



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 282 781**

51 Int. Cl.:
A01N 25/14 (2006.01)
A01N 43/84 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04026182 .8**
86 Fecha de presentación : **04.11.2004**
87 Número de publicación de la solicitud: **1530900**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **18.05.2005**

54 Título: **Partícula pesticida.**

30 Prioridad: **12.11.2003 JP 2003-382130**
12.11.2003 JP 2003-382131

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.10.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.10.2007

73 Titular/es: **Sumitomo Chemical Company, Limited**
27-1, Shinkawa 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-8260, JP

72 Inventor/es: **Watanabe, Atsushi y**
Inoue, Masao

74 Agente: **Ungría López, Javier**

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

Partícula pesticida.

5 Campo técnico

La presente invención está dirigida a una partícula pesticida obtenible mediante deshidratación por aspersión.

Antecedentes

10 Hasta ahora, se han sugerido varias formulaciones pesticidas, en las que está controlada la liberación de los ingredientes pesticidas activos, con la finalidad de una eficacia pesticida continua, la disminución de fitotoxicidad, etcétera. Ejemplos de estas formulaciones pesticidas de liberación controlada conocidas incluyen una formulación de un ingrediente activo pesticida microencapsulado (por ejemplo, JP 59-20209A), una partícula revestida que contiene un
15 ingrediente activo pesticida (por ejemplo, JP 60-226801A), etcétera.

Por otra parte, se desea tener una suspensión acuosa que pueda mantener un estado de dispersión uniforme después de dispersar una formulación pesticida en agua.

20 US 2976210 A describe emulsiones o suspensiones de pesticidas que contienen como agente adhesivo polietileno oxidado. Las formulaciones son obtenidas fundiendo la cera y un ácido graso, añadiendo una amina, añadiendo posteriormente la mezcla a agua caliente bajo agitación. A esta dispersión se añade un polvo pesticida pulverizado dispersado en agua.

25 US 2003/118626 A1 describe la estabilización de suspensiones de densidad baja a media de un pesticida mediante la adición de partículas de baja densidad, como por ejemplo polietileno micronizado y oxidado.

30 GB 1227997 A describe la preparación de polvos humectables que tendrán como resultado suspensiones estables, que no sedimentan, mediante la deshidratación por aspersión de una suspensión del agente activo y un agente humectante sulfonato.

US 6313070 B1 describe un proceso para preparar concentrados de suspensiones acuosas del herbicida ftalimida flumioxacina mediante la cotrituración de una suspensión acuosa del herbicida, un surfactante no iónico y aniónico y un aditivo tixotrópico.

35 US 2003/064896 A1 describe gránulos dispersables en agua que contienen flumioxacina, ácido sulfónico y un surfactante policarboxilato, y un vehículo mineral.

40 EP 529975 A describe la preparación de gránulos o partículas herbicidas de liberación lenta mediante la mezcla de una fusión de cera de parafina y un polímero hidrocarbonado, como por ejemplo polietileno oxidado, con el herbicida, seguido por la adición de un agente de carga sólido. La masa resultante es agitada adicionalmente hasta que se alcanza la temperatura ambiente.

45 A saber, se ha deseado proporcionar una formulación pesticida de liberación controlada que sea buena manteniendo un estado de dispersión uniforme después de la dispersión en agua.

Resumen de la invención

50 La presente invención proporciona una partícula pesticida que es obtenible mediante la deshidratación por aspersión de una dispersión en la que un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado están dispersados en agua, una composición pesticida que comprende la partícula pesticida, un surfactante aniónico y un vehículo, y un método para producir la partícula pesticida que comprende a) una etapa de preparación de una dispersión en la que un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado son dispersados en agua y b) una etapa de deshidratación por aspersión de la dispersión.

55 Descripción detallada de la invención

60 De acuerdo con la presente invención, una partícula, que es obtenible mediante la deshidratación por aspersión de una dispersión en la que un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado están dispersados en agua, puede controlar la liberación del ingrediente activo pesticida y la partícula es excelente para mantener un estado de dispersión uniforme una vez que se ha dispersado en agua.

