientemente contido em microcápsulas por este método de polimerização interfacial ou por polimerização in situ porque o composto pesticida se dissolve em água de forma desfavorável.

Descrição da Invenção

A presente invenção fornece um método para a produção de uma microcápsula contendo um composto pesticida e uma microcápsula que pode ser aplicada até mesmo a compostos pesticidas altamente solúveis em água.

A presente invenção fornece uma microcápsula na qual uma go-

tícula líquida onde um composto pesticida sólido está suspendido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos é revestida com uma resina, e um método para produzir uma microcápsula incluindo (a) pulverizar um composto pesticida sólido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos para formar uma suspensão, (b) misturar a suspensão resultante e água para preparar uma gotícula líquida, e (c) formar um filme de revestimento de uma resina em volta da gotícula líquida.

O composto pesticida sólido na presente invenção é um composto pesticidamente ativo que geralmente tem um ponto de fusão de 15°C ou mais, e de preferência tem um ponto de fusão de 50°C ou mais. Preferido é um composto com uma solubilidade para qualquer um de terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel e acetato de dihidroterpinel de 5% ou menos.

Exemplos de compostos pesticidas sólidos que podem ser usados para a presente invenção incluem compostos inseticidas, compostos fungicidas, compostos herbicidas, compostos reguladores do crescimento de insetos, compostos reguladores do crescimento de plantas, e compostos repelentes de insetos. Exemplos específicos são os compostos mostrados abaixo.

Exemplos do composto inseticida incluem compostos à base de carbamato tais como propoxur, isoprocarb, xililcarb, metolcarb, XMC, carbaril, pirimicarb, carboturano, metomil, fenoxicarb, alanicarb e metoxadiazona; compostos à base de organofósforo tais como acefato, fentoato, vamidotion, trichlorfon, monocrotophos, tetrachlorvinphos, dimethylvinphos, fosalona, chlorpyrifos, chlorpyrifos-metil, pyridafenthion, quinalphos, methidathion, methamidophos, dimetoato, formothion, azinphos-etil, azinphos-metil e salithion; compostos neonicotinóides tais como imidacloprid, nitenpyram, acetamiprid, clothianidin e thiamethoxam; 4-cloro-2-(2-cloro-2-metilpropil)-5-(6-iodo-3-piridilmetóxi)piridazin-3(2H)-ona, cartap, buprofezina, thiocyclam, bensultap, phenoxycarb, fenazaquin, fempiroximato, pyridaben, hydramethylnon, thiodicarb, chlorfenapyr, fenproximato, pimetrozina, pyrimidifen, tebufenozida, te-

bufenpyrad, triazamato, indoxacarb, sulfluramid, milbernectina, avermectina e p-diclorobenzeno.

Exemplos do composto fungicida incluem compostos à base de benzimidazol tais como benomyl, carbendazim, tiabendazol e tiofanato-metil; compostos à base de fenil carbamato tais como diethofencarb; compostos à base de dicarboximida tais como procimidona, iprodiona e vinclozolina, compostos à base de azol tais como diniconazol, probenazol, epoxiconazol, tebuconazol, difenoconazol, ciproconazol, flusilazol e triadimefon; compostos à base de acilalanina tais como metalaxil; compostos à base de carboxamida tais como furametpyr, mepronil, flutolanil e trifluzamida; compostos à base de organofósforo tais como triclofos-metil, fosetyl-alumínio e pyrazophos; compostos à base de anilinopirimidina tais como pyrimethanil, mepanipyrim e cyprodinil; compostos à base de cianopirrol tais como fludioxonil e fenpiclonil; chlorothalonil, mancozeb, captan, folpet, triciclazol, pyroquilon, probenazol, ftalida, cymoxanil, dimethomorph, famoxadona, ácido oxolínico e seus sais, fluazinam, ferimzona, diclocymet, clobentiazona, isovalediona, tetrachloroisophth alonitrila, tioftalimidesoxibisfenoxiarsina e 3-iodo-2-propil butil carbamato.

Exemplos do composto pesticida incluem compostos à base de triazina tais como atrazina e metribuzina; compostos à base de uréia tais como fluometuron e isoproturon; compostos à base de hidroxibenzonitrila tais como bromoxynil e ioxynil; compostos à base de 2,6-dinitroanilina tais como pendimetalina e trifluralina; compostos a base de acido ariloxialcanóico tais como 2,4-D, dicamba, fluroxypyr e mecoprop, e sais dos mesmos; compostos à base de sulfoniluréia tais como benzulfuron-metil, metsulfuron-metil, nicosulfuron, primisulfuron-metil e ciclosulfamuron; compostos à base de imidazolinona tais como imazapyr, imazaquin e imazethapyr, e sais dos mesmos; sulfentrazona, paraquat, flumeturam, triflusulfron-metil, fenoxaprop-p-etil, cyhalofop-butil, diflufenican, norflurazona, isoxaflutol, sal de amônio de glufosinato, sais de glifosato, bentazona, benthiocarb, mefenacet, propanil, flutiamida, flumiclorac-pentil e flumioxazina.

