

412758

3

Int Cl.⁴ B01J 13/02, A01N 25/28

~~Int. Cl.²: B01J~~

25 OCT. 1976

CONFIDENTIAL

MEMORIA DESCRIPTIVA

PATENTE DE INVENCION

DURACION: 20 AÑOS

OBJETO: "PROCESO DE ENCAPSULACION"

- . - . - . - . - . -

A favor de: STAUFFER CHEMICAL COMPANY

Domicilio: 1200 South 47th RICHMOND, California
(U.S.A.)

Nacionalidad: Norteamericana

- . - . - . - . - . -

Inventor: HERBERT B. SCHER, MORAGA, California

000000000000000000000000000000

**POOR
QUALITY**

La presente invención, tal como su enunciado indica, se refiere a un procedimiento de encapsulación, según la descripción que de la misma se realice, que ha de entenderse en su más amplio sentido y no restrictivamente.

5 Este invención se refiere a la encapsulación y, particularmente, a la producción de cápsulas pequeñas o diminutas constituidas por una piel o un ligero tabique de una composición orgánica que incluye un cuerpo de material, como por ejemplo un líquido. El procedimiento de esta invención está dirigido a la producción de tales cápsulas que pueden ser producidas a un tamaño determinado de antemano y por un método conveniente y rápido mediante la reacción química "in situ", en la que una suspensión, o una recolección de esferas discretas o de esferoides capsulares es formado en un cuerpo de un líquido que, a continuación se puede separar fácilmente o retenerse y utilizarse en dicho líquido.

10

15

Las cápsulas de esta naturaleza y descripción tienen una variedad de usos, como por ejemplo para contener tintes, tintas, reactivos químicos, productos farmacéuticos, materiales para dar sabor, fungicidas, bactericidas, pesticidas, tales como herbicidas, insecticidas y similares, cuyas sustancias pueden ser disul-

20

25

tas, suspendidas o en cualquier otra forma dispersas en o como el material que hay que incluir en la cápsula. El material que hay que encapsular puede ser -
5 utilizado en la dispersión inicial a un temperatura que esté por encima de us punto de fusión o disolvente o dispersarse en un disolvente orgánico apropiado
inmiscible en agua. La naturaleza del material inmiscible en agua que hay que encapsular puede ser de origen orgánico o inorgánico. una vez encapsulado, el líquido o cualquier otra forma es preservado hasta que
10 es liberado por algún medio o instrumento que rompa, aplaste, finda disuelva o en cualquier otra forma quite la piel de la cápsula, o hasta que sea liberado por difusión lo que se efectúa en condiciones apropiadas.
Un importante aspecto específico de esta invención, junto con otras características y ventajas que se contemplan en la invención, es el procedimiento para la polimerización que implique la reacción entre los monómeros polisocionatos, para producir una piel capsular de poliurea.

20 Hasta el momento presente se han utilizado, o se han descrito, una variedad de técnicas para los procedimientos de encapsulación. Entre éstos se encuentra el método por el cual la película que envuelve se deposita, por condensación y otros procedimientos que
25 implican la polimerización de una sustancia contenida

en gotas o en una fase líquida rodeante continua, de forma que se deposite el polímero resultante en la superficie de dichas gotas. Otro método implica el disparo de gotas a través de una película descendente de un material de pared de cápsula líquido que, a continuación, se solidifica alrededor de las gotas individuales. Se conocen diversos métodos de hacer el encapsulado por condensación interfacial entre los reactivos complementarios de acción directa. Dentro de estos métodos están las reacciones para producir diversos tipos de polímeros como paredes de las cápsulas. Muchas de estas reacciones para producir una sustancia de revestimiento se producen entre una amina que debe ser por lo menos de carácter difuncional y un segundo reactante intermedio de ácido o, más exactamente, de naturaleza derivada del ácido, que para producir una poliamida es un cloruro ácido difuncional o polifuncional. Las aminas que se emplean principalmente, o que se proponen en estos métodos son tipificadas por diaminas de etileno o similares, que tienen por lo menos dos grupos amino primarios.

Para muchos procedimientos de encapsulación hay un requerimiento final de separación de los materiales encapsulados a partir del medio formador. Durante el procedimiento de manipulación, el material de tabique de la cápsula es sometido a grandes tensiones y

tiranteces. Por esta razón, la delgada piel o pared de la célula, que es altamente deseable, queda grandemente restringida en los métodos de las artes previas. Uno de los objetivos primordiales de la presente invención es proveer un nuevo procedimiento mejorado de encapsulación que es rápido y efectivo, y que evita la necesidad de separar el material encapsulado. Una de las ventajas especiales es, por tanto, la formación permisible de pieles o paredes celular es extremadamente delgadas en conjunción con las cápsulas.

La polimerización interfacial implica, por lo general, en poner juntos dos líquidos inmiscibles, por ejemplo, agua y disolvente orgánico, respectivamente, conteniendo intermediarios orgánicos complementarios, de acción directa, que reaccionarán unos con otros para establecer un policondensado sólido. Dichos policondensados, como por ejemplo la poliamida, el poliéster, el poliuretano, la poliurea o sustancias similares, pueden formarse de resinas intermedias o monómeros. También se ha propuesto la pulverización de gotitas de disolvente orgánico conteniendo un cloruro - diácido a un líquido acuoso que contengan, por ejemplo, glicol de etileno con el objeto de encapsular el líquido orgánico o aceite en cápsulas de poliéster. Estos esfuerzos han resultado cortos en cuanto a valor práctico en varios aspectos. Por ejemplo, se requiere de

aparatos especiales para esta técnica. Además, diversos experimentos realizados han demostrado la dificultad de establecer las cápsulas deseadas en forma discreta de la que la coalescencia de las cápsulas parcialmente formadas en una masa heterogénea de materiales que carezcan de formación evidente de cápsula se produzca. El control del tamaño de la cápsula, y de su uniformidad, es bastante difícil en el método del arte previo.

Los procedimientos parecen estar limitados en tipos de reacciones y de productos implicados. Un método particular de encapsulación por policondensación facial se describe en la Patente de los Estados Unidos nº 3.577.515, emitida el 4 de mayo de 1.971. Esta patente describe un método continuo o de lote, - que requiere un primer reactivo y un segundo reactivo completamente al primer reactivo, con cada uno de los reactivos en fases separadas de forma que el primero y el segundo reactivos reacciones en la parte interfacial entre las gotitas, para formar las gotitas encapsuladas. Como se hará evidente más adelante, la invención que nos ocupa elimina la necesidad de utilizar un segundo reactivo puesto que se ha comprobado que un cuerpo de encapsulación del tipo poliurea puede ser formado con gran facilidad y dotado de ventajas especiales.

En contradicción con las artes, previas y de acuerdo con la práctica preferida de la presente inven-

ción, se ha descubierto que la encapsulación efectiva por polimerización interfacial de un intermediario - isocianato orgánico puede efectuarse en un procedimiento que utiliza dos líquidos sustancialmente inmiscibles, uno de ellos denominado como fase acuosa, y el otro llamado fase orgánica, y que comprende el establecimiento de una dispersión física de la fase orgánica en la fase acuosa, conteniendo dicha fase orgánica el intermediario isocianato orgánico para la piel o envoltorio de la cápsula de poliurea. La polimerización interfacial de la presente invención para la formación de la pared capsular implica la hidrólisis de un monomero isocianato con el fin de formar una amina en forma tal que ésta, a su vez, reaccione con otro monomero isocianato para formar el envoltorio de poliurea. Durante la hidrólisis del monomero isocianato, el dióxido de carbono queda liberado. No se precisa la adición de ningún otro reactivo una vez que la dispersión que establece las gotitas de la fase orgánica dentro de una fase líquida continua, es decir, la fase acuosa, se ha llevado a cabo. A continuación, y preferentemente con agitación moderada de la dispersión, se lleva a cabo la formación de la piel o envoltorio de cápsula poliurea alrededor de las gotitas orgánicas dispersas, mediante el calentamiento de la fase líquida continua o mediante la introducción de una cantidad catalítica de una amina bá-

sica o de otro agente apropiado para aumentar el ritmo de hidrolisis isocianato, como por ejemplo el acetato tri-n-butil de estaño, opcionalmente en adición que -
ajusta el pH de la dispersión, con lo que se realiza la reacción de condensación deseada en la interferencia entre las gotitas orgánicas y la fase continua.
De esta forma, se forman cápsulas discretas, plenamente satisfactorias, que tienen una piel que consiste en la poliurea producida por la reacción y que contiene el material encapsulado. Dentro del procedimiento de la invención, la reacción que forma la piel o envoltorio de la cápsula es, por lo general, terminado, de forma que esencialmente no queda ningún polisocianato no reaccionado. No es necesario proceder a la separación de las cápsulas para la utilización deseada, es decir, que el material encapsulado puede ser utilizable directamente, lo que depende de la utilización - que se pretenda realizar. Sin embargo, dicha separación se puede llevar a cabo, antes de la utilización por cualquiera de los procedimientos normales de separación que implican, por ejemplo, el asentamiento, la filtración o espumado de las cápsulas recogidas, el lavado y, si así se desea, el secado de las mismas. El producto de los procedimientos de esta invención - es particularmente apropiado para las aplicaciones

5

10

15

20

25

5 pesticides agrícolas directas, pudiéndosele añadir agentes adicionales, tales como espesantes, biocidas, surfactantes y dispersantes con el fin de mejorar su estabilidad en almacenamiento y su facilidad en el momento de la aplicación. La dispersión inicial de la fase orgánica a la fase acuosa puede ser ayudada con un emulsificador o agente dispersante apropiado, y el control del tamaño y de la uniformidad de las cápsulas terminadas se efectúa con gran facilidad por cualquier método conveniente para la dispersión de un líquido en otro.