65 La partícula pesticida de la presente invención puede ser obtenida mediante deshidratación por aspersión de una dispersión en la que un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado están dispersados en agua.

El ingrediente activo pesticida insoluble en agua utilizado para la presente invención puede ser sólido o líquido a temperatura normal (25°C) y, preferiblemente, es uno que tenga 80°C o más de punto de fusión en vista de la facilidad de producción de la partícula pesticida. El ingrediente activo pesticida insoluble en agua significa un ingrediente activo

ES 2 282 781 T3

pesticida que tiene una solubilidad de 1000 mg/1000 ml o menor a 25°C. Es preferible utilizar un ingrediente activo pesticida con una solubilidad de 100 mg/1000 ml o menor a 25°C.

Ejemplos del ingrediente activo pesticida incluyen ingredientes activos insecticidas, ingredientes activos fungicidas, ingredientes activos herbicidas e ingredientes reguladores del crecimiento de las plantas, y ejemplos típicos son los siguientes:

Ingredientes activos insecticidas: cipermetrina, deltametrina, fenpropatrina, tralometrina, acrinatrina, bifentrina, resmetrina, tetrametrina, permetrina, isoprocarb, xililcarb, XMC, carbarilo, carbofurano, fenoxicarb, alanicarb, fenobucarb, bendiocarb, tetraclorvinfos, dimetilvinfos, fosadona, clorpirifos, clorpirifos-metilo, piridafentión, quinalfos, metidatión, azinfos-etilo, azinfos-metilo, salitión, cianofos, EPN, cianofenfos, diflubenzurón, clorfluazurón, lufenurón, hexaflumurón, flufenoxurón, flucicloxurón, diafentiurón, hexitiazox, novalurón, teflubenzurón, triflumurón, bensultap, fenoxicarb, fenazaquina, fenpiroximato, piridabén, hidrametilnona, tiodicarb, clorfenapir, pimetrozina, pirimidifeno, tebufenozida, tebufenpirad, triazamato, sulfluramida, milbemectina, piridalilo, etcétera.

Ingredientes activos fungicidas: benomilo, carbendazim, tifanato-metilo, dietofencarb, procimidona, iprodiona, vinclozolina, diniconazol, tebuconazol, difenoconazol, ciproconazol, flusilazol, triadimefón, furametpir, mepronilo, flutolanilo, tolclofos-metilo, pirazofos, pirimetanilo, mepanipirim, ciprodinilo, fludioxonilo, fenpiclonilo, azoxistrobín, kresoxim-metilo, metominostrobín, clorotalonilo, manzeb, captán, folpet, probenazol, dimetomorf, famoxadona, ácido oxolínico, fluazinam, ferimzona, etcétera.

Ingredientes activos herbicidas: fenoxaprop-P-etilo, cihalofop-butilo, bensulfurón-metilo, nicosulfurón, ciclosulfamurón, triflusal-metilo, imazaquina, flumetsulam, atrazina, metribuzina, fluometurón, isoproturón, propanilo, bromoxinilo, ioxinilo, bentazón, flumioxazina, flutiacet-metilo, azafenidina, sulfentrazone, norflurazón, diflufenicán, isoxaflutol, pendimetalina, trifluralina, mefenacet, mecoprop, fluroxipir, etcétera.

Ingredientes reguladores del crecimiento de las plantas: tidiazurón, inabenfida, paclobutrazol, uniconazol, etcétera.

El polietileno oxidado utilizado para la presente invención es también denominado cera de polietileno oxidado, y está disponible en el mercado. En la presente invención, es preferible el polietileno oxidado que tiene 10-30 mg de contenido de ácido libre, que es la cantidad de hidróxido de potasio requerida para neutralizar el ácido carboxílico libre contenido en 1 g del polietileno oxidado, y que tiene un punto de fusión de 80-150°C. El punto de fusión del polietileno oxidado indica la temperatura a la cual el polietileno oxidado comienza a fundirse.