Exemplos do composto regulador do crescimento de insetos in-

cluem compostos à base de benzoiluréia tais como diflubenzuron, chlorofluazuron, lufenuron, hexaflumuron, flufenoxuron, flucycloxuron, ciromazina, diafenthiuron, hexythiazox, novaluron, teflubenzuron, triflumuron, 1-(2,6-difluorbenzoil)-3-[2-flúor-4-(trifluormetil)fenil]uréia, 1-(2,6-difluorbenzoil)-3-[2-flúor-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluorpropóxi)fenil]uréia e 1-(2,6-difluorbenzoil)-3-[2-flúor-(1,1,2,2-tetrafluoretóxi)fenil]uréia, e pyriproxyfen. Exemplos do composto regulador do crescimento de plantas incluem hidrazida maléica, chlormequat, ethephon, giberelina, cloreto de mepiquat, thidiazuron, inabenfida, paclobutrazol e uniconazol. Exemplos do composto repelente de insetos incluem 1S,3R,4R,6R-carano-3,4-diol e dipropil 2,5-piridinadicarboxilato.

De acordo com a presente invenção, qualquer composto pesticida que pode ser suspendido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos para ser dispersado na forma de partículas sólidas pode ser microencapsulado mesmo que, por exemplo, ele tenha uma solubilidade em água tão alta quanto 100 mg/l ou mais em termos de solubilidade em água a 20°C.

Terpineol é um composto que está contido em óleos essenciais vegetais tais como óleo de linaloe, óleo de petitgrain, óleo de cipreste, óleo de cânfora e óleo de limão e que é representado pela fórmula composicional $C_{10}H_{18}O$. Ele pode ser produzido por destilação fracionada destes óleos essenciais vegetais ou por desidratação usando ácido sulfúrico diluído de hidrato de terpina, que é obtido por hidrólise de pineno usando ácido sulfúrico. Embora o terpineol tenha isômeros tais como α-terpineol, β-terpineol e γ-terpineol, qualquer terpineol pode ser usado. Produtos que normalmente se encontram comercialmente disponíveis são misturas de α-terpineol, β-terpineol e γ-terpineol que contêm principalmente α-terpineol. Estes produtos comercialmente disponíveis podem ser usados como recebidos.

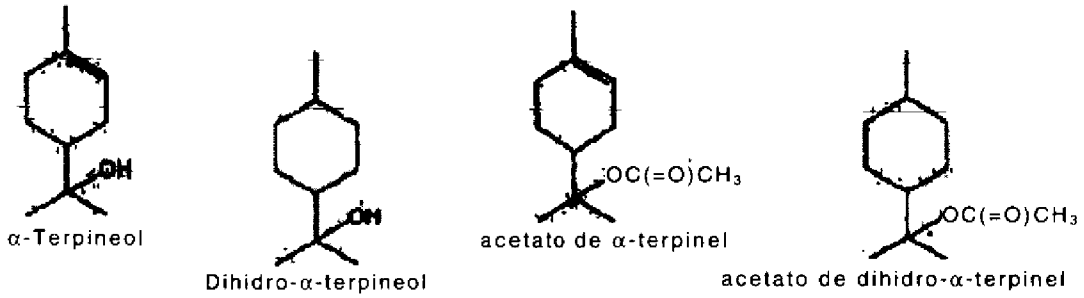
Dihidroterpineol é um composto representado pela fórmula composicional $C_{10}H_{20}O$ resultante da adição de uma molécula de átomos de hidrogênio à ligação dupla no terpineol mencionado acima e pode ser produzido por hidrogenação de terpineol. Como o terpineol, o dihidroterpineol normalmente se encontra disponível no mercado como misturas de isômeros

que contêm principalmente dihidro-α-terpineol. Estes produtos comercialmente disponíveis podem ser usados como recebidos.