10

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es una representación esquemática de una de las realizaciones de un procedimiento de acuerdo con la invención que nos ocupa, para la preparación de dispersiones en cápsulas;

15

La figura 2 es una representación esquemática de una segunda realización de un procedimiento de acuerdo con esta invención, para la preparación dispersiones en cápsula; y, finalmente,

20 La figura 3 es una representación esquemática de una tercera realización de un procedimiento de acuerdo con la invención que nos ocupa, para la preparación de dispersiones en cápsula.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

25

5 En todos los casos, dentro de la práctica de la presente invención, el procedimiento efectivo implica, en primer lugar, la producción, como por ejemplo por simple agitación, de una solución de agua, un surfactante apropiado y un coloide protector. Estos tres ingredientes comprenden la fase acuosa o la fase
contínua del procedimiento.

10 La fase acuosa o continua está esencialmente libre de cuales quiera componentes que puedan reaccionar con el material en la misma o con cualquiera de dichos grupos de materiales. El surfactante y el coloide protector de la fase acuosa no entran en la reacción de policondensación por la que se formará la pared de la cápsula en cuestión.

15 A título de nuevos ejemplos, los surfactantes de la fase acuosa o continua se pueden describir como surfactantes moniónicos, aniónicos o catiónicos en la escala HLB (hidrofila-lipofila equilibrada) desde aproximadamente 12 hasta aproximadamente 16. Hay una diversidad de surfactantes que satisfacen este requerimiento de la escala HLB.
20

Entre los surfactantes aceptables se encuentran los compuestos conocidos como sulfonato de sodio isopropilo naftaleno, laurato polioxietilenesorbitol oleato, nonifenoles etoxilados, sin embargo, el surfactante preferido es de la clase de éteres de glicol po-
25

lietileno de álcoholes lineales. Como quiera que el surfactantes se describe aquí como colocado en una fase acuosa, debe advertirse que también se puede colocar en la fase orgánica. Sin la referencia específica a la fase en la que se coloca el surfactante, habrá una partición y distribución del surfactante entre cada una de las fases mediante el mezclado de las fases, lo que depende de la relativa solubilidad de las mismas. El uso del surfactante se puede omitir siempre que se utilice una proporción de corte suficientemente alta para formar la dispersión. En la realización preferida de esta invención se utiliza un surfactante. La escala de concentración del surfactante que se ha comprobado en mas aceptable en este sistema va desde aproximadamente el 0.01 por ciento hasta aproximadamente el 3.0 por ciento en peso basado en la fase cuosa. Se pueden utilizar concentraciones mas altas del surfactantes - sin que se produzca una mayor facilidad de dispersión.

También se encuentra presente en la fase acuosa o continúa un coloide protector que puede ser seleccionado de entre una amplia gama de dichos materiales. Los coloides protectores utilizables pueden ser demostrados por los ejemplos siguientes: poliacrilatos, celulosa de metilo, alcohol de polivinilo, poliacrilamida y poli(metilvinil eter/maleálico anhídrido)1 La cantidad de coloide utilizado dependerá de diversos -

factores, tales como el peso molecular, el tipo y efectividad dentro del medio, la compatibilidad y similares. Se ha comprobado que se puede añadir el coloide protector a la fase acuosa antes de la adición de la fase orgánica a la fase acuosa. Alternativamente, el coloide protector se puede añadir al sistema a continuación de la adición de la fase orgánica, o a continuación de la dispersión de la misma. Otra alternativa es que el coloide protector se puede añadir parcialmente antes de la adición de la fase orgánica, y parcialmente después de realizarla la dispersión. Por lo general, se utiliza desde aproximadamente el 0.1 por ciento hasta aproximadamente el 0.1 por ciento hasta aproximadamente el 0.5 por ciento por peso, basado en la fase acuosa.

Una segunda fase, que se conoce con el nombre de fase orgánica, comprende el material que hay que encapsular, y un polisocianato. El material que haya que encapsular puede ser utilizado en una forma concentrada o en una solución de un disolvente inmiscible en agua. El material que hay que encapsular puede ser utilizado como disolvente para el polisocianato. Sin embargo, con el fin de alcanzar la concentración deseada de material activo en el producto final, se puede utilizar un disolvente orgánico inmiscible en agua para disolver el material que hay que encapsular y el polisocianato. El material que hay que encapsular y el polisocianato se añaden simultáneamente a

a la fase acuosa. Como quiera que el material que hay que encapsular y el poliisocianato pueden ser añadidos con agitación lenta al reactor durante un tiempo suficiente para que cause una solución orgánica homogénea, el método preferido de adición simultánea de los componentes de la fase orgánica es en estado pre-mezclado. Es decir, el material que hay que encapsular y el poliisocianato se mezclan previamente para obtener una fase homogénea antes de la adición y mezclado con la fase acuosa. La cantidad de la fase orgánica puede variar desde aproximadamente el 1 por ciento hasta aproximadamente el 75 por ciento por volumen de la fase acuosa presente en la vasija de reacción. Las concentraciones en el extremo más bajo de la gama son relativamente indeseables toda vez que dan como resultado una suspensión muy diluida de las cápsulas. La cantidad preferida de fase orgánica es de aproximadamente el 25 por ciento hasta aproximadamente el cincuenta por ciento por volumen.

La naturaleza del poliisocianato orgánico determina la liberación, que son las propiedades de la cápsula formada mediante este procedimiento. Los poliisocianatos determinan también la fortaleza física estructural de la piel capsular. Los poliisocianatos orgánicos que se contemplan en este procedimiento incluyen aquellos miembros de la clase de poliisocianatos aromáticos que incluyen los diisocianatos aromá-

ticos, la clase de diisocianatos alifáticos, diisocianatos alifáticos de alto peso molecular, lineales, y los pre-polimeros isocianatos. Los que siguen son representativos de los diisocianatos aromáticos y de otros poliisocianatos:

- 5 1-cloro-2,4-fenileno diisocianato
m-fenileno diisocianato
p-fenileno diisocianato
4-4'-metilenebis (isocianato de fenilo)
2,4-Tolyléne diisocianato
- 10 Toliene diisocianato (60% 2,4-isomero, 40% 2,6-isomero)
2,6-Tolileno diisocianato
3,3'-Dimetil-4,4'-bifenileno diisocianato
4,4'-metilenebis (2-metilfenil isocianato)
- 15 3,3'-Dimetoxi-4,4'-bifenilene diisocianato
2,2', 5,5'-tetrametil-4,4'-bifenileno diisocianato
80% 2,4- y 20% 2,6-isomero de tolileno diisocianato
Polimetileno polifenilsocianato (PAPI)
- 20 Es altamente deseable utilizar combinaciones de los poliisocianatos orgánicos arriba citados. Dichas combinaciones, como por ejemplo la del polimetileno polifenilsocianato y el tolileno diisocianato, conteniendo el 80% de 2,4 y el 2,6-isomeros, producen excelentes revestimientos capsulares con propiedades de liberación controladas excepcionales.
- 25

La cantidad de poliisocianato orgánico que se utiliza en el procedimiento determinará el contenido de la pared de las capsulas formada en las mismas. Generalmente, basándose en la fase orgánica, habrá más del 2 por ciento aproximadamente por peso de poliisocianato orgánico presente. Sin embargo, esto no es en absoluto una limitación, y se puede utilizar una cantidad mayor, es decir, aproximándose al 100 por cien. Es claro que el 100 por cien no será enteramente deseable, puesto que ello daría por resultado un producto sin ningún material encapsulado. La gama preferida es desde aproximadamente el 2.0 por ciento hasta mas o menos el 75.0 por ciento por peso de poliisocianato orgánico, con lo que se forma un producto encapsulado que tenga el correspondiente contenido de pared, es decir, desde aproximadamente el 2.0 por ciento hasta casi el 75.0 por ciento. Más particularmente, la escala preferida va desde aproximadamente el 5.0 por ciento hasta aproximadamente el 50.0 por ciento de contenido de la pared.

De acuerdo con la práctica preferida de la presente invención, las fases generales que exponemos a continuación comprenden el procedimiento que utiliza las dos fases sustancialmente inmiscibles que se han descrito más arriba. En esencia, el procedimiento comprende el establecimiento de una dispersión física

de la fase orgánica en la fase acuosa o continua, estableciéndose dicha dispersión mediante gotitas del tamaño deseado en la fase acuosa. A continuación mediante el ajuste del pH de la mezcla resultante, y la temperatura dentro de la escala de temperatura - apropiada, se efectua la deseada reacción por condensación en la parte interfacial entre las gotitas y la fase continua, Fig. 1. Ciertas variaciones en la secuencia de las fases entre el ajuste del pH y la adición del calor requerido resultarán evidentes en la siguiente exposición y ejemplos.

La temperatura de la mezcla de dos fases, es decir, la dispersión de la fase orgánica en la fase acuosa, se eleva hasta aproximadamente 40°C hasta unos 60°C. La gama de temperaturas para la reacción de condensación dentro de la presente invención se encuentra entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 90°C. Como quiera que el calor para iniciar la reacción se puede aplicar a la dispersión de la fase orgánica en la fase acuosa simultáneamente, o después del ajuste del pH al valor deseado, la fase acuosa puede ser calentada a la temperatura requerida antes de los pasos de la adición de la fase orgánica y la dispersión. Fig. 3. En este procedimiento alternativo, el ajuste del pH se lleva a cabo después de que la dispersión se ha realizado y el pH se mantiene dentro de

los límites que se expondrán más abajo.