En la presente invención, la dispersión en la cual el ingrediente activo pesticida insoluble en agua y el polietileno oxidado están dispersados en agua puede ser preparada, por ejemplo, mediante la adición del ingrediente activo pesticida insoluble en agua finamente pulverizado (por ejemplo con un diámetro volumétrico medio: 1-7 μm aproximadamente) a una dispersión acuosa que contiene el polietileno oxidado y agitación. El método para pulverizar finamente el ingrediente activo pesticida insoluble en agua es, por ejemplo, un método de pulverización en seco tal como mediante un molino de martillos y un molino de chorro y un método de pulverización húmeda tal como mediante un molino de esferas.

La dispersión acuosa que contiene el polietileno oxidado puede ser preparada oxidando una dispersión que contenga polietileno con oxígeno. Está también disponible en el mercado. Además, puede ser también obtenida dispersando polvos del polietileno oxidado disponibles en el mercado. En este último caso, el polietileno oxidado utilizado para la presente invención tiene generalmente 1 μm o menos de diámetro medio (diámetro volumétrico medio).

En la presente invención, la proporción en peso del ingrediente activo pesticida respecto al polietileno oxidado está normalmente en el rango de 1:99 a 95:5, preferiblemente de 10:90 a 80:20.

La dispersión que contiene el ingrediente activo pesticida y el polietileno oxidado puede contener además un surfactante, un agente auxiliar para la pulverización, un espesante, etcétera.

Ejemplos del surfactante incluyen surfactantes no iónicos, surfactantes catiónicos, surfactantes anfóteros y mezclas de los mismos. Surfactantes no iónicos típicos son el éster carboxílico de polioxietileno, alquil aril éter de polioxietileno polioxipropileno, copolímero de bloque de polioxietileno polioxipropileno, alquil aril éter de polioxietileno, alquil éter de polioxietileno, tristiril fenil éter de polioxietileno polioxipropileno, estril fenil éter de polioxietileno, tristiril fenil éter de polioxietileno, éster de ácido graso de polioxietileno, éster de ácido graso, éster de ácido graso de alcohol polivalente y éster de ácido graso de polioxietileno alcohol polivalente. La cantidad es normalmente de 0,5-30 partes en peso por 100 partes en peso de la cantidad total del ingrediente activo pesticida insoluble en agua y el polietileno oxidado.

Ejemplos del agente auxiliar para pulverización incluyen dióxido de silicio amorfo, tierra de diatomeas, arcilla de caolín, arcilla de agalmatolita, selicita, zeeklita, talco, terra alba, carbonato de calcio y bentonita. La cantidad es normalmente de 0,5-50 partes en peso por 100 partes en peso de la cantidad total del ingrediente activo pesticida insoluble en agua y el polietileno oxidado.

Ejemplos del agente espesante incluyen espesantes poliméricos tales como alcohol polivinílico, carboximetilcelulosa, dextrina, goma xantano, goma guar, goma arábica, ácido alginico, caseína, gelatina, polivinilpirrolidona, polímeros de carboxivinilo, polímeros acrílicos, derivados de almidón y heteropolisacáridos, y espesantes inorgánicos tales como bentonita y sílice hidratada. La cantidad es normalmente de 1-10 partes en peso por 100 partes en peso de la cantidad total del ingrediente activo pesticida insoluble en agua y el polietileno oxidado.

La partícula pesticida de la presente invención puede ser producida mediante deshidratación por aspersión de la dispersión. En la presente invención, la deshidratación por aspersión indica una técnica de aspersión y vaporización simultáneamente de agua que es un medio dispersante en la dispersión para depositar un sólido.

La deshidratación por aspersión de la dispersión se lleva a cabo normalmente pulverizando la dispersión en una corriente de aire seco calentada a 80-200°C aproximadamente. La dispersión pulverizada es colocada en una corriente de aire seco y el agua es vaporizada para formar la partícula pesticida de la presente invención.