Acetato de terpinel é um composto representado pela fórmula composicional $C_{12}H_{20}O_2$ resultante da acetilação de um grupo hidroxila na molécula de terpineol e pode ser produzido fazendo-se reagir terpineol e anidrido acético na presença de ácido fosfórico. Produtos que normalmente se encontram comercialmente disponíveis são misturas de acetato de α-terpinel, acetato de β-terpinel e acetato de γ-terpinel que contêm principalmente acetato de α-terpinel. Estes produtos comercialmente disponíveis podem ser usados como recebidos.

Acetato de dihidroterpinel é um composto representado pela fórmula composicional $C_{12}H_{22}O_2$ resultante da adição de uma molécula de átomos de hidrogênio à ligação dupla no acetato de terpinel e pode ser produzido por hidrogenação de acetato de terpinel ou acetilação de dihidroterpineol. Como o acetato de terpinel, os produtos que se encontram comercialmente disponíveis são misturas de isômeros que contêm principalmente acetato de dihidro-α-terpinel. Estes produtos comercialmente disponíveis podem ser usados como recebidos. Acetato de dihidro-α-terpinel é um composto que geralmente também é chamado de acetato de p-mentan-8-ila.

As estruturas do α-terpineol, do dihidro-α-terpineol, do acetato de α-terpinel e do acetato de dihidro-α-terpinel estão ilustradas abaixo.



Na microcápsula da presente invenção, a gotícula líquida na microcápsula é um material no qual o composto pesticida sólido é suspendido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos. Ela pode ainda conter um outro solvente orgânico. Exemplos do solvente orgânico incluem hidrocarbonetos alifáticos

tais como trimetilpentano, hidrocarbonetos aromáticos tais como fenilxililetano, alquilbenzeno e alquilnaftaleno, éteres tais como éter 2-etil hexílico, óleos minerais tais como óleo de usinagem ("machining oil"), e óleos vegetais tais como óleo de algodão. A quantidade do solvente orgânico normalmente é 1/2 ou menos, de preferência 3/7 ou menos, e mais preferivelmente 1/4 ou menos em proporção em peso com base na quantidade de terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos.

A quantidade de composto pesticida sólido na gotícula líquida normalmente varia de 5/100 a 40/100, e de preferência de 10/100 a 30/100 em proporção em peso com base na quantidade de terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos.

Na presente invenção, o diâmetro de partícula das partículas de composto pesticida sólido suspendidas na gotícula líquida geralmente é de 10 µm ou menos, e de preferência na faixa de 1 a 5 µm de diâmetro médio em volume. É preferível que o volume cumulativo das partículas com um diâmetro de partícula não inferior a 10 µm seja 10% ou menos.

O diâmetro médio em volume (VMD) é um valor tal que a soma total dos volumes de partículas menores que aquele valor e a soma total dos volumes de partículas maiores que aquele valor corresponda cada um a 50% da soma total dos volumes de todas as partículas. O diâmetro médio em volume é calculado por análise das imagens de muitas partículas medidas por um método de espalhamento por difração de raios laser baseado na teoria de espalhamento de Mie. Um exemplo específico do instrumento para efetuar esta medida é o Mastersizer 2000 (o nome de um produto fabricado pela Malvern Instruments Ltd.).

Na presente invenção, o diâmetro de partícula da gotícula líquida em uma microcápsula é quase igual àquele da microcápsula. O diâmetro de partícula de uma microcápsula geralmente está na faixa de 1 a 80 µm, e de preferência na faixa de 5 a 50 µm de diâmetro médio em volume.

Na presente invenção, exemplos da resina para formar o filme

de revestimento de uma microcápsula incluem uma resina de poliuretano, uma resina de poliuréia, uma resina de poliamida, uma resina de poliéster, uma resina de polissulfonato, uma resina de polissulfonamida, uma resina de aminoplasto, uma resina de uréia-formalina, e uma resina de melamina-formalina. Em particular, o uso de uma resina de poliuretano ou de uma resina de poliuréia, que produz uma microcápsula com boa estabilidade ao armazenamento, especialmente boa estabilidade ao armazenamento em temperaturas altas, é preferido.

Na presente invenção, a quantidade da resina que forma o filme de revestimento de uma microcápsula geralmente está na faixa de 5 a 30% em peso com base na quantidade total da microcápsula.

O revestimento de uma gotícula líquida com uma resina geralmente é efetuado formando um filme de revestimento da resina por um método de polimerização interfacial. O filme de revestimento pode ser formado, enquanto estiver sendo dissolvido, em uma suspensão de composto pesticida, por uma matéria-prima solúvel em óleo das duas matérias-primas para formar a resina e dissolvendo, na água em que a suspensão deve ser dispersada, uma matéria-prima solúvel em água das duas matérias-primas para formar a resina, efetuando uma reação de polimerização entre as duas matérias-primas na interface entre uma gotícula em suspensão e a água. A espessura do filme de revestimento pode ser calculada a partir do diâmetro de partícula da gotícula líquida e da quantidade de resina para formar o filme de revestimento.