Dentro de una de las realizaciones de la presente invención, fig. 2, se ha comprobado que un catalizador capaz de aumentar el promedio de hidrolisis isocianato, por ejemplo, el tipo de amina básica, puede ser añadido a la fase orgánica o a la fase acuosa antes de la iniciación de la reacción de codensación deseada. Sin embargo, este paso no es necesario para la práctica con éxito de la presente invención.

Cuando se selecciona sustituir un catalizador para el aumento de la temperatura en el procedimiento, el producto obtenido por el mismo es comparable a un sistema no catalizado. La temperatura aumentada y el catalizador se pueden utilizar simultáneamente para efectuar la reacción de policondensación deseada. El catalizador en tal procedimiento se añade al sistema en el momento de la mezcla de las fases acuosas y orgánica.

Diversos catalizadores se han encontrado aceptables, dependiendo su selección de los factores fácilmente determinables por alguien que sea experto en el arte. Se ha comprobado que ciertas aminas orgánicas básicas, preferentemente las aminas terciarias,

y los acetatos de estaño alquilo como por ejemplo el acetato de estaño tri-butilo, y el diacetato de estaño di-n-butilo son catalizadores aceptables.

5 Cuando se utiliza un acetato de estaño alquilo, se emplea aproximadamente del 0.001 por ciento hasta aproximadamente el 1.0 por ciento por peso, basado en la fase orgánica. Incluyendo entre las aminas terciarias orgánicas básicas la diamina trietileno, -
10 la N,N,N',N' - tetrametil-1,3-butano-diamina, trietilamina, tri-n-butil amina y similares. La cantidad de catalizador variará con el sistema y las condiciones particulares. Cuando se utiliza una amina orgánica básica, se utiliza aproximadamente el 0.01 por -
15 ciento hasta aproximadamente el 10.0 por ciento por peso basado en la fase orgánica.

20 Se encontrará, con frecuencia, que el agua será ligeramente soluble en el material inmisible en agua que hay que encapsular. La cantidad de agua que se disolverá en el material que hay que encapsular -
25 dependerá de la naturaleza del material en cuestión.

Por lo general, la cantidad de agua disuelta será relativamente menor. Sin embargo, cuando se utiliza un material inmisible en agua que puede disolver una apreciable cantidad de agua, son preferibles ligeras desviaciones en los procedimientos normales que se describen en el presente. En tales siste-

temas se ha comprobado que las partículas con estructuras de pared pobremente definidas son el resultado. Las microcápsulas bien definidas dentro de la descripción de esta invención se pueden preparar añadiendo un catalizador apropiado a la fase acuosa despues de haber formado la emulsión.

5

Con ello, la mayor parte de la polimerización tiene lugar en la parte interfacial cuando el catalizador está presente. No se aconseja que se caliente la mezcla de preparacion, pero una proporción aumentada se formará dentro del material inmiscible en agua que puede disolver una cantidad apreciable de agua. - Este procedimiento se realiza preferentemente a aproximadamente la temperatura ambiente (15° a 30°C).

10

Este método de adición del catalizador a la fase acuosa despues de la dispersión no está limitado a la encapsulación de solamente el material inmiscible en agua que puede disolver una apreciable cantidad de agua, sino que generalmente encuentra su aplicación a cualquier material inmiscible en agua que se ha discutido y descrito en el presente.

15

20

Resulta satisfactorio preparar la fase acuosa como se ha descrito mas arriba. Mientras se agita la fase acusa se va añadiendo la fase orgánica, preferentemente en un estado pre-mezclado. Despues de la -

25

adición de la fase orgánica a la fase acuosa, se utiliza un medio apropiado de dispersión para dispersar un líquido dentro de otro.

5

Se puede utilizar convenientemente cualquier dispositivo de alto corte para obtener el tamaño apropiado de las gotitas dentro de la gama que va desde - aproximadamente 0.5 micrones hasta aproximadamente - 4.000 micrones. La gama real dependerá del uso final que se desee dar.

10

Como ejemplo, la gama preferente para la mayoría de las aplicaciones de pesticida es desde aproximadamente 1 micron hasta aproximadamente 100 micrones. El proceso objeto del presente es aplicable preparando cápsulas ampliamente variadas pero de tamaño uniforme. Una vez que se ha obtenido el tamaño de la gotita, los medios de dispersión empleados para establecer el tamaño deseado de las gotitas se suspenden. Solamente se precisa de una ligera agitación para el resto del procedimiento.

15

20

El procedimiento de la invención a que nos estamos refiriendo es apropiado para la realización y la producción satisfactorias del material encapsulado sin ajustarse a un valor específico del pH. Es decir, que no es necesario hacer ningún ajuste del pH del sistema durante el procedimiento de encapsulación. El

25

procedimiento de encapsulación se realizará el valor de pH de entre 0 hasta aproximadamente 14. La deseabilidad de cualquier ajuste del pH a un valor determinado dependerá de la naturaleza de los componentes del sistema, como por ejemplo el surfactante, el coloide, el catalizador, la temperatura, el material que haya que encapsular y similares. Por ejemplo, si se deja descender el pH por debajo de aproximadamente 7.0, el dióxido de carbono quedará liberado durante el curso de la reacción. Si es deseable eliminar la evolución del dióxido de carbono, se puede hacer el ajuste a un valor de pH de por lo menos 7.0 aproximadamente. Dentro de la realización, fig. 1 y fig. 2, el pH está ajustado después de la dispersión y mantenido a dicho valor durante el resto de la reacción de condensación. El ajuste del pH se puede realizar en la fase acuosa antes de la adición y la dispersión de la fase orgánica en la misma. El ajuste y el mantenimiento de un pH determinado a todo lo largo de la reacción se puede realizar con diversas bases solubles en agua o ácidos no reactivos con el intermedio del poliisocianato. - Preferentemente se pueden utilizar el hidróxido de sodio concentrado (solución al 25%), el hidróxido de potasio, el ácido clorhídrico y similares.

La evolución del dióxido de carbono puede dar lugar a una considerable formación de espuma y/o expansión del volumen, indeseables, lo que interfiere

5 en el proceso de la mezcla de reacción. Una alternativa al ajuste del pH con el fin de eliminar el exceso de espuma producida por la evolución del dióxido de carbono es la adición de un desespumante. Mediante la utilización de un desespumante es posible producir satisfactoriamente el material encapsulado con un pH ácido sin la adición de cáustica al sistema ácido. El desespumante se puede añadir en cualquier momento a la mezcla de preparación dentro de dichos envoltorios capsulares con lo que estos se forman para encapsular el material inmiscible en agua.

10 Como quiera que la reacción de condensación deseada en la parte interfacial entre las gotitas y la fase continua se produce con mucha rapidez, la mayor parte dentro de la primera media hora del tiempo de reacción, con el fin de asegurar la casi terminación de la reacción de condensación a través del sistema, las condiciones de reacción se continúan durante aproximadamente 2 hasta 3 horas. En condiciones ajustadas apropiadamente o con el catalizador apropiado, el tiempo de reacción se puede reducir. Al final de este período de tiempo, la formación de una pared de cápsula se habrá completado, con lo que se encapsulará el material orgánico dentro de la piel de un pilicondensado, y existe así un producto encapsulado utilizable. Una característica específica de

la presente invención, que es altamente deseable, radica en el hecho de que para ciertas aplicaciones que se pretenden no se precisa ninguna separación - posterior ni manipulación del material encapsulado, es decir, el producto se puede utilizar directamente. El material encapsulado puede ser utilizado para diversas aplicaciones directas en este momento, o indirectamente mediante la incorporación del material a otros productos.

El espesor o la composición química de la pared de la cápsula se puede seleccionar o controlar de diversas formas. Por ejemplo, estas propiedades - pueden resultar afectadas por el control de la condición de reacción, mediante la selección química, especialmente en la creación de degradados que viene determinada por la funcionalidad del poliisocianato de acuerdo con esta invención. El espesor de la piel de la cápsula se puede alterar también variando las cantidades de reactivos dentro de la fase orgánica. Una forma conveniente para controlar el tamaño de la cápsula es el ajuste de la velocidad de agitación, es decir, llevando a cabo la dispersión original de la fase orgánica se pueden obtener cápsulas más pequeñas con velocidades de agitación más altas, lo que da como resulta una mayor fuerza de corte.

5

10

15

20

25

Las pruebas han indicado que las cápsulas producidas de acuerdo con la presente invención pueden ser utilizadas en la misma manera que los productos obtenidos con otros procedimientos de encapsulado. Así por ejemplo, los herbicidas o insecticidas -
5 encapsulados pueden ser incorporados en dispersiones a efectos de su aplicación, para la liberación controlada del material encapsulado en la posición deseada.

Se observa una especial utilidad para la encapsulación de diversos insecticidas y herbicidas -
10 volátiles o inestables. Mediante la encapsulación, se evita la volatilización prematura o cualquier otro deterioro del material; dicha encapsulación puede servir también a la finalidad de retardar el tiempo de acción, o demorarla hasta el tiempo que se desea. La liberación controlada de estos materiales es importante para la -
15 protección del medio ambiente y el efecto apropiado en el organismo que hay que controlar, así como una toxicidad reducida en los organismos benéficos.

La presente invención puede ser práctica en forma de lote, o semejante a la forma de lote, o en -
20 forma continua, o semejante a la forma continua.

