

Anexo al 7

351284

P.- 37.770

PHN 2339

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE B-01	A-01
SUBCLASE J	N

Memoria descriptiva



20 ABR. 1968

para solicitar Patente de Invención en España por 20 años

a nombre de N. V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda

por: "UN METODO PARA FABRICAR UN COMUESTO GRANULAR BLANCO"
(Clase Internacional B01j A01n)

SECRET

20



Esta invención se refiere a gránulos de compuestos activos, tales como compuestos pesticidas y abonos artificiales, que se emplean en agricultura y horticultura.

5 Por compuestos pesticidas se debe entender compuestos tales como, por ejemplo, compuestos herbicidas, acaricidas, insecticidas y fungicidas que se utilizan para el control de organismos perniciosos.

10 Especialmente el gránulo pesticida es una forma granular de la formulación de pesticidas que ha despertado un gran interés en los últimos años, dichos pesticidas se esparcen sobre el terreno o sobre el agua y frecuentemente se desintegran por la acción del agua.

15 Los gránulos varían de diámetro entre aproximadamente 0,02 cm y 0,5 cm y pueden contener, además del componente activo, material sólido como soporte inerte, agentes de unión y posiblemente sustancias tensioactivas, lubricantes y agentes de estabilización.

20 Los materiales inertes sólidos que frecuentemente se usan como portadores en los gránulos són, por ejemplo, minerales de base silicato, tal como caolín, bentonita, atapulgita y pómez, y también minerales de base carbonato, tal como mármol, greda y dolomita, En algunos casos se hace uso de materiales portadores orgánicos, tales como, 25 por ejemplo, partículas de cáscara de nuez, pipas de frutas y posos de café. Los agentes de unión facilitan o efectúan la adhesión del constituyente activo sobre o en el interior del material portador. Medios adecuados que se pueden utilizar como tales son, por ejemplo, albú- 30 minas, hidratos de carbono, sulfonatos de lignina, almi-

351284



20
dón hidrolizado, almidón, polisacáridos, polimetacrilatos, polietilénpolisulfuros y sulfonatos metálicos. La adición de sustancias tensoactivas tales como alcoholes grasos sulfonados, alcoholifenolpoliglicoléteres, alcoholarsulfonatos y compuestos de amonio cuaternarios y lubricantes, tales compuestos de silicio, por ejemplo silicato cálcico sintético, dá lugar a que el agente de unión entre en contacto con la sustancia activa y el material portador más rápida y uniformemente, dando lugar a una mejor distribución de la sustancia activa sobre el material portador.

5
10
15
Los agentes estabilizantes sirven para inhibir o retrasar cualquier desintegración del compuesto activo y por tanto la disminución de la actividad de éste. Los agentes de estabilización adecuados que se pueden citar son, por ejemplo epiclorhidrina y hexametilentramina.

20
25
Al esparcir los gránulos sobre la superficie que debe de ser tratada es importante evitar tanto una sobredosificación que no se paga como una dosificación escasa que no produce el efecto deseado. Por tanto, al esparcir, se debe juzgar visualmente y frecuentemente la dispersión de los gránulos y la cuestión de si el terreno está satisfactoriamente cubierto con los gránulos, por lo que es aconsejable que los gránulos se hagan convenientemente visibles.

30
Es posible obtener gránulos con un color blanco que es bien visible contra el suelo empleando materiales portadores blancos o sustancialmente blancos (como por ejemplo, caolín o dolomita blanca de Noruega). Sin em-



bargo, tal producto granular no es interesante en el aspecto económico debido al costo relativamente elevado de la sustancia portadora utilizada.

Otro factor que es importante para un ventajoso empleo de las composiciones granulares en agricultura y horticultura es el grado de desintegración de los gránulos.

Durante el almacenamiento de las composiciones granulares los gránulos se romperán en pequeñas partículas en mayor o menor extensión y en función de las condiciones de almacenamiento que predominan tales como la temperatura y la humedad relativa del aire ambiente, y la composición de los gránulos, y aún tendrá lugar una ulterior desintegración durante el transporte y especialmente durante el transporte en el equipo mecánico de dosificación.

La presencia de pequeñas partículas en una composición granular tiene la desventaja de que, cuando se esparce la composición, estas partículas que caen a muy baja velocidad se mantienen volando por encima de la región que ha de ser tratada durante un largo tiempo o contaminan las regiones de alrededor mediante las corrientes de aire pudiendo dar lugar a situaciones peligrosas, especialmente si el componente activo de la formulación es tóxico.

Además, la nube de pequeñas partículas de la composición causan muchos problemas al continuar esparciendo los gránulos, pues la piel, los ojos, y también la garganta y faringe de los obreros se irritan por dichas partículas.

351284



Los solicitantes han encontrado también que en las composiciones convencionales granulares frecuentemente se ha dado poca atención a la sorción o desorción de los constituyentes desde los alrededores al gránulo o desde el gránulo a los alrededores. Especialmente en los gránulos que contienen constituyentes volátiles, tal como agua, y sustancias activas volátiles, tal como 2,6, diclorobenzonitrilo, la desorción de estos constituyentes desde el gránulo juega un papel importante y dá lugar a una rápida disminución en la calidad y/o actividad de los gránulos.