Ejemplos del dispositivo de aspersión para la producción incluyen los del tipo rotatorio, los del tipo de boquilla a presión y la boquilla de dos fluidos.

El diámetro de partícula (diámetro volumétrico medio) de la partícula pesticida está normalmente en el rango de 5-30 μm . Estas partículas de pequeño tamaño pueden ser obtenidas variando la condición de pulverización de la dispersión en el proceso de aspersión. A saber, incrementando la presión de la pulverización o disminuyendo la velocidad con la que se proporciona el líquido de pulverización, el diámetro de las partículas puede hacerse pequeño. Además, disminuyendo la concentración de los componentes sólidos en el líquido de pulverización o disminuyendo la viscosidad del líquido de pulverización, el diámetro de las partículas puede hacerse pequeño. Es preferible utilizar la boquilla de dos fluidos. Dicho diámetro de partícula puede ser medido con el método de Difracción de Láser. Por ejemplo, puede utilizarse el Analizador de Tamaño de Partícula mediante Difracción de Láser SALD-1100 (producido por Shimadzu Corporation).

La condición de deshidratación por aspersión puede ser establecida adecuadamente de acuerdo con el dispositivo utilizado para la deshidratación por aspersión. En el caso de que el deshidratador por aspersión SD-1 producido por EYELA sea utilizado junto con una boquilla de dos fluidos, la condición es la siguiente: La velocidad de flujo de la muestra en el líquido de transporte es de 50-500 ml/hora, la presión de pulverización es de 0,2-2,0 kg/cm^2 , la velocidad de flujo del aire seco es de 0,4-1,0 m^3/minuto , la temperatura de entrada del aire seco es de 100-200°C y la temperatura de salida del aire seco es de 50-100°C.

Las partículas pesticidas de la presente invención pueden aglomerarse cuando son fabricadas mediante el método anteriormente mencionado. En tal caso, las partículas pesticidas de la presente invención pueden ser obtenidas pulverizando las partículas con un molinillo y similares.

Las partículas pesticidas de la presente invención pueden ser suspendidas en agua y utilizadas posteriormente produciendo una cantidad eficaz del ingrediente activo pesticida aplicada al suelo o a plantas.

Además, es posible formular mezclando las partículas pesticidas de la presente invención con un vehículo inerte tal como un vehículo sólido y un vehículo líquido, opcionalmente un surfactante y el otro agente auxiliar para la formulación de polvos humectables, gránulos dispersables en agua, fluidos, etcétera. Cuando las partículas pesticidas de la presente invención son formuladas, la formulación es utilizada mediante un método de aplicación de pesticidas convencional según el tipo de formulación.

En la formulación que contiene la partícula pesticida, una composición pesticida conteniendo la partícula pesticida, un surfactante aniónico y un vehículo, en la que el contenido de surfactante aniónico es del 10% en peso o mayor, es excelente para controlar la liberación del ingrediente activo pesticida cuando se diluye con agua.

Ejemplos del surfactante aniónico de la presente invención incluyen sulfato de alquilo, sulfato del éter alquílico de polioxietileno, sulfato del éter alquilfenílico de polioxietileno, sulfato del éter bencilfenílico de polioxietileno, sulfato del éter estilifenílico de polioxietileno, sulfato de polímeros de bloque de polioxietileno polioxipropileno, sulfonato de parafina, alcanosulfonato, sulfosuccinato de dialquilo, alquilbencenosulfonato, naftalenosulfonato, alquilnaftalenosulfonato, dialquilnaftalenosulfonato, condensado de alquilnaftalenosulfonato con formalina, disulfonato de alquil difenil éter, ligninsulfonato, sulfonato del alquilfenil éter de polioxietileno, medio éster de sulfosuccinato del éter alquílico de polioxietileno, sal de ácido graso, salcosinato de N-metil ácido graso, sal de un ácido de resina, fosfato del éter alquílico de polioxietileno, fosfato del éter fenílico de polioxietileno, fosfato del éter dialquilfenílico de polioxietileno, fosfato del éter bencilfenílico de polioxietileno, fosfato del éter bencilfenil fenílico de polioxietileno, fosfato del éter estilifenil fenílico de polioxietileno, fosfato de polímeros de bloque de polioxietileno polioxipropileno, fosfatidil colina, fosfatidil etanolimina y fosfato de alquilo.