Cuando la invención se realiza en una forma que se parezca a un procedimiento de lote, los diversos reactivos será unidos y los diversos pasos se de-
25 terminarán por la secuencia apropiada de tiempo en un solo cuerpo de líquido. El procedimiento de lote puede

ser alterado utilizando los reactores apropiados en tal manera que se alcance una forma continua, o una forma semejante a la continua, en el procedimiento de encapsulación.

5 En la forma continua del procedimiento de la invención, la dispersión y la agitación de las fases de reacción se puede practicar apropiadamente a un ritmo continuo con el fin de formar una dispersión apropiada de las gotitas en la fase continua, y de forma que una porción continuamente suministrada
10 de la dispersión de las gotitas en una fase continua sea añadida a un reactor en el que el pH se puede ajustar y el calor apropiado se pueda aplicar con el fin de lograr la condensación. Dentro del sistema continuo, el ritmo apropiado de la reacción puede ser obtenido seleccionando las condiciones apropiadas. Tanto
15 los aspectos de lote como continuo de la presente invención son altamente deseables, y la elección de cual de ellos utilizar quedará solamente sujeta a las condiciones de fabricación deseadas.

20

EJEMPLO 1

Agua (500 cc), conteniendo el 1.0% de poli-(metil vinil eter/maléico anhídrido) neutralizado, coloide protector (Gantrez AN 139) y el 0.2% de emulsionador etoxilato de alcohol lineal (Tergitol 15-S-20) se vierte

25

5 en una vasija de reacción abierta. En un recipiente separado se mezclan entre sí 167 g. de etilfosfonoditioato O-etilo S-fenilo (un insecticida), 39 g. de polifenilisocianato polimetileno (PAPI) y 195 g. de diisocianato de toluileno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6). A
10 continuación se añade la mezcla a la vasija del reactor y se emulsifica con un agitador de corte potente. La partícula resultante tiene una gama de tamaños que va desde 1 hasta aproximadamente 20 u. Solamente se -
necesita una ligera agitación para el resto de la reac-
15 ción. La temperatura de los reactivos se eleva a 50°C durante un periodo de tiempo de 17 minutos y, al mismo tiempo, el pH de la dispersión se mantiene a 8.5 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 25%. La temperatura de la mezcla de reacción
20 se mantiene a 50°C, y el pH se mantiene a 8.5 durante 2½ horas con el fin de completar la polimerización -
interfacial.

En este punto se pueden añadir, por ejemplo, el 0,25% de espesador de bentonita de sodio y el .05%
20 de bicicla pentaclorofenato de sodio, para formular el producto sin separación ni posterior lavado. El pH de la formulación se ajusta usualmente a 9.75 mediante -
la adición de una solución de NaOH al 25%, y la mezcla de reacción se enfría a la temperatura ambiente. Estas
25 formulaciones se dispersan muy bien en agua, y se -

observan al microscopio cápsulas. Estas cápsulas tienen un contenido de pared de aproximadamente el 26 - por ciento.

EJEMPLO II

5 Se colocan en una vasija de reacción abierta, agua (500 cc) conteniendo el 1.5% de coloide protector de hidroxipropilmetil celulosa (Methocel 65HG) el 0.2% de emulsionador de etoxilato de alcohol lineal (Tergitol 15-S-20). En un recipiente separado se mezclan entre sí 150 g. de S-etil diisobutiltiocarbamato
10 (un herbicida), 35 g. de polifenilisocianato de polimetileno (PAPI), 17.5 g. de diisocianato de toluileno - (TDI 80% 2.4 y 20% 2.6) y 0.05 g. de catalizador de acetato de estaño tributilo. Esta mezcla se añade, a continuación, a la vasija de reacción y se emulsiona
15 con un agitador de alta velocidad. La gama de tamaños de partículas resultante es desde aproximadamente 1 - hasta aproximadamente 20 u. Solamente se precisa una agitación suave para el resto de la reacción. El pH de la mezcla de reacción se ajusta ahora a 8.0 con una solución de hidróxido de sodio al 10%. Este pH se mantiene durante 3 horas mediante la adición continuada de -
20 la solución de hidróxido de sodio al 10%. La presencia del catalizador permite que la polimerización interfacial se realice a la temperatura ambiente (25°C). Esta
25 formación se dispersa muy bien en agua, y se pueden -

observar el microscopio discretas cápsulas. Estas cápsulas tienen un contenido de pared de aproximadamente el 26 por ciento.

EJEMPLO III

5 En una vasija de reacción se coloca agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de poli-
acrilamida el 0.5% (Cuanamer A370) y etoxiato de alcohol -
lineal al 0.2% (Tergitol 15-S-20). En un recipiente -
aparte se mezclan entre sí 167 g. de etilfosfonoditioato
10 O-etil-S-fenilo (un insecticida), 14.5 g. de polifenil-
isocianato de polimetilo (papi) y 14.5 g. de diisocia-
nato de tolueno. La fase acuosa en el recipiente de -
reacción abierta se calienta a 45°C, después de lo cual
la mezcla orgánica arriba citada se añade al reactor y
se emulsiona con un agitador de corte potente. En este
15 momento, el pH es igual a aproximadamente 6.5. El tama-
ño de la partícula resultante tiene una gama de 1-20 u.
Para el resto de la reacción solamente se precisa una
agitación suave. El pH de la mezcla de reacción se -
ajusta a 8.5 con el 25% de la solución de hidróxido de
20 sodio. La temperatura de la mezcla de reacción se ajus-
ta a 50°C. La temperatura y el pH de la mezcla de reac-
ción se mantiene a 50°C y 8.5, respectivamente, durante
3 horas con el fin de completar la polimerización inter-
facial. El pH se mantiene a 8.5 con la continua adición
25

de la solución de hidróxido de sodio al 25%. En este punto, se puede añadir espesador de bentonita de sodio al 0.25% a la dispersión de la cápsula y se puede ajustar el pH a 9.8 para formular el material encapsulado sin posterior separación ni manipulación.

5

La formulación se enfría a la temperatura ambiente. Esta formulación se puede dispersar fácilmente en agua, y al microscopio se pueden observar discretas cápsulas. Estas cápsulas tiene un contenido de pared de aproximadamente el 15 por ciento.

10

EJEMPLO IV

Se colocan en una vasija de reacción, agua (100 cc) conteniendo un coloide protector de poliácrlato al 3% (Goodrite K-718), y un emulsionador de etoxilato de alcohol lineal al 0.2% (Tergitol) 15-S-20).

15

En un recipiente aparte se mezclan entre sí 30 g. de 4'-etilfenil geranil eter-6,7-epoxido (mínimo de hormona de insecto) y 2.4 g. de diisocianato de tolileno (TDI 80% a,2-4 y 20% 2,6). Esta mezcla se añade a continuación a la vasija de reacción abierta y se emulsiona con un agitador de gran corte. La gama de tamaño de partícula resultante es de 1-20 u. Solamente se requiere una agitación suave para el resto de la reacción. Con el fin de aumentar el ritmo de polimerización interfacial, la temperatura de los reactores se eleva ahora a

20

25

50°C durante un periodo de 15 minutos y, al mismo tiempo, el pH de la dispersión se mantiene en 8.5 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 10%. La temperatura y el pH de la mezcla se mantienen a 50°C y 8.5, respectivamente, durante 2 horas con el fin de completar la polimerización interfacial. El pH de la fórmula se ajusta a 8.9. La fórmula se enfrió a la temperatura ambiente. Esta fórmula se dispersa muy bien en agua, y bajo el microscopio se pueden observar discretas cápsulas. - Estas cápsulas tiene un contenido de pared de aproximadamente el 7.4 por ciento.

EJEMPLO V

En una vasija de reacción abierta se coloca agua (500 cc) con eniendo un coláide protector de alcohol de polivinilo al 1.0% (Vinol 540) y un emulsionador de etoxilato de alcohol lineal al 0.2% (Tergitol 15-S-20). La temperatura de esta solución se eleva a 40°C. En un recipiente aparte se mezclan entre sí 30 g. de dipropiltiocarbamato S-etilo (un herbicida) y 10 g. de polifenilisocianato de polimetileno (PAPI). Esta mezcla se añade a continuación a la vasija de reacción y se emulsiona con un agitador de alta velocidad. La temperatura del sistema se eleva entonces a 60°C, y se continúa la agitación suave durante 1½ horas,

mientras que la temperatura se mantiene a 50°C. El material se filtra a continuación y se lava tres veces, para a continuación dejarlo secar a la temperatura ambiente. La observación por el microscopio muestra partículas esferoides discretas. Las cápsulas tiene un contenido de pared del 25 por ciento.

EJEMPLO VI

En una vasija de reacción abierta se coloca agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de celulosa hidroxipropilmetilo al 3.0% (Methocel 65 HG) y un emulsionador de etoxiato de alcohol lineal al 0.2%. (Tergitol 15-S-20). En un recipiente aparte se mezclan entre sí 150 g. de dipropiltiocarbamato de etilo (un herbicida), 35 g. de polifenil isocianato de polimetileno (PAPI), 17.5 g. de diisocianato de toluileno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6) y 0.05 g. de catalizador de acetato de estaño tributilo. Esta mezcla se añade, a continuación, a la vasija de reacción y se emulsiona utilizando un agitador de alta velocidad.- La partícula resultante tiene un tamaño de aproximadamente 5 micras. Para el resto de la reacción solamente se precisa de una agitación suave. La temperatura del sistema se va elevando lentamente hasta 50°C durante un periodo de una hora y media. A los 50°C tiene lugar un espumado considerable. El sistema se mantiene a 50°C durante un período adicional de una hora y media, -

5

10

15

20

25

despues de lo cual se enfría hasta la temperatura ambiente. El examen al microscopio del sistema mostró unas cápsulas discretas bien formadas. Estas cápsulas tiene un contenido de pared del 26 por ciento.