A resina de poliuretano ou a resina de poliuréia a ser usada como o filme de revestimento da microcápsula da presente invenção geralmente é obtida fazendo-se um poliisocianato reagir com um poliálcool ou uma poliamina.

Exemplos do poliisocianato incluem diisocianato de hexametileno, um aduto de diisocianato de hexametileno-trimetilolpropano, um condensado de três moléculas de diisocianato de hexametileno em biureto, um aduto de diisocianato de tolileno-trimetilolpropano, um condensado de diisocianato de tolileno em isocianurato, um condensado de diisocianato de hexa-

metileno em isocianurato, um condensado de diisocianato de isoforona em isocianurato, um prepolímero de isocianato no qual uma porção isocianato de diisocianato de hexametileno constitui uma forma isocianurato junto com duas moléculas de diisocianato de tolileno e a outra porção isocianato constitui uma forma isocianurato junto com outras duas moléculas de diisocianato de hexametileno, 4,4'-metilenobis(ciclohexilisocianato), e diisocianato de trimetil hexametileno. O uso de um aduto de diisocianato de tolileno-trimetilopropano, um condensado de diisocianato de tolileno em isocianurato, um condensado de diisocianato de hexametileno em isocianurato, ou um condensado de diisocianato de isoforona em isocianurato é preferido.

Exemplos do poliálcool incluem etileno glicol, propileno glicol, butileno glicol e ciclopropileno glicol. Exemplos da poliamina incluem etilenodiamina, hexametilenodiamina, dietilenotriamina e trietilenotetramina.

A microcápsula da presente invenção geralmente é usada como uma composição pesticida na forma de uma composição de suspensão aquosa onde ela é dispersada em água. A composição pesticida contém a microcápsula dispersada em água, e pode ainda conter um aditivo, tal como um espessante, um agente anticongelamento, um conservante ou um regulador de gravidade específica, que é adicionado conforme a necessidade. O peso de água na composição pesticida geralmente é de 0,8 a 2 vezes maior que o peso da microcápsula.

Em seguida, um método para a produção da microcápsula da presente invenção é descrito.

O método de produção compreende uma primeira etapa de (a) pulverizar um composto pesticida sólido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos para formar uma suspensão, uma segunda etapa de (b) misturar a suspensão resultante e água para preparar uma gotícula líquida, e uma terceira etapa de (c) formar um filme de revestimento de uma resina em volta da gotícula líquida.

Na primeira etapa, a pulverização do composto pesticida sólido é efetuada com o uso de um pulverizador tal como um moinho de contas, um moinho de esferas ou um moinho de varetas. Exemplos específicos do pulve-

rizador incluem Attritor (produzido por Mitsui Miike Kakoki), DYNO-MILL (produzido por WILLY A. BACHOFEN AG. MASHINENFABRIK, Suíça), Colloid Mill (produzido por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), e Pearl Mill (produzido por Ashizawa Iron Works Co., Ltd.). Um composto pesticida sólido, assim como contas para pulverização e outros a serem adicionados conforme a necessidade, é adicionado a terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos, e a pulverização é realizada usando um pulverizador. Se um composto pesticida sólido for pulverizado por via úmida na presença de terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos, a carga por cavalo em um pulverizador na primeira etapa é baixa e a produção é fácil porque as partículas do composto pesticida sólido são dispersadas uniformemente e também porque as partículas depois da pulverização dificilmente floculam e a viscosidade da suspensão na pulverização por via úmida não fica tão alta.

No caso de a resina para formar o filme de revestimento ser uma resina de poliuretano ou uma resina de poliuréia, um poliisocianato é previamente adicionado à suspensão obtida na primeira etapa.

É preferível que a suspensão obtida na primeira etapa seja usada imediatamente na etapa seguinte.

Na segunda etapa, um agitador tal como um agitador de propulsão, um agitador de turbina ou um agitador de cisalhamento de alta velocidade é usado para misturar a suspensão e a água para preparar uma gotícula líquida. Exemplos específicos do agitador incluem T. K. Homomixer (produzido por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), CLEARMIX (produzido por M Technique Co., Ltd.), homogeneizador POLYTRON e homogeneizador MEGATRON (produzido por KINEMATICA AG), e Supraton (produzido por Tsukishima Kikai Co., Ltd.). A suspensão é adicionada à água, seguida de agitação com um agitador.