Entre ellos, uno o más seleccionados del grupo de alquilnaftalenosulfonatos, ligninsulfonatos y condensados de alquilnaftalenosulfato con formalina son preferiblemente utilizados en vista de la cantidad del surfactante aniónico utilizada.

Ejemplos del vehículo sólido adecuado para la composición pesticida incluyen arcillas tales como pirofilita, caolín hidratado, caolín anhidro, bentonita y selicita, carbonato de calcio, tierra de diatomeas, talco, sílice, piedra pómez, vermiculita, perlita, silicato de calcio, sacarosa, glucosa, maltosa, lactosa, dextrina, almidones, derivados de celulosa (celulosa, carboximetilcelulosa, etcétera), sulfato de amonio, sulfato de sodio, cloruro de amonio, cloruro de potasio, carbonato de sodio y urea.

La composición pesticida contiene un 10% en peso o más, normalmente un 10-80% en peso, preferiblemente un 10-25% en peso, del surfactante aniónico. Además, la composición pesticida contiene normalmente a) un 0,1-40% en peso de la partícula pesticida y c) un 5-89,9% en peso del vehículo sólido.

La composición pesticida puede contener además un aglutinante, un agente desintegrante y/o otro surfactante además de la partícula pesticida, un surfactante aniónico y un vehículo sólido.

Ejemplos de aglutinantes incluyen gomas tales como goma de algarroba, goma de tragacanto, goma xantano y goma arábica; derivados del ácido algínico tales como alginato de sodio, alginato de amonio y el éster propilén glicol del ácido algínico; compuestos poliméricos orgánicos tales como alcohol polivinílico, polivinilpirrolidona, metacrilato de polivinilo, óxido de polietileno y poliacrilamida; y proteínas solubles en agua procedentes de animales o plantas tales como clara de huevo, albúmina, caseína y gelatina. La cantidad es normalmente del 0,1-20% en peso la composición pesticida.

Ejemplos del otro surfactante incluyen surfactantes no iónicos tales como éster carboxílico de polioxietileno, alquil aril éter de polioxietileno polioxipropileno, copolímero de bloque de polioxietileno polioxipropileno, alquil aril éter de polioxietileno, alquil éter de polioxietileno, tristiril fenil éter de polioxietileno polioxipropileno, estiril fenil éter de polioxietileno, tristiril fenil éter de polioxietileno, éster de polioxietileno ácido graso, éster de ácido graso, éster de ácido graso de alcohol polivalente, éster de ácido graso de polioxietileno alcohol polivalente y polioxietileno alquilamina. La cantidad es normalmente de 0,1-20% en peso de la composición pesticida.

En la composición pesticida, se producen polvos de la composición pesticida mezclando la partícula pesticida de liberación controlada, el surfactante aniónico, el vehículo sólido y opcionalmente el otro componente con un mezclador, etcétera, y pulverizando con un triturador tal como un molino de aire, un molino de martillos, un pulverización centrífuga, etcétera, y los gránulos son producidos a partir de los polvos mediante la formación con una máquina moldeado mediante compresión (por ejemplo un compactador rotatorio), un granulador de pistón, un granulador de tambor o un granulador de lecho fluido.

La composición pesticida es normalmente utilizada diluida con agua para preparar una concentración designada del ingrediente activo pesticida y es aplicada a los cultivos en forma de la suspensión obtenida.

Ejemplos

De aquí en adelante, la presente invención es explicada con más detalle mediante ejemplos; sin embargo, la presente invención no está limitada a estos ejemplos.