EJEMPLO VIII

5 En una vasija de reacción abierta se coloca
agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de poli-
acrilato al 3% (Goodrite K-718) y un emulsionador -
de etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol 15-S-
7). En un recipiente aparte se mezclan entre sí 30 g.
10 de S-etil diisobutiltiocarbamato (un herbicida), 6.7
g. de polifenilisocianato de polimetileno (PAPI) y 3.3
g de diisocianato de toliileno (TDI 80% 2,4 y 20% 2.6).
La fase orgánica se añade a continuación al reactor y
se emulsiona con un agitador de alto corte. El tamaño
15 de la partícula resultante va desde aproximadamente -
1-10 u. Para el resto de la reacción sola ente se pre-
cisa una agitacion suave. El pH de la mezcla de reac-
ción se ajusta a 4.5 con ácido clorhídrico concentrado.

20 La temperatura de la mezcla de reacción se-
elega a 50°C y se mantiene a dicha temperatura durante
3 horas. El sistema se enfría a la temperatura ambien-
te. El pH permanecieron en 4.5 durante el curso de la
reacción. Este producto se puede dispersar facilmente
en agua y al microscopio se pueden observar discretas
25 cápsulas. Estas cápsulas tiene un contenido de pared -
de aproximadamente el 25 por ciento.

EJEMPLO VIII

En una vasija de reacción se coloca agua (900 cc) conteniendo un emulsionador de etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol 15-S-7). En un recipiente aparte se mezclan entre sí 334 g. de diisobutiltiocarbamato S-etilo (un herbicida), 20.7 g. de isocianato (polifenilisocianato de polimetileno y 20.7 g. de diisocianato tolieno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6). La fase orgánica se añade a continuación al reactor y se emulsiona con un agitador de alto corte. El tamaño de partícula resultante está en la escala de 5-15 u. Solamente se precisa para el resto de la reacción una agitación suave. A continuación se añade a la mezcla de reacción 100 gramos de una solución acuosa al 5.0% de un coloide protector de poliacrilamida (Cyanamer Ao370). La temperatura de la mezcla de reacción se eleva entonces a 50° C y, al mismo tiempo, el pH de la dispersión se mantiene a 8,5 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 25%. La temperatura de la mezcla de reacción se mantiene a 50°C, y el pH se mantiene a 8.5 durante unas 3 horas con el fin de completar la polimerización interfacial. La mezcla de la reacción se enfría a la temperatura ambiente. La mezcla de la reacción se puede dispersar fácilmente en el agua, y se pueden observar al microscopio discretas cápsulas. Estas cápsulas tiene un contenido de

pared de aproximadamente el 11 por ciento.

EJEMPLO IX

Este ejemplo sirve para ilustrar el uso de un valor pH altamente básico (es decir, un pH = 13.6).

5

10

15

20

25

En una vasija de reacción abierta se coloca agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de celulosa hidroxipropilmetilo al 2.0% (Methocel 65 HG), un emulsionador de etoxilato de alcohol lineal al 0.2% (Tergitol 15-S-20) e hidróxido de sodio al 1.5% (pH = 13.6). En un recipiente separado se mezclan entre sí 450 g. de tiocarbamato de diisobutilo S-etilo (un herbicida), 35.0 g. de polifenilisocianato de polimetileno (PAPI), 17.5 g. de diisocianato de tolieno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6) y 0.05 g. de acetato de estaño tributilo. La fase acuosa se enfría hasta 9°C: La fase orgánica se añade a continuación a la vasija de reacción y se emulsiona con un agitador de alto corte. Todas las partículas fueron reducidas por debajo de 40 u de tamaño. Para el resto de la reacción solamente se precisa de una agitación suave. Se dejó que la temperatura fuera ascendiendo lentamente hasta alcanzar la temperatura ambiente de la habitación (22°C).

La agitación se continuó durante aproximadamente dieciséis horas. Bajo el microscopio se pudieron observar discretas cápsulas.

Las cápsulas tienen un contenido de pared de aproximadamente un 25 por ciento.

5

EJEMPLO X

Este ejemplo ilustra el uso de un alto valor ácido del pH (es decir, pH = 0).

10

Se coloca en una vasija de reacción abierta, agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de alcohol de polivinilo al 3.0% (Vinol 540), un emulsificador de etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol - 15-S-7) y ácido clorhídrico al 3.7% (pH=0). En un recipiente aparte se mezclan entre sí 150 g. de yiocarbama to di-n-propi S-n-propilo (un herbicida), 17.7 g. de polifenilisocianato de polimetileno (PAPI) y 8.8 g. de diisocianato de tolieno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6). Esta mezcla se añade a continuación a la vasija de reacción y se emulsiona con un agitador de alto corte. Todas las partículas se reducen a menos de 15 u de tamaño.

15

20

Para el resto de la reacción solamente se necesita una agitación suave. La temperatura de los reactivos se elevó a 50°C durante un período de 20 minutos. La temperatura de la mezcla de reacción se mantiene a 50°C durante dos horas y media para completar la polimerización interfacial. Se observaron al microscopio cápsulas

25

discretas. Las cápsulas tiene un contenido de pared de aproximadamente el 15 por ciento.

EJEMPLO XI

5 Este es un ejemplo de encapsulado de material inmiscible en el agua, que puede disolver una apreciable cantidad de agua, en este caso el 5.4 por ciento.

10 En una vasija de reacción abierta se coloca agua (500 cc) conteniendo un colcoide protector de poli-
acrilamida al 1.0% (Cyanamer A370) y etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol 15-S-2P). En un recipiente aparte se mezclan entre sí, 33.4 g. de tris-
15 -B-cloroetilfosfato (un retardador de la llama), 4.0 g. de isocianato de polifenil polimetileno (PAPI) y 2.0 g. de diisocianato de tolueno (TDI 80% 2,4 y -
20 20% 2,6). La mezcla se añade a continuación a la vasija de reacción y se emulsiona con un agitador de alto corte. El tamaño de la partícula resultante va desde 2-15 u. Para el resto de la reacción solamente se precisa una agitación suave. En este momento se disuelve
25 1.0 g de catalizador de diamina de trietileno en 10 ml. de agua a la fase acuosa, y se ajusta el pH a 9.5. El pH se mantiene en 9.5 mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 25% y con agitación -
continua a temperatura ambiente (aproximadamente 25°C durante 17 horas. Bajo el microscopio se observan -

microcápsulas discretas y bien formadas. Las cápsulas tiene un contenido de pared del 15 por ciento.

EJEMPLO XII

5 Este ejemplo ilustra la encapsulación de un material normalmente sólido por formación de un envoltorio alrededor de un disolvente inmiscible en agua en el que disuélvese el material sólido.

10 En una vasija de reacción abierta se coloca agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de poli-(anhidrido metil vinilo eter/maléico) hidrolizado al 2.0% (Gantrez AN119) y un emulsionador de etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol 15-S-7). El pH de esta solución se ajusta a 4.5. En un recipiente aparte se mezclan entre sí 167 g. de una solución al 30% de N-(mercaptometilo) ftalimida S-(O,O-dimetilo fosforoditioato) (un insecticida que tiene un punto de fusión 15 de 72° C) en un disolvente de nafta aromática posada (Panasol AN-3), 8.3 g. de isocianato de pólifenil metileno (PAPI), y 4.2 g. de tolieno diisocianato (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6). Esta mezcla se añade entonces a 20 la vasija de reacción y se emulsiona con un agitador de alto corte. Todas las partículas se reducen a un tamaño por debajo de los 20 u.

25 Solamente se precisa de una ligera agitación para el resto de la reacción. La temperatura de los reactantes se eleva a 50°C durante un período de 20 minutos. La temperatura de la mezcla de reacción se

5 mantiene a 50°C durante 2½ horas para completar la polimerización interfacial. La fórmula se dispersa muy bien en agua, y bajo el microscopio se observan cápsulas discretas. Las cápsulas tiene un contenido de pared de aproximadamente el 7.5 por ciento. No se observan al microscopio cristales de insecticidas -
después de que la preparación ha permanecido almacenada a temperatura ambiente durante 2 días

EJEMPLO XIII

10 Este ejemplo ilustra la encapsulación de dos sustancias inmiscibles en agua en la fase orgánica.

15 Se coloca en una vasija abierta de reacción agua (500 cc) conteniendo un coloide protector de poli-
acrilamida al 0.5% (Cyanamer A370), y etoxilato de alcohol lineal al 0.3% (Tergitol 15-S-7) y el pH se
ajusta a 8.5. En un recipiente separado se mezclan entre sí, 138.5 g. de tiocarbamato de dipropilo S-etilo (un herbicida), 11.5 g. de acetamida N,N-dialkildicloro (un antídoto de herbicida), 35.0 g. de isocianato de polifenilo polimetileno (PAPI) y 17.5 g. de diisocianato de toluileno (TDI 80% 2,4 y 20% 2,6). Esta mezcla se añade a continuación a la vasija abierta de reacción y se emulsiona con un agitador de alto corte. El tamaño de la partícula resultante es de 5-30 u. Solamente se precisa una ligera agitación para el resto de
20 la reacción. La mezcla de la reacción se calienta -
25

entonces a 50°C, durante un período de 26 minutos.

La mezcla de la reacción se mantiene a 50°C durante 2½ horas. El pH se mantiene a 8.5 mediante la adición del 25% de solución de hidróxido de sodio. Esta fórmula se dispersa muy bien en el agua y al microscopio se pueden observar discretas microcápsulas. Estas cápsulas tienen un contenido de pared de aproximadamente el 25%.