O peso da água na qual a suspensão vai ser dispersada geralmente varia na faixa de 0,8 a 2 vezes o peso da suspensão. Como a água na qual a suspensão vai ser dispersada, usa-se de preferência água desionizada e um aditivo, tal como um espessante, um agente anticongelamento,

um conservante ou um regulador de gravidade específica, pode ser adicionado conforme a necessidade.

Exemplos do espessante incluem polissacarídeos naturais, tais como goma xantana, goma ramsana, goma de alfarroba, carragenano e goma "werant", polímeros sintéticos tais como poliacrilato de sódio, polímeros semi-sintéticos tais como carboximetilcelulose, pós minerais tais como silicato de alumínio e magnésio, esmectita, bentonita, hectorita e sílica seca, e alumina sol. O agente anticongelamento pode ser propileno glicol, ou outros. Exemplos do conservante incluem ésteres de ácido p-hidroxibenzóico e derivados de ácido salicílico. Exemplos do regulador de gravidade específica incluem sais solúveis em água tais como sulfato de sódio e compostos solúveis em água tais como uréia.

A suspensão tem baixa viscosidade e quando misturada com água usando um agitador, ela é dispersada em água de forma relativamente fácil para formar uma gotícula líquida. Como não é necessária uma forte agitação para a dispersão, não existem tantas limitações quanto ao equipamento para a prática desta etapa. Mesmo com o uso de um composto pesticida sólido de alta solubilidade em água, o composto pesticida sólido fica retido como partículas sólidas em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos, e portanto é possível preparar uma gotícula líquida com quase nenhuma transferência do composto pesticida sólido para uma fase aquosa.

No caso de a resina para formar o filme de revestimento ser uma resina de poliuretano, um poliálcool é previamente adicionado à água na qual a suspensão vai ser dispersada, ou um poliálcool é adicionado a uma fase aquosa depois da segunda etapa. No caso de a resina para formar o filme de revestimento ser uma resina de poliuréia, um sal de adição de ácido de uma poliamina é previamente adicionado à água na qual a suspensão vai ser dispersada, ou um sal de adição de ácido de uma poliamina, tal como um sal de ácido clorídrico ou um sal de ácido acético, é adicionado depois da segunda etapa.

É preferível que uma dispersão aquosa da gotícula líquida em

água obtida na segunda etapa seja usada imediatamente na etapa seguinte.

Na terceira etapa, o método para formar um filme de revestimento de uma resina em volta da gotícula líquida não é particularmente restringido e métodos de microencapsulação usuais, tais como um método de polimerização interfacial e um método de polimerização in situ, podem ser empregados. O método de polimerização interfacial é realizado, por exemplo, por aquecimento de uma dispersão aquosa de uma gotícula líquida contendo matérias-primas previamente adicionadas até uma temperatura à qual a reação de polimerização pode prosseguir, ou por adição de uma nova matéria-prima para formar a resina na fase aquosa da dispersão aquosa da gotícula líquida, ou por ativação de uma matéria-prima para formar a resina por ajuste do pH, ou outros.

No caso de a resina para formar o filme de revestimento ser uma resina de poliuretano, um filme de revestimento da resina de poliuretano é formado em volta de uma gotícula líquida, por exemplo, por aquecimento de uma dispersão aquosa da gotícula líquida até uma temperatura de 40 a 80°C com agitação e sendo mantida a esta temperatura por cerca de 0,5 a 48 horas. No caso de a resina para formar o filme de revestimento ser uma resina de poliuréia, um filme de revestimento da resina de poliuréia é formado em volta de uma gotícula líquida, por exemplo, por ajuste da propriedade líquida de uma dispersão aquosa da gotícula líquida em um valor variando de neutro a fracamente alcalino e sendo assim mantido a uma temperatura de 0 a 50°C por cerca de 0,5 a 48 horas.

Em uma composição de suspensão aquosa de uma microcápsula obtida desta maneira, praticamente todo o composto pesticida sólido está presente como partículas sólidas na microcápsula e a quantidade do composto pesticida dissolvido ou suspendido em água que está presente fora do filme de revestimento da microcápsula é menor em comparação com a quantidade total do composto pesticida.

Uma composição de suspensão aquosa de uma microcápsula da presente invenção obtida pelo método de produção descrito acima também pode ser usada como uma formulação de microcápsula em pó por separação

em centrífuga, filtração, secagem por aspersão, ou outro método. Além disso, a composição de suspensão aquosa da microcápsula também pode ser usada depois da adição de um espessante, um agente anticongelamento, um conservante, um regulador de gravidade específica, água, ou outros.