Ejemplo de Producción 1

A una mezcla de 40 partes en peso de Agrocér 06 (25% en peso de una dispersión acuosa de polietileno oxidado (punto de fusión: 115°C, diámetro de partícula: 0,19 μm , contenido de ácido libre: 16-19 mg KOH/g) proporcionada por Clariant) y 40 partes en peso de agua, se añadieron 20 partes en peso de flumioxacina (diámetro de partícula: 3,3 μm , pulverizada mediante molino de chorro) y se agitó para dar lugar a una dispersión. La dispersión fue deshidratada por aspersión bajo la condición mencionada posteriormente y el sólido obtenido fue pulverizado con un pulverizador (diámetro del tamiz: 1,5 mm, revoluciones: 10000 rpm, producido por Nihonseiki Seisakusho) para producir partículas de pesticida de la presente invención (diámetro de partícula: 11,1 μm).

Condiciones de la deshidratación por aspersión

Deshidratador por aspersión: Deshidratador por aspersión SD-1 producido por EYELA.

Dispositivo de aspersión: Boquilla de dos fluidos con una boquilla de aspersión de 0,51 mm de diámetro.

Velocidad de flujo de la muestra líquida de transporte: 200 ml/hora.

Presión para la aspersión de la muestra: 0,7 kg/cm².

Velocidad de flujo del aire seco: 0,6 m³/minuto.

Temperatura de entrada del aire seco: 115°C.

Temperatura de salida del aire seco: 65°C.

ES 2 282 781 T3

Ejemplo de Producción 2

Mediante el mismo procedimiento que el del Ejemplo de Producción 1, siempre que se utilicen 40 partes en peso del Agrocer 06 utilizado en el Ejemplo de Producción 1, 50 partes en peso de agua y 10 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$), se obtienen partículas pesticidas de la presente invención (diámetro medio de partícula: $9,1 \mu\text{m}$).

Ejemplo de Producción 3

Mediante el mismo procedimiento que el del Ejemplo de Producción 1, siempre que se utilicen 60 partes en peso del Agrocer 06 utilizado en el Ejemplo de Producción 1, 25 partes en peso de agua y 15 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$), se obtienen partículas pesticidas de la presente invención.

Ejemplo de Producción 4

Mediante el mismo procedimiento que el del Ejemplo de Producción 1, siempre que se utilicen 80 partes en peso del Agrocer 06 utilizado en el Ejemplo de Producción 1 y 20 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$), se obtienen partículas pesticidas de la presente invención (diámetro de partícula medio: $15,9 \mu\text{m}$).

Ejemplo de Producción 5

Mediante el mismo procedimiento que el del Ejemplo de Producción 1, siempre que se utilicen 80 partes en peso del Agrocer 06 utilizado en el Ejemplo de Producción 1, 10 partes en peso de agua y 10 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$), se obtienen partículas pesticidas de la presente invención (diámetro de partícula medio: $11,9 \mu\text{m}$).

Ejemplo de Producción de Referencia 1

A una mezcla (conteniendo un 12,5% en peso de polietileno) de 25 partes en peso de Hordamer PE03 (40% en peso de una dispersión acuosa de polietileno (punto de fusión: 96°C , diámetro de partícula: $0,17 \mu\text{m}$) suministrada por Clariant) y 55 partes en peso de agua, se añadieron 20 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$, pulverizada mediante un molino de chorro) y se agitó para dar lugar a una dispersión. La dispersión fue deshidratada por aspersión bajo las mismas condiciones que las del Ejemplo de Producción 1 y pulverizada para dar lugar a partículas pesticidas de referencia.

Ejemplo de Producción de Referencia 2

A una mezcla (conteniendo un 12,5% en peso de polietileno) de 50 partes en peso del Hordamer PE03 utilizado en el Ejemplo de Producción de Referencia 1 y 30 partes en peso de agua, se añadieron 20 partes en peso de flumioxacina (diámetro medio: $3,3 \mu\text{m}$, pulverizada mediante un molino de chorro) y se agitó para dar lugar a una dispersión. La dispersión fue deshidratada por aspersión bajo la mismas condiciones que las del Ejemplo de Producción 1 y pulverizada para dar lugar a partículas pesticidas de referencia.

