



10 ES	11 NUMERO	45	10 A	44	77
21	22 FECHA DE PRESENTACION	22 DIC. 1976			

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
642.836	22 diciembre 1.975	EE.UU. de A.
733.968	19 octubre 1.976	EE.UU. de A.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL A61J 3/00	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	---	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA ENCAPSULAR UN AGENTE BIOLOGICO QUIMICO

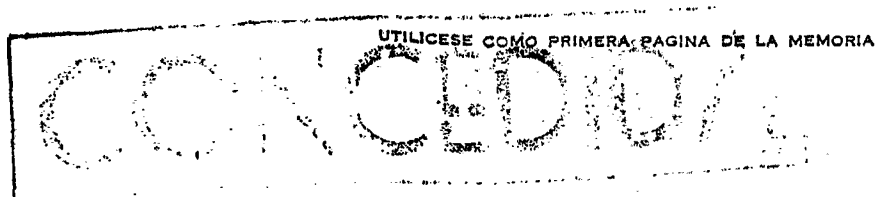
71 SOLICITANTE (S)
STAUFFER CHEMICAL COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Westport, Connecticut 06880, EE.UU. de A.

72 INVENTOR (ES)
Baruch S. Shasha., William Mckee Doane., Charles Richard Russell

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO y MODET.



Esta invención se relaciona con un procedimiento para encapsular materiales mediante atrapado en una matriz de polímeros polihidroxi insolubles en agua.

5 Los métodos de la técnica anterior de encapsulación se pueden describir en dos categorías principales, físico-mecánicas y químicas. Las técnicas físicomecánicas incluyen las siguientes:

- 10 a. Secado por aspersión: Se prepara una emulsión con un polímero formador de película disuelto en fase continua. La emulsión se seca luego por aspersión en una corriente de gas inerte caliente. Antes del secado por aspersión, los materiales de pared se pueden fortalecer mediante reticulación del polímero del material de pared. Véase las Patentes USA No. 3.016.308 y 3.429.827.
- 15 b. Técnica de inmersión o centrifugado: Se pasan partículas o gotas de material de núcleo a través de una película fina de material líquido formador de pared. El material de pared se endurece a continuación. Véase Patente USA No. 3.015.128.
- 20 c. Pulverización con toberas múltiples: El material de núcleo se pulveriza desde un orificio interno mientras que el material de pared se pulveriza desde un orificio anular concéntrico. De este modo, se encapsulan soluciones en agua o acuositas en parafinas u otras ceras. Véase Patente USA No. 3.423.489.
- 25 d. Revestimiento en lecho fluidificado: Las partículas se mantienen en suspensión mediante una corriente vertical de aire y se pulverizan con material de pared el cual, después de la evaporación del disolvente, forma una película sólida alrededor del material de núcleo. Esta técnica se emplea cuando
- 30 han de encapsularse partículas sólidas.

5 e. Microencapsulación electrostática: El material de núcleo atomizado y el material de pared fundido se cargan opuestamente y se mezclan en una cámara de colisión. Las partículas de este modo encapsuladas se mantienen en suspensión y se enfrían para formar el producto en polvo. Véase Patente USA No. 3.159.874.

10 f. Encapsulación en vacío: El material de pared se volatiliza en un vacío y se deposita sobre partículas más frías, no volátiles, de material de núcleo, las cuales se encuentran en movimiento rotativo.

Las técnicas de encapsulación química más importante incluyen las siguientes:

15 a. Coacervación: La atracción entre coloides y agua de solvatación se altera en tal grado que las partículas coloidales tenderán a agregarse para formar dos fases líquidas separadas y distintas dentro de la suspensión coloidal. Ambas fases contienen los mismos componentes teniendo una de ellas (el coacervado) una concentración de coloide mucho más grande que la otra.

20 La encapsulación se presenta cuando están presentes pequeñas gotas de aceite (un líquido totalmente inmisible en agua) en la suspensión coloidal. A medida que se forma el coacervado se deposita alrededor de gotas individuales. El coacervado debe entonces endurecerse (gelificarse) disminuyendo la temperatura por debajo del punto de gel. Las cápsulas se deshidratan entonces y se endurecen convenientemente.