A microcápsula da presente invenção é usada, por exemplo, como uma composição pesticida contendo um composto pesticida sólido em uma quantidade de 0,1 a 30% em peso da quantidade total de uma composição de suspensão aquosa.

No caso de o composto pesticida sólido ser um componente inseticidamente eficaz, uma composição pesticida contendo a microcápsula da presente invenção é administrada por aspersão da mesma a insetos nocivos ou ao habitat dos mesmos a uma taxa de cerca de 0,1 a cerca de 1000 g/1000 m^2, e de preferência de cerca de 1 a cerca de 100 g/1000 m^2 na quantidade do composto pesticida sólido.

Exemplos

A presente invenção está descrita mais detalhadamente abaixo por meio de exemplos de produção e exemplos de teste, mas a invenção não está limitada aos exemplos.

Nitempyram ((E)-N-(6-cloro-3-piridilmetil)-N-etil-N'-metil-2-nitrovinilidenodiamina), que é o composto inseticida usado nos exemplos, é um composto com um ponto de fusão de 82,0°C e uma solubilidade em água > 590 g/l (a um pH 7,0, 20°C). Procimidona (N-(3,5-diclorofenil)-1,2-dimetilciclopropano-1,2-dicarboximida), que é um composto fungicida usado nos exemplos, é um composto com um ponto de fusão de 166 a 166,5°C e uma solubilidade em água de 4,5 mg/l (a 25°C). Clotianidina ((E)-1-(2-cloro-1,3-tiazol-5-il)-3-metil-2-nitroguanidina) é um composto com um ponto de fusão de 176,8°C e uma solubilidade em água de 0,304 g/l (a um pH 4,0, 20°C).

Exemplo de produção 1

Duzentos gramas de procimidona e 800 g de acetato de dihidroterpinel (produzido por Yasuhara Chemical Co., Ltd., teor: 99,6%) foram misturados, e a mistura foi grosseiramente pulverizada por cerca de 10 minutos usando um misturador de cisalhamento de alta velocidade (POLYTRON,

produzido por KINEMATICA AG). A mistura resultante foi ainda submetida à pulverização por via úmida a uma taxa de alimentação de 3 l/h e uma velocidade periférica de 10 m/seg usando um DYNO-MILL (com um tamanho de vaso de 600 ml, produzido por WILLY A. BACHOFEN AG. MASHINENFABRIK) enchido com 1120 g de contas (zircônia de 1,25 mm). As partículas de procimidona depois da pulverização por via úmida tinham um diâmetro médio em volume de 2,2 µm. As partículas de procimidona foram suspendidas quase que uniformemente em acetato de dihidroterpinel e não foi observada praticamente nenhuma floculação. A suspensão na pulverização por via úmida tinha uma viscosidade de 2010 mPa.s (viscosímetro Brookfield, rotor N° 3, 6 rpm).

Uma mistura obtida pela adição de 2,42 g de um poliisocianato (Sumijule L-75, produzido por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) a 25 g da suspensão resultante foi adicionada a 39,2 g de água desionizada na qual 1,4 g de etileno glicol e 3,29 g de goma arábica (Arabic Cole SS, produzida por San-ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.) haviam sido dissolvidos e foi agitada a 7000 rpm por 5 minutos usando um homogeneizador (fabricado por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.). A dispersão obtida tinha uma viscosidade de 2050 mPa.s (viscosímetro Brookfield, rotor tipo L, 6 rpm).

A dispersão resultante foi aquecida até 60°C e foi agitada a essa temperatura por 24 horas para dar uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas de procimidona (doravante chamada de composição de suspensao aquosa 1).

Exemplo de produçao 2

Duzentos gramas de nitempyram e 800 g de acetato de dihidroterpinel (produzido por Yasuhara Chemical Co., Ltd., teor: 99,6%) foram misturados, e a mistura foi grosseiramente pulverizada por cerca de 10 minutos usando um agitador de cisalhamento de alta velocidade (POLYTRON, produzido por KINEMATICA AG). A mistura resultante foi ainda submetida à pulverização por via úmida a uma taxa de alimentação de 3 l/h e uma velocidade periférica de 10 m/seg usando um DYNO-MILL (com um tamanho de vaso de 600 ml, produzido por WILLY A. BACHOFEN AG. MASHINENFA-

BRIK) enchido com 1120 g de contas (zircônia de 1,25 mm). A suspensão na pulverização por via úmida tinha uma viscosidade de 2150 mPa.s (viscosímetro Brookfield, rotor N° 3, 6 rpm).