Los solicitantes han encontrado ahora que es posible de una manera sencilla obtener gránulos que tienen un color blanco, que no se desintegran o lo hacen difícilmente y que presentan un mínimo intercambio de materias con los alrededores durante el almacenamiento.

La invención consiste en un gránulo cuyo núcleo es un compuesto activo a una combinación de un compuesto activo con un material portador inerte sólido, agentes de unión y posiblemente sustancias tensoactivas, lubricantes y agentes estabilizantes, y se caracteriza porque el núcleo está rodeado por una capa que consiste fundamentalmente en TiO_2 .

Se conocen gránulos que están rodeados por una capa de resina y en consecuencia son activos durante un período más largo y pueden resistir mejor la desintegración.

Al fabricar tales gránulos se mezcla una resina líquida con los gránulos y posteriormente antes de que haya secado la resina líquida que rodea los gránulos

351284



se añade a la composición un pigmento en polvo, resina u otro compuesto pulverulento usado en agricultura, con objeto de evitar la aglomeración de los gránulos individuales.

5 Los gránulos fabricados mediante este procedimiento conocido pueden contener partículas de pigmentos que forman una segunda capa alrededor de la capa de resina mencionada anteriormente.

10 El gránulo conforme a la presente invención se distingue del gránulo mencionado anteriormente inter alia (entre otras cosas) en que una capa externa de TiO_2 se une directamente a la superficie del gránulo sin emplear una capa intermedia como la de la resina.

15 El gránulo de acuerdo con esta invención debe fabricarse mezclando un compuesto granular activo con TiO_2 finamente dividido o fabricando un gránulo de la manera conocida con los constituyentes previamente mencionados (compuesto activo, material portador, agentes de unión y posiblemente sustancias tensoactivas, lubricantes y agentes estabilizantes) y mezclando este gránulo con TiO_2 finamente dividido. Los gránulos de compuestos pesticidas se pueden obtener, por ejemplo, impregnando el material portador granular con una sustancia activa, posiblemente con el empleo de agentes de unión y materiales tensoactivos. También se pueden mezclar materiales portadores en polvo con la sustancia activa, agentes de unión y posiblemente sustancias tensoactivas, lubricantes y agentes estabilizantes y esta mezcla puede ser comprimida, posiblemente después de añadir un poco de agua, con lo que el agente de unión funde debido al

20

25

30

16.4.1968



20

calor desarrollado. El producto se pasa por rodillos y después se tritura para formar gránulos en un desintegrador, en donde después se tamiza el producto granulado. Es también posible después de mezclar la sustancia activa con los materiales portadores, los agentes de unión y posiblemente con los lubricantes y las sustancias tensoactivas, añadir agua u otro líquido a la mezcla referida para obtener una pasta que se extruye y corta en gránulos después de secar.

5

10

La adhesión intrínseca del TiO_2 finamente dividido es tal que comparativamente se pueden aplicar capas muy gruesas sobre los gránulos. Sin embargo es interesante en el aspecto económico añadir el suficiente TiO_2 a la composición granular para que se forme una capa de un espesor medio entre $1/\mu$ y $500/\mu$ y los gránulos contengan entre 1 y 25% en peso de TiO_2 .

15

20

También es posible fabricar el gránulo de acuerdo con esta invención mezclando una composición granular con una dispersión de TiO_2 finamente dividido en agua o en un líquido orgánico. Los líquidos orgánicos que se pueden utilizar con este propósito son, por ejemplo, cetonas, glicoles, glicoléteres, alcoholes y hidrocarburos. En un método económicamente ventajoso para fabricar gránulos de acuerdo con esta invención el agente dispersante utilizado es petróleo.

25

30

Si se tratan gránulos de forma muy irregular con una dispersión de TiO_2 finamente dividido, es preferible añadir un agente formador de película, tal como acetato de celulosa o poli(alcohol vinílico), a la dispersión de TiO_2 en el líquido, pues los gránulos son así



mejor rodeados y por tanto se rompen en menor extensión por las fuerzas externas.

5 Durante el tratamiento de una composición granular con TiO_2 finamente dividido, las pequeñas partículas presentes en la composición son o aglomeradas en partículas más grandes mediante el TiO_2 o unidas a los gránulos mayores debido a la capa de TiO_2 que se forma. Se ha encontrado también que los gránulos de esta invención tienen una alta resistencia a ser desintegrados. Esto se debe sustancialmente a la fuerte adhesión intrínseca del TiO_2 y a la fuerte cohesión resultante de las partículas individuales en la capa de TiO_2 . Esta fuerte cohesión asegura una satisfactoria resistencia frente a las fuerzas externas que actúan sobre los gránulos. Especialmente si las partículas de TiO_2 son de pequeño tamaño, por ejemplo $1/\mu$, la adhesión intrínseca es grande y se obtiene también una densa agrupación de partículas en la capa de TiO_2 . En consecuencia tiene lugar un intercambio mínimo de material entre la parte externa del gránulo y los alrededores a través de la capa de TiO_2 y la expansión y contracción del gránulo debidas a la sorción o desorción de sustancias desde o hacia los alrededores a través de la capa de TiO_2 es inhibida, evitando así la prematura desintegración del gránulo. Puesto que el componente activo no emigra del gránulo ni se desintegra debido a influencias externas la duración del gránulo respecto a la actividad biológica es también mejorada.