30 1. Coacervación simple: Se dispersa un coloide simple en agua y se separa el agua de solvatación alrededor del coloide por adición de compuestos químicos que tienen una mayor afinidad para el agua que para el coloide (por ejemplo, sales o alcoholes). Esto hace que las cadenas del coloide lleguen a estre-

charse más entre sí y formen el coacervado.

(2) Coacervación compleja: Las cargas iónicas sobre las cadenas de coloide se neutralizan mezclando dos coloides que llevan cargas opuestas. Véase Patentes USA Nos. 2.800.458 y 2.800.457.

5 b. Polimerización en interfase: Este método necesita la utilización de por lo menos un sistema de dos fases. Uno de los reactantes debe ser soluble en la fase continua e insoluble en la fase discontinua (material de núcleo). El otro reactante debe ser insoluble en la fase continua y soluble en la
10 fase discontinua. La reacción de polimerización se presenta en la interfase entre las dos fases, formando una vaina de polímero alrededor del material de núcleo, con lo cual le envuelven totalmente. Esta vaina debe ser insoluble en ambas
15 fases. En este método, cualquiera de las fases puede ser un sistema acuoso. Véase Patentes USA Nos. 3.577.515 y 3.575.882 y Patente británica No. 1.163.023.

Para más información y referencias véase "Microencapsulación, Processes and Application", J. E. Vandegaer, ed., Plenum Press, New York y Londres, 1974, pág. 1-37 y 89-94; W. Slivka, Agnew. Chem., Internat. Edit., Vol. 14, No. 8, pág. 539-550,
20 1975; y "Capsule Technology and Microencapsulation", M. Gutcho, ed., Noyes Data Corporation, Park Ridge, New Jersey, 1972.

Los anteriores métodos de encapsulación son procesos de etapas múltiples que requieren condiciones cuidadosamente controladas o equipos especiales. Al mismo tiempo consumen tiempo
25 y resultan costosos, necesitando frecuentemente temperaturas y presiones elevadas distintas a las ambientes; requiriendo todos ellos por lo menos un sistema de dos fases. Deben recuperarse muchos disolventes que son costosos, tóxicos e inflamables.
30 La coacervación está limitada al encapsulamiento de aceites en

materiales que tienen la capacidad de formar geles. Las técnicas de polimerización en interfase, que requieren también dos o más fases, están limitadas esencialmente a sistemas de polimerización sintéticos costosos, muchos de los cuales son petroquímicos y que producen en general polímeros no biodegradables. Para hacer estos sistemas más económicos y para evitar contaminación ecológica, se deben recuperar los monómeros sin reaccionar. El único sistema que parece ser útil para el revestimiento de partículas sólidas, consiste en la técnica de lecho fluidificado.

En contraste con los sistemas de encapsulación de la técnica anterior, el método de encapsulación químico que se ha descubierto en esta invención tienen la ventaja de operar no solo en sistemas de dos fases acuosos y no acuosos, sino también en sistemas de una sola fase en donde el material formador de matriz y el material de núcleo son solubles en el mismo disolvente. El sistema de encapsulación funciona también para líquidos insolubles en agua y material de núcleo particulado sólido dispersado en la solución acuosa del material formador de matriz. El método de la invención no utiliza las técnicas de coacervación ni de polimerización en interfase, sino que consiste en un método para encapsular una sustancia mediante rápida insolubilización de un xantato de polímero polihidroxi en presencia de material de núcleo adecuado, con lo cual queda atrapado dentro de la matriz insolubilizada. El método funciona a temperatura y presión ambientes.