Ejemplo de Ensayo 1

Muestras de las partículas de pesticida fueron añadidas a 50 ml de agua dura (342 ppm, agua estándar CIPAC) y suspendidas para producir una concentración de flumioxacina de 500 ppm.

Por otra parte, 200 ml de agua dura (342 ppm, agua estándar CIPAC) fueron cargados en una probeta graduada de 250 ml con tapón y mantenidos a 30°C . Se añadió la suspensión de la muestra de partículas de pesticida obtenida anteriormente y a continuación la probeta fue tapada y volteada de arriba a abajo 30 veces durante un minuto.

Después de dejarla reposar a 30°C durante 30 minutos, se recogieron 25 ml de la suspensión a la altura de la posición de graduación de la probeta de 125 ml aproximadamente. Se midió el contenido de flumioxacina en la suspensión recogida mediante análisis cuantitativo utilizando cromatografía líquida de alto rendimiento y se calculó la tasa de suspensión mediante la fórmula siguiente.

Tasa de suspensión (%) = {(cantidad de flumioxacina recogida)/(cantidad total de flumioxacina en las partículas de pesticida utilizadas para el ensayo)/10}X100

ES 2 282 781 T3

Los resultados están presentados en la Tabla 1.

TABLA 1

	Tasa de suspensión (%)
Ejemplo de Producción 1	78
Ejemplo de Producción 4	78
Ejemplo de Producción de Referencia 1	49
Ejemplo de Producción de Referencia 2	19

Ejemplo de Ensayo 2

Una cantidad designada de cada una de las partículas pesticidas obtenidas en los Ejemplos de Producción 1 y 4 fue mezclada con 1 litro de agua sometida a intercambio iónico y agitada lentamente a 25°C. Después de un periodo designado, se recogieron 100 ml de la muestra del centro del vaso de precipitados y se filtraron. La flumioxacina fue extraída del sólido filtrado y se midió la cantidad de flumioxacina en el sólido. A partir de los resultados se determinó la tasa de elución de flumioxacina de las partículas de pesticida de la presente invención después de un periodo designado.

Los resultados están presentados en la Tabla 2.

TABLA 2

		Tasa de Elución (%)
	Cantidad utilizada para el ensayo (mg)	Después de 6 horas
Ejemplo de Producción 1	573	61
Ejemplo de Producción 4	795	41

A continuación, se describen ejemplos de la composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 1

Veinte partes en peso de flumioxacina (diámetro de partícula: 3,3 μm , pulverizada mediante un molino de chorro) fueron añadidas a 80 partes en peso de Agroc 06 (25% en peso de una dispersión acuosa de polietileno oxidado (punto de fusión: 115°C, diámetro de partícula: 0,19 μm , contenido de ácido libre: 16-19 mg de KOH/g) proporcionada por Clariant) y se agitó para producir una dispersión. La dispersión fue deshidratada por aspersión bajo las mismas condiciones que las del Ejemplo de Producción 1 y el sólido obtenido fue pulverizado mediante un pulverizador (diámetro del tamiz: 1,5 mm, revoluciones: 10000 rpm, producido por Nihonseiki Seisakusho) para producir las partículas de pesticida de liberación controlada (diámetro de partícula: 14,2 μm).

Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas anteriormente, 10 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 66,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 2

Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 10 partes en peso de ligninsulfonato de sodio (nombre comercial: Reax 85A, Westvaco Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 66,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

ES 2 282 781 T3

Ejemplo de Formulación 3

5 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 10 partes en peso de polvo Demol EP (surfactante polimérico de tipo ácido policarboxílico específico, Kao, Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 66,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 4

10 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 20 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 56,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 5

20 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 40 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 36,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 6

25 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 70 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 6,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 7

35 4,4 Partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 10 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 84,1 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 8

40 0,88 Partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 10 partes en peso de un condensado de alquilnaftalenosulfonato de sodio con formalina (nombre comercial: Morwet D-425, Crompton Corp.), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 87,62 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una composición pesticida de la presente invención.