Uma mistura obtida pela adição de 2,42 g de um poliisocianato (Sumijule L-75, produzido por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) a 25 g da suspensão resultante foi adicionada a 39,2 g de água desionizada na qual 1,4 g de etileno glicol e 3,29 g de goma arábica (Arabic Cole SS, produzida por San-ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.) haviam sido dissolvidos e foi agitada a 800 rpm por 5 minutos usando um homogeneizador (fabricado por Tokushu Kika Kogyo Co.,.Ltd.).

A dispersão resultante foi aquecida até 60°C e foi agitada a essa temperatura por 24 horas para dar uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas de nitempyram (doravante chamada de composição de suspensão aquosa 2).

Exemplo de produção 3

Duzentos gramas de clotianidina e 800 g de acetato de dihidroterpinel (produzido por Yasuhara Chemical Co., Ltd., teor: 99,6%) foram misturados, e a mistura foi grosseiramente pulverizada por cerca de 10 minutos usando um misturador de cisalhamento de alta velocidade (POLYTRON, produzido por KINEMATICA AG). A mistura resultante foi ainda submetida à pulverização por via úmida a uma taxa de alimentação de 3 l/h e uma velocidade periférica de 10 m/seg usando um DYNO-MILL (com um tamanho de vaso de 600 ml, produzido por WILLY A. BACHOFEN AG. MASHINENFABRIK) enchido com 1120 g de contas (zircônia de 1,25 mm). As partículas de clotianidina depois da pulverização por via úmida tinham um diâmetro médio em volume de 2,6 μm. As partículas de clotianidina foram suspendidas quase que uniformemente em acetato de dihidroterpinel e não foi observada praticamente nenhuma floculação. A suspensão na pulverização por via úmida tinha uma viscosidade de 1400 mPa.s (viscosímetro Brookfield, rotor N° 2, 6 rpm, 25°C).

Uma mistura obtida pela adição de 2,42 g de um poliisocianato (Sumijule L-75, produzido por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) a 25 g da

suspensão resultante foi adicionada a 39,2 g de água desionizada na qual 1,42 g de etileno glicol e 3,29 g de goma arábica (Arabic Cole SS, produzida por San-ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.) haviam sido dissolvidos e foi agitada a 7000 rpm por 5 minutos usando um homogeneizador (fabricado por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.). A dispersão obtida tinha uma viscosidade de 2050 mPa.s (viscosímetro Brookfield, rotor tipo L, 6 rpm).

A dispersão resultante foi aquecida até 60°C e foi agitada a essa temperatura por 24 horas para dar uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas de clotianidina (doravante chamada de composição de suspensão aquosa 3).

Exemplo de produção 4

Uma mistura obtida pela adição de 5,47 g de um poliisocianato (Sumijule L-75, produzido por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.) a 25 g da suspensão aquosa de clotianidina obtida no exemplo de produção 3 foi adicionada a 44,5 g de água desionizada na qual 3,16 g de etileno glicol e 3,29 g de goma arábica (Arabic Cole SS, produzida por San-ei Yakuhin Boeki Co., Ltd.) haviam sido dissolvidos e foi agitada a 7000 rpm por 5 minutos usando um homogeneizador (fabricado por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.).

A dispersão resultante foi aquecida até 60°C e foi agitada a essa temperatura por 24 horas para dar uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas de clotianidina (doravante chamada de composição de suspensão aquosa 4).

Exemplo de produção comparativo 1

Uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas (doravante chamada de composição de suspensão comparativa 1) foi obtida da mesma maneira que no exemplo de produção 2, exceto que os 800 g de acetato de dihidroterpinel foram trocados por 800 g de adipato de isodecila no exemplo de produção 2. No entanto, quando as microcápsulas resultantes foram observadas usando um microscópio ótico, não foi detectada a presença de partículas sólidas nas microcápsulas.

Exemplo de produção comparativo 2

Uma composição de suspensão aquosa contendo microcápsulas

(doravante chamada de composição de suspensão comparativa 2) foi obtida da mesma maneira que no exemplo de produção 4, exceto que os 800 g de acetato de dihidroterpinel foram trocados por 800 g de adipato de isodecila no exemplo de produção 4. No entanto, quando as microcápsulas resultantes foram observadas usando um microscópio ótico, não foi detectada a presença de partículas sólidas nas microcápsulas.

Exemplo de teste 1 (estabilidade ao armazenamento em temperatura elevada)

As composições de suspensão aquosa de microcápsulas obtidas nos exemplos de produção 1, 2 e 3 foram armazenadas a 54°C por 2 semanas. As condições das microcápsulas nas composições de suspensão aquosa antes e depois do armazenamento foram observadas pelo método a seguir.