El método comprende las siguientes etapas:

- a. Preparar una dispersión o solución de un agente biológico químico adecuado en un primer material formador de matriz que comprende una solución acuosa de un xantato de polímero polihidroxi (PPX) que tiene un grado

de sustitución xantato de 0,1 a 3, y en donde la cantidad relativa de dicho PPX con respecto a dicho agente biológico es suficiente para atrapar dicho agente dentro de una matriz de PPX;

- 5 b. Hacer reaccionar el PPX con un agente de acoplamiento a un pH de 2 a 7 aproximadamente, para formar una primera matriz insolubilizada, atrapando con ello a dicho agente;
- 10 b'. Redispersar opcionalmente la primera matriz de la etapa (b) en un segundo material formador matriz que comprende una solución acuosa de PPX;
- b". Hacer reaccionar el PPX de la etapa (b') con un agente de acoplamiento a un pH de 2 a 7 aproximadamente, para formar una segunda matriz insolubilizada, atrapando con ello adicionalmente a dicho agente; y
- 15 c. Recuperar dicho agente biológico químico atrapado.

El producto es una composición de materia que comprende: (1) una matriz de un diazufredicarbotionato de polímero polihidroxi, un ditiocarbonato de metal polivalente de un polímero polihidroxi o un ditiocarbonato de alquilo de un polímero polihidroxi; y (2) una cantidad eficaz de un agente biológico químico adecuado (es decir, material de núcleo) encapsulado dentro de la matriz.

20

Según otra modalidad, se puede incluir un polímero sintético o un látex de caucho en el primer y/o segundo material formador de matriz con el fin de impartir ciertas propiedades deseadas a la matriz, tal como características de desprendimiento modificadas.

25

El método de la invención tiene además la ventaja de encapsular materiales de núcleo volátiles y no volátiles. Los materiales de núcleo pueden ser líquidos o sólidos finamente divi-

30

didados, orgánicos o inorgánicos, polares o no polares. Si se utiliza un sistema de dos fases, no es necesario formar una emulsión. Resulta suficiente el simple mezclado manual de los componentes.

5 Constituye un objeto de la invención el que la encapsulación de materiales es generalmente menos costosa que la utilizada en la técnica anterior, incluso aquellos derivados de recursos naturales, renovables.

10 Igualmente, un objeto de la invención es atrapar de modo suficiente y biológico productos químicos activos en una matriz para aumentar la seguridad de los mismos en su manipulación, para disminuir su desprendimiento al ambiente y para reducir pérdidas debido a la volatilidad y descomposición por la luz solar.

15 Los xantatos de polímeros polihidroxi (PPX) adecuados para utilizarse según la invención, se preparan a partir de cualquier polímero polihidroxi natural o sintético capaz de formar derivados xantatos de un grado de sustitución xantato (D.S.) adecuado, incluyendo almidones, fracciones de almidones (por ejemplo, amilosa y amilopectina), metilalmidón, hidroxietilalmidón, harinas cereales (por ejemplo, de trigo integral, salvado, trigo refinado y fracciones de trigo), harinas despolimerizadas, celulosa, metilcelulosa, hidroxietilcelulosa, dextrina, dextrano, goma guar, biopolímeros (por ejemplo, goma xantano), almidón catiónico, almidón aniónico y polialcoholes sintéticos (por ejemplo alcohol polivinílico). Los D.S. de xantato adecuados caen dentro de la gama de 0,1 a 3, preferiblemente de 0,1 a 1. El PPX se utiliza como un sistema acuoso, en donde la gama operable de concentración de PPX, para una formación eficaz de matriz, es de 5 a 70% aproximadamente, prefiriéndose una gama de 10 a 50%.