Como ya se ha dicho con anterioridad, y se ha ilustrado por medio de los ejemplos que se han dado, el procedimiento para la encapsulación de la invención de referencia da unas cápsulas capaces de controlar la liberación del material orgánico encapsulado. Especialmente representativo y de importancia es el procedimiento, y las cápsulas, que comprende como constituyente en la fase orgánica herbicidas de la clase de los tiocarbamatos, como por ejemplo el diisobutiltiocarbamato S-etilo; el dipropiltiocarbamato S-etilo; el hexahidro-1-H-azepina-1-carbotioato S-etilo; el hexahidro-1-H-carbotioato S-propilo; el dipropiltiocarbamato S-propilo; el tiocarbamato etil-ciclohexil S-etilo; el tiocarbamato butiletilo S-propilo; los insecticidas fosforosos orgánicos de la clase organo fosforo y fosforotioatos y ditioatos tales como el fosfonoditioato O-etil etilo, S-(p-clorofeniltio) metil)

5

10

15

20

25

O,O-dimetil fosforoditioato, el S-(p-clorofeniltio) metil) O,O-dietilfosforoditioato, el fosforotioato O,O-dimetil O-p-nitrofenil, el fosforotioato O,O-dietil O-p-nitrofenil, y las hormonas y mímicos de insectos tales como:

5 Cecropia - Hormona Juvenil - I
(siguen 4 fórmulas mas)

10 Las cápsulas de los compuestos útiles para el control de las enfermedades de las plantas abren el camino al control a largo plazo de la enfermedad, mediante la utilización de compuestos que, por lo general, se consideran que tienen solamente una efectividad a corto plazo.

15 Igualmente, los herbicidas, los nematocidas, los insecticidas, los rodenticidas y los nutrientes del suelo pueden ser encapsulados con resultados útiles. Los productos químicos que se usan para el tratamiento de las semillas se pueden encapsular también fácilmente mediante el procedimiento de esta invención. Se pueden encapsular otros productos biológicos, incluyendo: 20 Antelmínticos, agentes controladores de mofélagos y limos, algicidas, productos químicos para piscinas, mitocidas, acaricidas, atrayentes para animales, antisépticos, desodorantes, desinfectantes, mildenicidas y similares.

25 El material que hay que encapsular utilizando el procedimiento de la invención que nos ocupa puede ser de cualquier tipo que sea inmiscible en agua. No es

necesario que el material consista en un solo tipo sino que puede ser una combinación de dos o más tipos de materiales inmiscibles en agua. Por ejemplo, emplean do un material inmiscible en agua que sea apropiado, como por ejemplo una combinación de herbicida activo y de insecticida activo. También se contempla un material - inmiscible en agua a encapsular que comprende un ingrediente activo, como por ejemplo un herbicida, y un ingrediente inactivo, como por ejemplo un disolvente o ayudante. La encapsulación de un material sólido se - puede realizar mediante este método formado una solución del material sólido en un disolvente apropiado; por tanto, se puede encapsular normalmente material - sólido inmiscible en agua. Por ejemplo, el insecticida N-(mercaptometil) ftalimida S-(O,O-dimetil fósforoditiato), m.p. 72°C, puede encapsularse disolviendo en primer lugar el sólido en un disolvente apropiado, como por ejemplo un disolvente aromático de nafta pesada.

Descrita suficientemente la naturaleza de la presente invención, se hace constar expresamente que cualquier modificación de detalle que pudiera introducirse, se considerará incluida dentro de la misma, en tanto no altera sustancialmente sus características fundamentales.

Por último, se declaran de novedad y propia invención las siguientes

REIVINDICACIONES

5 1ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION, caracte-
zada por encapsular material inmiscible en agua dentro
de una cáscara de poliurea que comprende un surfactan-
te, un coloide protector y un poliisocianato orgánico;
dispersar dicha fase inmiscible en agua en dicha fase
acuosa para establecer gotitas de la fase inmiscible
en agua en dicha fase acuosa; ajustar el PH de dicha
fase acuosa a un valor entre 0 y 14; calentar y man-
tener la base inmiscible en agua y la fase acuosa dis-
persa en una escala de temperatura que va desde unos
10 20°C hasta aproximadamente 90°C, con lo que dicho ma-
terial inmiscible en agua es encapsulación dentro de
un envoltorio capsular de poliurea.

15 2ª).- PROCESO DE ENCAPSULACION, según la -
reivindicación anterior, caracterizado por encapsular
material inmiscible en agua con una capsula de poliurea
que comprende una fase acuosa en una solución de agua
un surfactante y un coloide protector; añadir a dicha
fase acuosa una base inmiscible en agua que comprender
poliisocianato orgánico, un material inmiscible en -
20 agua y un catalizador de amina terciaria orgánica bá-
sica en la cantidad desde aproximadamente el 0,01% -
hasta aproximadamente el 10% por peso basado en la fa-
se orgánica; dispersar dicha fase inmiscible en agua
en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fa-
25 se inmiscible en agua en la fase acuosa; ajustar el -

pH de dicha fase acuosa a un valor que esté entre 0 y 14, con lo que dicho material inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea, siendo material orgánico inmiscible en agua; dicho catalizador de amina terciaria orgánica básico es diamina de trietileno en la cantidad desde aproximadamente el 0,05% hasta aproximadamente el 5% por peso basado en la fase orgánica.

5

3^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según -

10

las reivindicaciones anteriores, caracterizada por - encapsular material inmiscible en agua con un capsula que comprender una solución de agua, un surfactante y un coloide protector, protector, a la cual se le añade una fase inmiscible en agua que comprender poliisocianato orgánico, un material inmiscible en agua y un catalizador de acetato de estaño alkilo en la cantidad de aproximadamente el 0,001 por % hasta aproximadamente el 1% por peso basado en la fase orgánica; dispersar dicha base inmiscible en agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase inmiscible en agua en la fase acuosa; ajustar el pH de dicha fase acuosa a un valor 0 y 14; por lo que dicho material inmiscible en agua es encapsulado dentro un envoltorio capsular de poliurea; el material inmiscible en agua es material orgánico inmiscible en agua, dicho catalizador es acetato de estaño tri-n-butilo.

15

20

25

4ª).- PROCESO DE ENCAPSULACION", según
las reivindicaciones anteriores caracterizado por
encapsular material inmiscible en agua dentro de
una cáscara de poliurea que comprender en una fase
acuosa una solución de agua, surfactante y un coloi
de protector; calentar y mantener la fase acuosa a
una gama de temperaturas que va desde aproximadamen
te 20°C, hasta aproximadamente 90°C; añadir a dicha
fase acuosa una fase inmiscible en agua que compren
de el material inmiscible en agua que hay que encap
sular y un poliisocianato orgánico; dispersar dicha
fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa para es
tablecer gotitas de la fase inmiscible en agua en la
fase acuosa; ajustar el pH de dicha fase acuosa a un
valor entre 0 y 14, con lo que dicha material inmis
cible en agua queda encapsulador dentro del envolt
orio capsular de poliurea, dicho material inmiscible
en agua es material orgánico inmiscible en agua.

5ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según -
la reivindicación 1ª, caracterizado porque el mate
rial inmiscible en agua es material orgánico inmis
cible en agua conteniendo el poliisocianato orgánico
dentro de una gama que va desde aproximadamente el
2% hasta aproximadamente el 75% en peso, siendo dicho
poliisocianato orgánico un diisocianato orgánico, que
es al 80% 2,4- y al 20% 2,6- isometo de diisocianato;

aromático que es, polifenil isocianato de polimetileno; dicho material orgánico inmisible en agua es un herbicida de tiocarbamato y la escala de temperaturas va desde aproximadamente 40°C hasta aproximadamente 60°C. con lo que dicho herbicida de tiocarbamato queda encapsulado dentro de un envoltorio de capsula de poliurea, siendo dicho herbicida de tiocarbamato el tiocarbamato diisobutilo S-etilo o el dipropiltiocarbamato S-etilo o el S-etilo hexahidro-1-H-azepina-1-carbotiotato o S-propilo dipropiltiocarbamato o el S-etilo etilciclohexiltiocarbamato o el S-propilo butiletiltiocarbamato o el S-propilohexahidro-1-H-azepina-1-carbotiocarbamato; dicho material orgánico inmisible en agua es un insecticida organofósforo y la escala de temperaturas va desde aproximadamente 40°C. hasta aproximadamente 60°C con lo que dicho insecticida organofósforo queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

6ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque dicha fase orgánica, añadida a la fase acuosa es una combinación de polisocianatos orgánicos cuya cantidad total se encuentra dentro de la gama que va desde aproximadamente el 2 hasta aproximadamente el 75% por peso, siendo dicha combinación de polisocianatos orgánicos, un polifenil isocianato de polimetileno y el 80% de 2,4 - y el 20% de 2,6 de isómeros de diisocianatos de tolieno.

5 7ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua dentro de una cápsula de poliurea, en el que dicho insecticida organofósforo es O-etilo S-fenilo etilfosforoditioato.

10 8ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua dentro de una cápsula de poliurea, en el que dicho insecticida organofósforo es O,O-dimetil O-p-nitrofenil fosforotioato.

15 9ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua, dentro de una cápsula de poliurea en el que dicho insecticida organofósforo es O,O-diethyl O-p-nitrofenil fosforotioato.

20 10ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua dentro de una cápsula de poliurea, en el que dicho insecticida organofósforo es S(p-clorofenil-tio)metilo O,O-dimetil fosforoditioato.