Ejemplo de Formulación 9

50 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 76,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una formulación pesticida.

Ejemplo de Formulación 10

55 Veintidós partes en peso de las partículas de pesticida obtenidas en el Ejemplo de Formulación 1, 10 partes en peso de polietilén glicol (nombre comercial: PEG 1000, Sanyo Chemical Industries), 1,5 partes en peso de alquilnaftalenosulfonato de sodio (nombre comercial: Morwet EFW, Crompton Corp.) y 66,5 partes en peso de caolín hidratado fueron pulverizadas y mezcladas en un mortero para producir una formulación pesticida.

Ejemplo de Ensayo 3

65 A 1000 ml de agua sometida a intercambio iónico, se añadieron 3,58 g de la composición pesticida para el ensayo y se agitó con un agitador magnético durante 3 horas a 25°C. Posteriormente, se recogieron 100 ml de esta suspensión y se filtraron para dar lugar a un sólido. Se midió la cantidad de flumioxacina en el sólido mediante cromatografía líquida de alta resolución. La cantidad de flumioxacina en la composición pesticida para el ensayo fue calculada utilizando el valor medido y se determinó la tasa de elución.

ES 2 282 781 T3

Los resultados están presentados en la Tabla 3.

TABLA 3

	Tasa de elución (%)
Ejemplo de Formulación 1	34,2
Ejemplo de Formulación 2	34,7
Ejemplo de Formulación 3	33,4
Ejemplo de Formulación 9	58,0
Ejemplo de Formulación 10	55,9

Según se muestra en la Tabla 3, las composiciones pesticidas obtenidas en los Ejemplos de Formulación 1, 2 y 3 son eficaces para controlar la liberación del ingrediente activo pesticida. Por otra parte, las composiciones pesticidas obtenidas en los Ejemplos de Formulación 9 y 10, en las que las cantidades del surfactante aniónico son menores del 10% en peso, dieron una tasa de elución mayor.

La partícula pesticida de la presente invención pueden controlar la liberación del ingrediente activo pesticida contenido en la misma y es excelente para mantener un estado de dispersión uniforme después de la dispersión en agua.

En particular, la composición pesticida que contiene dicha partícula de pesticida, un surfactante aniónico y un vehículo, en la que el contenido del surfactante aniónico es del 10% en peso o mayor, es eficaz para controlar la liberación del ingrediente activo pesticida.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una partícula que es obtenible mediante la deshidratación por aspersión de una dispersión en la cual un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado están dispersados en agua.
2. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el polietileno oxidado tiene un punto de fusión de 80-150°C.
- 10 3. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en la que el ingrediente activo pesticida insoluble en agua tiene 80°C o más de punto de fusión.
4. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en la que el ingrediente activo pesticida insoluble en agua es flumioxacina.
- 15 5. Una composición pesticida que contiene la partícula de acuerdo con la reivindicación 1, un surfactante aniónico y un vehículo.
- 20 6. La composición pesticida de acuerdo con la reivindicación 5, en la que el contenido del surfactante aniónico es del 10% en peso o mayor.
7. La composición pesticida de acuerdo con la reivindicación 5, en la que el contenido del surfactante aniónico es del 10-25% en peso.
- 25 8. La composición pesticida de acuerdo con la reivindicación 5, en la que el contenido de la partícula, del surfactante aniónico y del vehículo es de 0,1-40%, 10-25% y 5-89,9% en peso, respectivamente.
9. La composición pesticida de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5-8, en la que el ingrediente activo pesticida insoluble en agua de la partícula es flumioxacina.
- 30 10. Un método para producir una partícula pesticida que comprende: a) una etapa para preparar una dispersión en la que un ingrediente activo pesticida insoluble en agua y polietileno oxidado son dispersados en agua y b) una etapa para deshidratar por aspersión la dispersión.

35

40

45

50

55

60

65