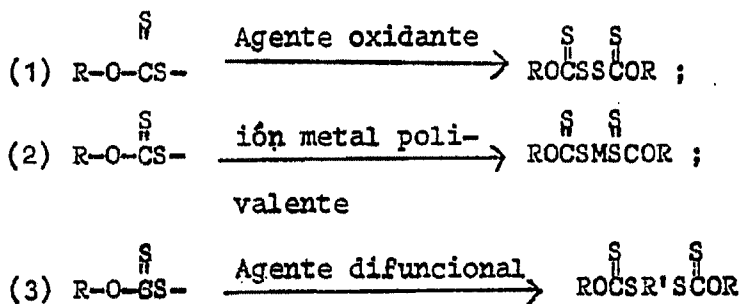
30 La reacción mediante la cual se insolubiliza el

5 PPX para formar la matriz alrededor de los materiales de núcleo se describe totalmente en la Patente USA No. 3.160.552 y por Russell et al., Tappi 45(7): 557-566 (Julio 1962), las cuales se incorporan aquí con fines de referencia. Hasta el presente, la reacción de ciertas composiciones de PPX con compuestos de acoplamiento, como se describe en las referencias anteriores, ha sido confinada esencialmente a la preparación de papel con resistencias en húmedo y en seco incrementadas, a revestimientos de papel y a cauchos reforzados (Patente USA No. 3.830.762).

10 Los agentes de acoplamiento adecuados están contenidos en tres categorías básicas: agentes de acoplamiento oxidantes que incluyen nitrito sódico, ácido nitroso, yodo, cloro, tetrionato sódico, bromuro de cianógeno, cloruro de nitrosulo, cloramina T y peróxidos de hidrógeno; Agentes de acoplamientos de iones metálicos polivalentes que incluyen sales solubles en agua de Hg^{+2} , Fe^{+2} , Fe^{+3} , Zn^{+2} , Cu^{+2} , Cd^{+2} , Pb^{+2} , Mn^{+2} , Ni^{+2} y Cr^{+3} ; y agentes de acoplamiento difuncionales tales como dihaluros de alquilo, diepóxidos y epihalohidrinas. Ejemplos de los dihaluros son dibromometano, dibromopropano y diclorobutano. Ejemplos de los diepóxidos son 1,2:3,4-diepoxibutano, 1,2:4,5-diepoxipentano y

15 1,2:7,8-diepoxioctano. Ejemplos de las epihalohidrinas son epiclorhidrina y epibromohidrina. Las estructuras de matriz básicas que resultan de cada una de las anteriores categorías de agentes de acoplamiento son las mostradas a continuación:

20



en donde M = ión metálico polivalente; R = polímero polihidroxi; y R' = alquilo o alquilo sustituido.

5 Debe entenderse que el alquilo o alquilo sustituido en la estructura (3) anterior se deriva del agente de acoplamiento difuncional específico empleado. Para los expertos en la técnica será conocido el empleo de otros agentes de acoplamiento como adecuados para utilizarse según la invención.

10 Las reacciones de PPX con agentes de acoplamiento para formar una matriz insolubilizada, requieren normalmente un pH de 2 a 7 aproximadamente, si bien se prefiere un pH de 4 a 7.

15 El orden de adición de agente de acoplamiento y ajuste del pH no es crítico para la mayoría de los agentes de acoplamiento. Sin embargo, cuando se usa nitrito sódico, es preferible ajustar el pH del medio de reacción después de haber añadido el agente de acoplamiento y con peróxido de hidrógeno es preferible ajustar primero el pH. La matriz resultante se puede lavar luego, filtrar y secar mediante cualquier método convencional. El lavado de la matriz puede ser con agua o con cualquier otro disolvente que no disuelva o reaccione con el material de matriz sin pérdida de material de núcleo. Sin embargo, y una vez
20 secada la matriz para producir un material granulado o en polvo friable, la rehumectación inicia la biodegradación del material de matriz y comienza el desprendimiento del material de núcleo.

25 Los parámetros de reacción usuales de la reacción anterior (es decir, temperatura ambiente, presión, etc.) son todos ellos bien conocidos para los expertos en la técnica y no se consideran en la presente invención.