Los compuestos pesticidas que se pueden utilizar en el gránulo de acuerdo con la presente invención

16.4.1968

- 8 - 351284



son entre otros (inter alia) : monuron, diuron, linuron, propazina, simzina, 2-6diclorobenzamida, heptacloro, clordane, HCH, 4-cloropiridin-N-óxido, 2,6-diclorobenzonitrilo y compuestos orgánicos de estaño tetravalente, tal como hidróxido de trifenilestaño cloruro de trifenilestaño y acetato de trifenilestaño. Preferentemente se usa en el gránulo, de acuerdo con la invención, 2-6diclorobenzonitrilo como sustancia activa.

Cuando el gránulo de acuerdo con esta invención se usa para el control de organismos perjudiciales y/o la estimulación de la vegetación deseada es importante que el constituyente activo pueda ser liberado de la forma de la formulación, en este caso un gránulo cuya capa exterior consiste en partículas de TiO_2 . La capa de TiO_2 del gránulo de acuerdo con la invención es más o menos permeable a la humedad en función de la finura de las partículas de TiO_2 y del espesor de la capa por lo que, cuando se esparce por el terreno, la capa de TiO_2 se desintegra más o menos rápidamente debido a la humedad presente en el terreno o mediante la humedad de la atmósfera (lluvia), permitiendo así controlar la liberación del constituyente activo y por tanto el período de actividad del gránulo.

Ejemplos

I. En un mezclador horizontal se mezclaron 84 kgs de dolomita molida (posiblemente greda), 5 kgs de sulfito sódico en polvo (lejía) 1 kg de sal sódica de alcoholes grasos sulfonados y 10 kgs de 2,6-diclorobenzonitrilo



molido. Después de que la mezcla estuvo totalmente homogénea, se derramaron 2 litros de agua en el polvo mientras se agitaba, y se continuó mezclando durante otros pocos minutos.

5 El polvo así mojado con el agua se introduce ahora en el llamado "compactador" en el cual el polvo se comprime bajo presión elevada para formar cintas o placas.

10 Durante este proceso se desprende mucho calor de manera que parte del agua se evapora.

Las cintas o placas se hacen muy duras después de enfriar y pueden entonces ser pasadas a través de una trituradora que rompe las cintas en proporción considerable y forma gránulos.

15 Estos gránulos se separan en las fracciones deseadas mediante una máquina tamizadora que funciona continuamente.

20 La fracción (los polvos) que es demasiado fina se vuelve al equipo de mezclado, mientras que la fracción que es demasiado gruesa es de nuevo triturada en la trituradora, de la cual la máquina de tamizar separa finalmente de nuevo la fracción de gránulos deseada.

25 A la composición granular resultante se añade un 2% en peso de TiO_2 finamente dividido, en un tambor mezclador. Después de mezclar, el producto resultante se tamiza, con el fin de que cualquier aglomerado de TiO_2 que no se haya unido a los gránulos se separe de la composición granular.

30 II. De la manera descrita en el ejemplo I, se mezclan el material portador (dolomita), agente de unión

Anexo al I



(capa de sulfito), compuesto activo (2,6-diclorobenzonitrilo) y una sustancia tensoactiva (sal sódica de alcoholes grasos sulfatados) y se forman los gránulos. A la composición granular resultante se añaden 6 litros de una dispersión de TiO_2 al 30% en glicoléter. El producto obtenido se tamiza y seca con objeto de aliminar el glicoléter residual.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el día 8 de Marzo de 1967, bajo el número 67.03610, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

1.- Un método para fabricar un compuesto granular blando, caracterizado porque se aplica directamente TiO_2 finamente dividido a los gránulos que consisten en un compuesto activo o una combinación de un compuesto activo con un material portador sólido inerte, agentes de unión y posiblemente sustancias tensoactivas, lubricantes y agentes de estabilización.

2.- Un método como se reivindica en la rei-



Am. al 8

vindicación 1, caracterizado porque los gránulos se mezclan con TiO_2 en polvo.

5 3.- Un método como se reivindica en la reivindicación 1, caracterizado porque los gránulos se tratan con una dispersión de TiO_2 finamente dividido en agua o en un líquido orgánico.

10 4.- Un método como se reivindica en la reivindicación 3, caracterizado porque los gránulos se tratan con una dispersión de TiO_2 finamente dividido en petróleo.

5.- Un método para fabricar un compuesto granular blanco.

15 Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

1 MAR. 1969.

P.A.

351284

26.2.1969

SAP/