25 11ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua dentro de una cápsula de poliurea, en el que dicho insecticida

organofósforo es S(p-clorofenil-tio(metilo) 0,0-dietil fosforoditioato.

5
12ª) "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmiscible en agua es una mimica hormona de insecto y la escala de temperaturas va desde aproximadamente 40°C hasta aproximadamente 60°C, con lo que dicha mimica hormona de insecto queda encapsulada dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

10
13ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque, el encapsulado de un material orgánico inmiscible en agua dentro de una cápsula de poliurea, en el que dicha mimica -
15 hormona de insecto es 1-(4'-etil)fenoxia-3,7-dimetil-6,7-apoxia-trans-2-octeno.

14ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmiscible en agua es un herbicida de tiocarbamato.

20
15ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 3ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmiscible en agua es un herbicida de tiocarbamato.

25
16ª).- "PROCESO DE ENCAPSULADO", según la reivindicación 4ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmiscible en agua es un herbicida de tiocarbamato.

17ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmisible en agua, es un insecticida organofósforo.

5 18ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION ", según la reivindicación 3ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmisible en agua es un insecticida organofósforo.

10 19ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 4ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmisible en agua es un insecticida organofósforo.

15 20ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 5ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmisible en agua es una mímica hormona de insecto.

20 21ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 3ª, caracterizado porque dicha material orgánico inmisible en agua es una mímica hormona de insecto.

22ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 4ª, caracterizado porque dicho material orgánico inmisible en agua es una mímica hormona de insecto.

25 23ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material orgánico inmisible en agua dentro de

una cápsula de poliurea que comprende las siguientes fases:

5 proveer en una fase acuosa una solución de agua, surfactante y un coloide protector; añadir a dicha fase acuosa una fase orgánica que comprende un polisisocianato y un material orgánico inmiscible en agua que hay que encapsular; dispersas dicha fase orgánica en dicha fase acuosa para establecer unas gotitas de la fase orgánica en dicha fase acuosa; calen-
10 tar y mantener la fase orgánica y la fase acuosa dispersas a una escala de temperaturas que va desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 90°C; con lo que dicho material orgánico inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.
15

24).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", caracterizado según la reivindicación anterior, caracterizado por encapsular material orgánico inmiscible en -
20 agua con una cápsula de poliurea que comprende las - fases:

proveer en una fase una solución de agua, surfactante y un coloide protector; añadir a dicha solución acuosa una fase orgánica que comprenderun polisisocianato orgánico, un material orgánico inmiscible en agua y un catalizador de amina terciaria orgánica básico en la cantidad desde aproximadamente el
25 0.01 por ciento hasta aproximadamente el 10.0 por cien

to por peso, basado en la fase orgánica; dispersar dicha fase orgánica en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase orgánica en la fase acuosa; con lo que dicho material orgánico inmisible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

25).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material orgánico inmisible en agua con una capsula de poliurea que comprenderlas fases:

proveer en una fase acuosa una solución de agua, surfactante y un coloide protector; añadir a dicha solución acuosa una fase orgánica que comprende polisisocianato orgánico, un material orgánico inmisible en agua y un catalizador de acetato de estaño alquilo en la cantidad de aproximadamente el 0.001 por ciento hasta aproximadamente el 1.0 por ciento por peso basado en la fase orgánica; dispersar dicha fase orgánica en dicha fase para establecer gotitas de la fase orgánica en la fase acuosa; con lo que dicho material orgánico inmisible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

26).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material orgánico inmisible en agua con una cápsula de poliurea que comprende las fases:

5 proveer en una fase acuosa una solución que
comprende agua, un surfactante y un coloide protector;
calentar y mantener la fase acuosa a una escala de tem-
peraturas que va desde aproximadamente 20°C hasta apro-
ximadamente 90°C; añadir a dicha fase acuosa una fase
orgánica que comprende el poliisocianato orgánico y un
material orgánico inmiscible en agua; dispersar dicha
fase orgánica en dicha fase acuosa con el fin de esta-
blecer gotitas de la fase orgánica en la fase acuosa;
10 con lo que dicho material orgánico inmiscible en agua
quede encapsulado dentro de un envoltorio capsular de
poliurea.

15 27ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las
reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsu-
lar material orgánico inmiscible en agua con una capsu-
la de poliurea que comprenderlas fases:

20 proveer en una fase acuosa una solución que
comprende agua, un surfactante y un coloide protector;
añadir a dicha solución acuosa una fase orgánica que
comprende un poliisocianato orgánico, un material or-
gánico inmiscible en agua y un catalizador de acetato
de estaño alquilo en la cantidad desde aproximadamen-
te el 0.001 por ciento hasta aproximadamente el 1.0
por ciento por peso basado en la fase orgánica; disper-
sar dicha fase orgánica en dicha fase acuosa para esta-
25 blecer gotitas y mantener la fase orgánica y la fase -
acuosa dispersas en una escala de temperaturas que va

desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 90°C con lo que dicho material orgánico inmisible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

5 28ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según -
las reivindicaciones anteriores, caracterizado por en-
capsular un material orgánico inmisible en agua con
una cápsula de poliurea que comprende las fases:

10 proveer en una fase acuosa una solución de
agua, un surfactante y un coloide protector; añadir
a la solución acuosa en cuestión una fase orgánica que
comprende un poliisocianato orgánico, un material or-
gánico inmisible en agua y un catalizador de amina
15 terciario orgánica básico en la cantidad desde aproxi-
madamente el 0.01 por ciento hasta aproximadamente el
10.0 por ciento por peso basado en la fase orgánica;
dispersar dicha fase orgánica en dicha fase acuosa para
establecer gotitas de la fase orgánica en la fase acuo-
sa; con lo que dicho material orgánico inmisible en
20 agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsu-
lar de poliurea; calentar y mantener la fase orgánica
y la fase acuosa dispersas en una escala de temperatu-
ras desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente
90°C con lo que dicho material orgánico inmisible en
25 agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsu-
lar de poliurea.

29ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua dentro de una cáscara de poliurea que comprende las fases:

5 proveer en una fase acuosa una solución que comprende agua y un surfactante; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un material inmiscible en agua que hay que encapsular en un poliisocianato orgánico; dispersar dicha fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa; añadir a la dispersión un colide protector; ajustar el pH de dicha fase acuosa a un valor entre 0 y 14; calentar y mantener la fase inmiscible en agua y la fase acuosa dispersas a una escala de -
10 temperaturas que vaya desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 90°C, con lo que dicho material inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

20 30ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua con una capsula de poliurea que comprende las siguiente fases:

25 proveer en una fase acuosa una solución de agua y surfactante; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un poliisocianato orgánico, un material inmiscible en agua que ha de -

5 ser encapsulado y un catalizador de amina terciaria orgánica en la cantidad desde aproximadamente el 0.01 por ciento hasta aproximadamente el 10.0 por ciento - por peso basado en la fase inmisible en agua; disper
10 sar dicha fase inmisible en agua en dicha fase acuosa establecer gotitas de la fase inmisible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un coloide protector; ajustar el pH de dicha fase acuosa hasta un valor que esté entre 0 y 14; con lo que dicho mate
15 rial inmisible en agua queda encapsulado en el interior de un envoltorio capsular de poliurea.

31^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsu
15 laramaterial inmisible en agua con una cápsula de poliurea que comprende las siguientes fases:

20 proveer en una fase acuosa una solución de agua y surfactante; añadir a dicha solución acuosa una fase inmisible en agua que comprende un poliisocianato orgánico, un material inmisible en agua que hay que encapsular y catalizador de acetato de estaño alquilo en la cantidad desde aproximadamente 0.001 por ciento hasta casi el 1.0 por ciento por peso sobre la base de
25 la fase inmisible en agua; dispersar dicha fase inmisible en agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase inmisible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un coloide protector; ajustar el pH de dicha fase acuosa hasta un valor de entre - 0 y 14, con lo que dicho material inmisible en agua

queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

5 32ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular de material inmiscible en agua dentro de una cáscara de poliurea que comprende estas fases:

10 proveer en una fase acuosa una solución de agua y un surfactante; calentar y mantener la fase acuosa a una escala de temperaturas que va desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 90°C; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un material inmiscible en agua que hay que encapsular y un poliisocianato orgánico; dispersar dicha fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa con el fin de establecer gotitas de la fase inmiscible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un coloi-
15 de protector; ajustar el pH de dicha fase acuosa hasta un valor de entre 0 y 14; con lo que dicho material inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.
20

25 33ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 29ª, caracterizado porque dicho material inmiscible en agua es material orgánico inmiscible en agua, con lo que dicho material orgánico inmiscible en agua encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

5 34^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 30^a, caracterizado porque dicho material inmiscible en agua es un material orgánico inmiscible en agua, con lo que dicho material orgánico inmiscible en agua es encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

10 35^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 31^a, caracterizado porque dicho material inmiscible en agua es un material orgánico inmiscible en agua, con lo que dicho material inmiscible en agua, orgánico, queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

15 36^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la reivindicación 32^a, caracterizado porque dicho material inmiscible en agua es material orgánico inmiscible en agua, con lo que dicho material orgánico inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

20 37^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua con una cápsula de poliurea que comprende las siguientes fases:

25 proveer en una fase acuosa una solución de agua, un surfactante y un coloide protector; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un poliisocianato orgánico y un material in-

5 miscible en agua; dispersar dicha fase inmisible en
agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de
la fase inmisible en agua en la fase acuosa; añadir
a la dispersión un catalizador; ajustar el pH de dicha
fase acuosa hasta un valor de entre 0 y 14, con lo que
dicho material inmisible en agua queda encapsulado -
dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

10 38).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según la
reivindicación 37ª, caracterizado porque para el en-
capsulado de material inmisible en agua en el que di-
cho catalizador es un catalizador de amina terciaria
orgánica básico en la cantidad desde aproximadamente
el 0.01 por ciento hasta aproximadamente el 10.0 por
ciento por peso basado en la dispersión total.