30 Los materiales de núcleo a encapsular y que resultan adecuados para utilizarse según la invención, incluyen cualquier sólido orgánico e inorgánico capaz de encontrarse en forma

finamente dividida o en forma líquida, es decir soluble en agua, insoluble en agua o dispersable en agua, que no interfiera con el proceso de encapsulación y que no reaccione con la matriz encapsulante o disuelva a esta última. Los agentes químico-bio-
5 lógicos adecuados se definen aquí como aquellos que incluyen esencialmente todos los herbicidas, insecticidas, fungicidas, nematocidas, bacteriocidas, rodenticidas, moluscidas, acarici-
das, larvacidas, repeledores de animales, insectos y aves, reguladores del crecimiento de las plantas, fertilizantes, feromonas,
10 inductores y atraedores del sexo, y composiciones sazonzantes y odorizantes. Ejemplos adecuados de herbicidas incluyen dipropil-
tiocarbamato de S-propilo, alfa, alfa, alfa-trifluor-2,6-dinitro-
N,N-dipropil-p-toluidina, diisobutiltiocarbamato de S-etilo,
15 2,6-diclorobenzonitrilo, dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiri-
dinio, ácido 2,4-diclorofenoxiacético, 2,4-diclorofenoxiacetato de sodio y 3-amino-2,5-diclorobenzoato de amonio. Ejemplos ade-
cuados de nematocidas incluyen 1,2-dibromo-3-cloropropano. Ejem-
plos adecuados de insecticidas apropiados incluyen O-etil-S-
feniletil-fosforoditioato, S-(1,2-dicarbetoxyetil)-O,O-dimetil-
20 ditiofosfato, metil-O,O-dimetil-o,p-nitrofenil-fosforotioato,
1,1,1-tricloro-2,2-bis(p-clorofenilo), y 2,3-dihidro-2,2-dimetil-
7-benzofuranil-metil-carbamato. Ejemplos de inductores o atraedo-
res adecuados del sexo incluyen metil-4-alil-2-metoxifenol y
terc-butil-4-cloro-2-metil-ciclohexano-carboxilato. Para encon-
25 trar más ejemplos de composiciones pesticidas adecuadas véase
O. Johnson, Chemical Week, pág. 39-64, junio 21, 1972. Otras
composiciones adecuadas como materiales de núcleo para utilizar-
se según la invención, son ya conocidas por los expertos en la
técnica. Los materiales de núcleo disueltos en disolventes inmisi-
30 bles en agua y combinaciones compatibles de los tipos anterio-

res de composiciones, son encapsulados también fácilmente por el presente método.

Las cantidades eficaces de los materiales de núcleo dependen totalmente del tipo y características del material de núcleo, del espesor de la matriz y de la utilidad proyectada para el producto. Un líquido muy volátil requerirá un espesante o una estructura de matriz más impermeable que un sólido no volátil. Un líquido volátil a utilizar como pesticida de lenta liberación, por ejemplo, requerirá menos material de matriz que un líquido volátil para ser apartado completamente del ambiente. En este último caso, se podría aplicar al presente producto, como más abajo se describe, un ulterior revestimiento con un polímero impermeable, tal como los descritos en la técnica anterior. El espesor de la matriz se controla también mediante un segundo revestimiento de PPX. Esto se lleva a cabo resuspendiendo el primer producto encapsulado e insolubilizado en una solución de PPX, añadiendo el agente de acoplamiento y ajustando el pH a 2-7 aproximadamente, para formar una segunda matriz del mismo modo que la primera. Se aplican revestimientos adicionales del mismo modo para formar el espesor deseado de la matriz. Las características de desprendimiento de los materiales de matriz se pueden alterar también tratando el presente producto con una combinación de resorcinol y formaldehído, u otros agentes endurecedores ya conocidos en la técnica. Los agentes endurecedores se pueden añadir al material de matriz antes, durante o después de la insolubilización. Tras el tratamiento con resorcinol y formaldehído, no solo se disminuye la liberación de los materiales de núcleo del presente producto, sino que también este tratamiento facilita el desagado y filtración del presente producto. La gama eficaz de concentración de agente endurecedor es de 0,1

a 10% aproximadamente, basado en el peso en seco del PPX, prefiriéndose una gama de 2 a 5%.