Depois de agitar cada composição de suspensão aquosa de microcápsulas 20 vezes, 20 µl de cada composição foram bem medidos e foram diluídos com 2 ml de água destilada. Para cada líquido diluído, uma gota do mesmo foi colocada sobre uma lâmina de vidro e o número de microcápsulas presentes em um campo visual de 372 µm x 500 µm foi contado usando um microscópio ótico (HI-SCOPE Advanced KH-3000 produzido por HIROX) a uma amplificação de x350. A contagem do número de microcápsulas em cada amostra foi conduzida em três campos visuais diferentes para uma amostra sobre uma lâmina de vidro e a média das medidas foi considerada como a densidade de uma microcápsula. Os resultados estão listados na Tabela 1.

Tabela 1

	Densidade da microcápsula em campo visual	
	Logo após a produção	Depois de armazenamento a 54°C por 2 semanas
Composição de Suspensão Aquosa 1	13	14
Composição de Suspensão Aquosa 2	18	16
Composição de Suspensão Aquosa 3	70	70

Não foram observadas alterações nas condições das microcápsulas observadas e não foi encontrada qualquer alteração perceptível no número de microcápsulas em um campo visual.

Exemplo de teste 2 (proporção de microencapsulação)

Para cada uma das composições de suspensão aquosa de microcápsulas obtidas nos exemplos de produção 3 e 4 e no exemplo de produção comparativo 2, 10 g da composição foram retirados como amostra e foram centrifugados (HIMAC SCR20BB, produzido por HITACHI, Ltd., rotor centrífuga usado: PRP-20) a 10000 rpm por 30 minutos. Em seguida, o teor de clotianidina no sobrenadante de cada amostra foi medido e a quantidade de clotianidina distribuída fora do filme de revestimento de uma microcápsula foi determinada. Em seguida, foi calculada a proporção de microencapsulação de clotianidina. Os resultados estão mostrados na Tabela 2.

Além disso, também foi medida a quantidade de clotianidina em uma microcápsula depois do armazenamento da composição de suspensão aquosa de microcápsula a 54°C por 2 semanas e o resultado também está mostrado na Tabela 2.

Tabela 2

	teor de clotianidina na microcápsula (imediatamente depois da produção)	teor de clotianidina na microcápsula (depois de 2 semanas a 54°C)
Composição de Suspensão Aquosa 3	99,2	99,3
Composição de Suspensão Aquosa 4	99,2	99,1
Composição de Suspensão comparativa 2	0<	

Aplicabilidade industrial

A microcápsula da presente invenção é útil para uma formulação de liberação sustentada de compostos pesticidas.

REIVINDICAÇÕES

1. Microcápsula, caracterizada pelo fato de que uma gotícula líquida na qual um composto pesticida sólido é suspendido em terpineol, di-hidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos é revestida com uma resina.

2. Microcápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a gotícula líquida na qual o composto pesticida sólido é suspendido em acetato de dihidroterpinel é revestida com uma resina.

3. Microcápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o composto pesticida sólido é um composto à base de neonicotinóide.

4. Microcápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o composto pesticida sólido é clotianidina.

5. Microcápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o composto pesticida sólido é nitenpyram.

6. Microcápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o composto pesticida sólido é procimidona.

7. Microcápsula de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de que a resina é uma resina de poliuretano ou uma resina de poliuréia.

8. Microcápsula de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que a microcápsula tem um diâmetro médio em volume na faixa de 5 a 50 ∝m.

9. Método para a produção de uma microcápsula, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que compreende (a) pulverizar um composto pesticida sólido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos para formar uma suspensão, (b) misturar a suspensão resultante e água para preparar uma gotícula líquida, e (c) formar um filme de revestimento de uma resina em volta da gotícula líquida.

10. Método para a produção de uma microcápsula de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a resina é uma resina de poliuretano ou uma resina de poliuréia.

RESUMO

Patente de Invenção: **"MICROCÁPSULA DE PESTICIDA E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DA MESMA".**

A presente invenção refere-se a uma microcápsula que pode ser facilmente produzida por (a) pulverização de um composto pesticida sólido em terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpinel, acetato de dihidroterpinel ou uma mistura dos mesmos para formar uma suspensão, (b) misturação da suspensão resultante e água para preparar uma gotícula líquida, e (c) formação de um filme de revestimento de uma resina em volta da gotícula líquida. A microcápsula obtida por este método contém praticamente todo o composto pesticida sólido na microcápsula.