15 39).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las
reivindicación anteriores, caracterizado por encapsu-
lar material inmisible en agua con una cápsula de
poliurea que comprende las siguientes fases:

20 proveer en una fase acuosa una solución de
agua, un surfactante y un coloide protector; añadir a
dicha fase acuosa una fase inmisible en agua que com-
prende un poliisocianato orgánico y un material inmis-
cible en agua; dispersar dicha fase inmisible en agua
en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fa-
se inmisible en agua en la fase acuosa; añadir a la
25 dispersión un catalizador; con lo que dicho material -
inmisible en agua queda encapsulado dentro de un en-

voltorio capsular de poliurea.

5 40ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua dentro de una cáscara de poliurea que comprende estas fases:

10 proveer en una fase acuosa una solución que comprende agua y un surfactante; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un material inmiscible en agua que hay que encapsular y un poliisocianato orgánico; dispersar dicha fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa para - establecer gotitas de la fase inmiscible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un coloide pro-
15 tector; calentar y mantener la fase inmiscible en agua y la fase acuosa dispersas en una gama de temperaturas que va desde los casi 20°C hasta aproximadamente 90°C; con lo que dicho material inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

20 41ª).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua con una cápsula de poliurea que comprende las siguientes fases:

25 proveer en una fase acuosa una solución de agua y un surfactante; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un poliisocianato orgánico, un material inmiscible en agua que hay que encapsular y un catalizador de amina terciaria en la

5 cantidad desde aproximadamente el 0.01 por ciento hasta aproximadamente el 10.0 por ciento por peso basado en la fase inmisible en agua; dispersar dicha fase inmisible en agua en dicha fase acuosa - para establecer gotitas de la fase inmisible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un coloide protector, con lo que dicho material inmisible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

10 42*).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular, material inmisible en agua con una cápsula de poliurea que comprende las siguientes fases:

15 proveer en una fase acuosa una solución de agua y un surfactante; añadir a dicha solución acuosa una fase inmisible en agua que comprende un polioisocianato orgánico, un material inmisible en agua - que hay que encapsular y un catalizador de acetato -
20 de estaño alquilo en la cantidad desde aproximadamente 0.001 por ciento hasta aproximadamente el 1.0 por ciento por peso basado en la fase inmisible en agua; dispersar dicha fase inmisible en agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase inmisible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un
25 coloide protector, con lo que dicho material inmisible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

43^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION", según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por encapsular material inmiscible en agua dentro de una cáscara de poliurea que comprende las siguientes fases:

5

proveer en una fase acuosa una solución de agua y un surfactante; calentar y mantener la fase acuosa a una escala de temperaturas que va desde aproximadamente 90°C; añadir a dicha fase acuosa una fase inmiscible en agua que comprende un material inmiscible en agua que hay que encapsular y un poliisocianato orgánico; dispersar dicha fase inmiscible en agua en dicha fase acuosa para establecer gotitas de la fase inmiscible en agua en la fase acuosa; añadir a la dispersión un colide protector, con lo que dicho material inmiscible en agua queda encapsulado dentro de un envoltorio capsular de poliurea.

10

15

44^a).- "PROCESO DE ENCAPSULACION".

Figura 1.- Fase acuosa - adición de la fase orgánica - dispersión ajustar el pH - calentar - dispersión de microcápsula.

20

Figura 2.- Fase acuosa - adición de la fase orgánica con el catalizador - dispersión - ajustar el pH - temperatura ambiente - dispersión de microcápsulas.

25

Figura 3.- Fase acuosa - Calentar - Adición de la fase orgánica - dispersión - ajustar el pH dispersión de microcápsulas.

Todo ello tal y como queda expuesto en la presente memoria descriptiva que consta de sesenta y una hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios, así como hoja de planos adjunta.

5

Madrid, 10 Mayo 1.973

LUIS M^o DE ZUNZUNEGUI
POR PODER



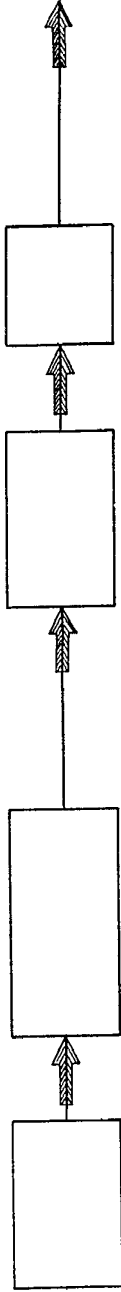


FIG. 1

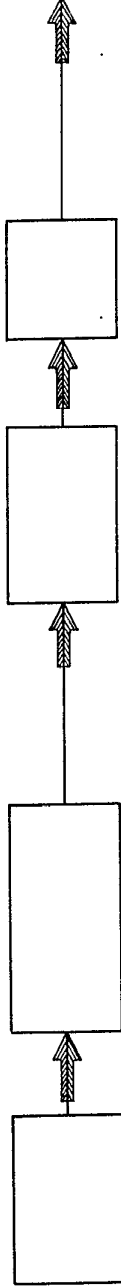


FIG. 2

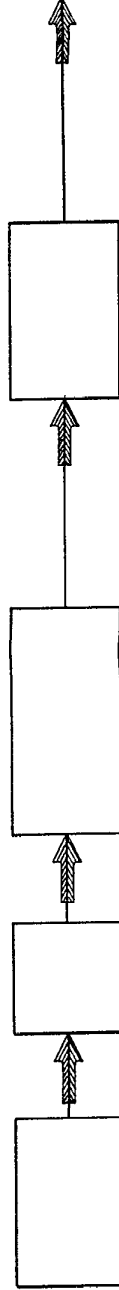


FIG. 3

ESCALA VARIABLE

MADRID, 15 de Marzo 1.973

10 MAY 1973

LUIS M. DE ZUNZUNEGUI
L. FOR PODER

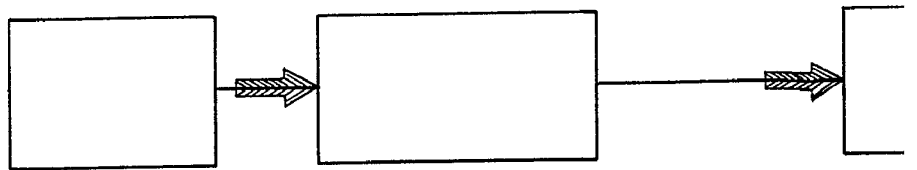


FIG. 1

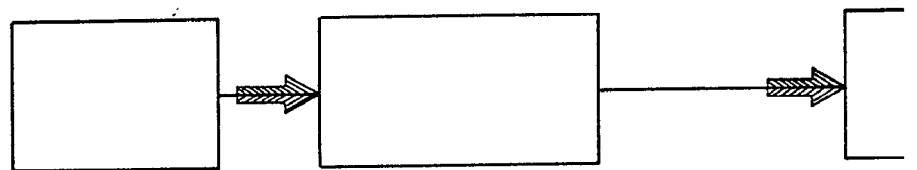


FIG. 2

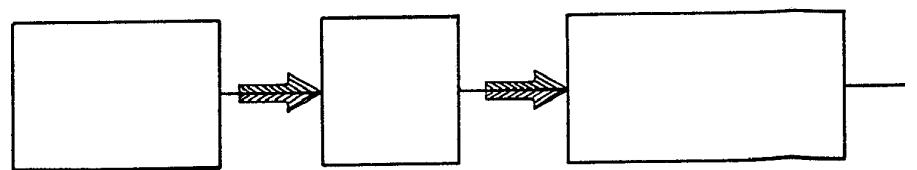


FIG. 3

ESCALA VARIABLE

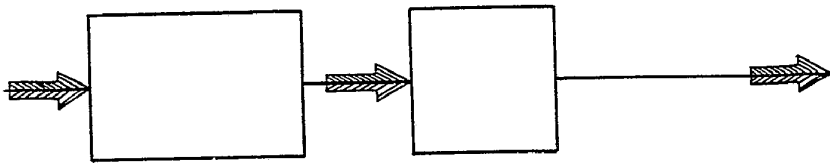
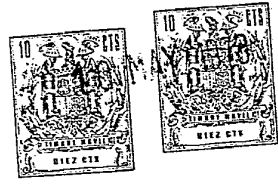


FIG. 1

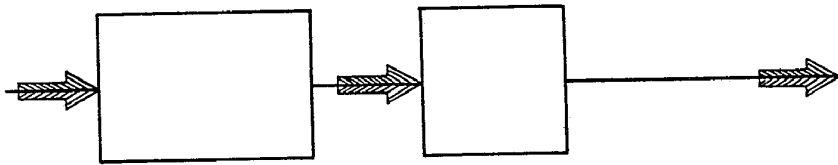


FIG. 2

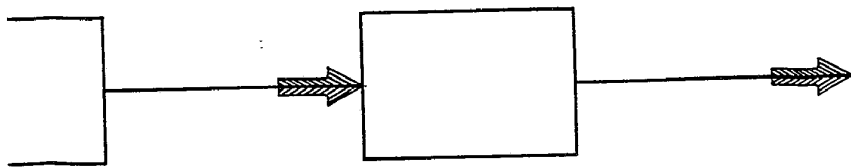


FIG. 3

10 MAY. 1973

LUIS M. DE ZUNZUNEGUI
L. POR PODER

MADRID, 15 de Marzo 1.973