Las características de liberación o desprendimiento se pueden modificar también combinando PPX con otros materiales, tales como lápices de caucho. Sin que ello suponga una limitación, ejemplos de lápices de caucho útiles para combinarse con PPX, incluyen estireno-butadieno (SBR), estireno-acrilonitrilo-butadieno, acrilonitrilo-butadieno, isopreno, isopreno-acrilonitrilo, isopreno-butadieno y cloropreno (neopreno). Las combinaciones de PPX-látex han resultado ser eficaces como materiales formadores de matriz en las primeras encapsulaciones así como en ulteriores encapsulaciones. Los látices de caucho se pueden utilizar también solos como materiales de revestimiento para la matriz de PPX. La gama preferida de relaciones de látex de caucho: cantidad total de PPX es de 4:1 a 1:9 aproximadamente en peso seco. La modificación adicional de las propiedades de liberación de las combinaciones de PPX-látex de caucho se puede conseguir incorporando cantidades eficaces de agentes de curado de caucho y agentes aceleradores del curado, tales como azufre, disulfuro de carbono, butilo 8 y otros conocidos en la técnica. Se prefiere la adición de tales agentes a la mezcla de material antes de la insolubilización de la matriz.

Según otra modalidad, las características de liberación de los materiales de matriz se puede alterar añadiendo a la solución de PPX un polímero sintético disuelto en un disolvente orgánico. La mayoría de los polímeros sintéticos pueden ponerse en práctica para esta finalidad, particularmente los tipos polivinílicos y poliacrílicos. Sin que ello constituya una limitación a cualquier especie particular, ejemplos de polímeros adecuados incluyen poliestireno, polietileno, policloruro de vi-

nilo y polimetacrilato de metilo. El polímero se disuelve en cualquier disolvente orgánico adecuado conocido en la técnica, tal como benceno o tolueno. Dichas combinaciones de PPX-polímero sintético soluble orgánico, se pueden emplear como materiales formadores de matriz en la primera y/o ulteriores encapsulaciones. La cantidad de polímero sintético puede oscilar entre 0-30%, base de peso en seco, de la combinación de matriz, siendo la gama preferida la de 1-25%. Alternativamente, los polímeros sintéticos solubles, orgánicos, se pueden utilizar solos como revestimiento para la matriz de PPX. Los látices de caucho descritos anteriormente se pueden incorporar también para producir materiales formadores de matriz que comprenden combinaciones de PPX-polímero sintético soluble orgánico-látex de caucho.

Una cantidad eficaz de un agente biológico adecuado se define en esta invención como aquella cantidad de material de núcleo que conseguirá el resultado deseado (por ejemplo, atraer, repeler o destruir plagas, desprender un aroma o sabor detectable, o realzar el crecimiento de plantas) cuando la composición encapsulada, que contiene la cantidad eficaz del agente biológico adecuado, se coloca en el ambiente apropiado. Con el fin de un atrapado suficiente dentro de la matriz, es preferible que el agente biológico químico adecuado esté presente en el material formador de matriz antes de la reacción de encapsulamiento en una cantidad igual a 1-100% aproximadamente de la cantidad total de material formador de matriz sobre una base de peso en seco. La composición resultante de materia contiene por consiguiente, preferiblemente, un agente biológico en cantidades de 1 a 50% del peso total de la composición de materia, sobre una base de peso en seco.

La liberación del agente biológico requiere que

5 el ambiente en el cual se coloca la composición encapsulada tenga
humedad. Los campos, jardines y similares en donde se utiliza nor-
malmente pesticidas, atraedores, repeledores, reguladores del
crecimiento de las plantas y fertilizantes, contienen suficien-
te humedad natural o añadida para causar la liberación del
agente biológico químico. Las composiciones odorizantes y sazo-
nantes, que se utilizan en alimentos, se liberan de la matriz
encapsulante por la humedad contenida o añadida al producto ali-
menticio. A pesar de que no se intenta limitarse a ninguna teo-
10 ría en particular, se cree que el mecanismo de liberación se
lleva a cabo por la biodegradación de la matriz de PPX así como
por desplazamiento de agua y difusión a través de imperfeccio-
nes en la matriz.

15 Los siguientes ejemplos se ofrecen para ilustrar
adicionalmente la invención y no deberán ser considerados como
limitativos de la misma, la cual es definida en las reivindica-
ciones adjuntas. Todas las partes y porcentajes se ofrecen en
peso a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

- 20 a. Se suspenden 162 partes de almidón en 1000 partes de
agua. A la suspensión de almidón se añaden 36 partes de
disulfuro de carbono y 40 partes de hidróxido sódico en
345 partes de agua. La suspensión se agita y se deja
reposar durante 30 minutos a 25°C, para producir un
25 xantato de almidón (D.S. 0,35) en solución y tiene una
concentración de 13,7%.
- b. Se repite el procedimiento descrito en (a) con 324 par-
tes de almidón en 2.600 partes de agua, 24,3 partes de
disulfuro de carbono y 40 partes de hidróxido sódico en
30 345 partes de agua. La mezcla de reacción se deja repo-
sar durante 1 hora a 25°C para producir un xantato de
almidón (D.S. de 0,1) con una concentración de 12,9 %.

- 5 c. Se repite el procedimiento descrito en (a) anteriormente con 32 partes de almidón en 150 partes de agua, 25 partes de disulfuro de carbono y 32 partes de hidróxido sódico en 110 partes de agua. La mezcla de reacción se deja reposar durante 1 hora a 25°C, para producir un xantato de almidón (D.S. 1,0) que tiene una concentración de 16%.
- 10 d. Se repite el procedimiento descrito en (a) anteriormente con 32,4 partes de almidón en 100 partes de agua, 2,4 partes de disulfuro de carbono y 4 partes de hidróxido sódico en 56 partes de agua. La mezcla de reacción se deja reposar 1 hora a 25°C para producir una solución de xantato de almidón (D.S. 0,1) que tiene una concentración de 21,2%.
- 15 e. Se mezclan 180 partes de harina de maíz modificada con ácido (fluidez 90) con 180 partes de agua, seguido por 20 partes de disulfuro de carbono y 40 partes de hidróxido sódico al 50%, para producir una harina de xantato (D.S. de 0,17) que tiene una concentración de 47%.
- 20 f. Se suspenden 180 partes de almidón modificado con ácido (fluidez 90) en 250 partes de agua, seguido por tratamiento con 40 partes de disulfuro de carbono y 80 partes de solución de hidróxido sódico al 50%, para producir el correspondiente xantato (D.S. 0,35) que tiene una concentración de 44%.
- 25 g. Se mezclan 360 partes de almidón modificado con ácido (fluidez 90) con 300 partes de agua seguido por 20 partes de disulfuro de carbono y 40 partes de solución de hidróxido sódico al 50% para producir el correspondiente xantato (D.S. 0,07) que tiene una concentración de 53%.

EJEMPLO 2

30 Se mezcla 1 parte de polvo de celulosa con 10 partes

de una solución acuosa al 18% de hidróxido sódico y 5 partes de disulfuro de carbono. La mezcla de reacción se mantiene a unos 25°C durante 4 horas con agitación ocasional. La masa cauchutosa resultante se diluye con 30 partes de agua y se mezcla totalmente con 1 parte del herbicida dipropiltiocarbamato de S-propilo (6,9% de nitrógeno) y 1 parte de nitrito sódico. El pH de la mezcla se ajusta a 4,5 con ácido acético acuoso al 25%. La torta amarilla resultante se lava con agua y se seca a unos 25°C para dar 1,7 partes de un material granulado amarillo que tiene un contenido en azufre de 15,5% y un contenido en nitrógeno de 1,1 %. El producto contiene 16% de material de núcleo encapsulado.

EJEMPLO 3

Se mezclan 66 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 4 partes del herbicida dipropiltiocarbamato de S-propilo (6,9% de nitrógeno) y 3 partes de nitrito sódico. Se añade, con mezcla, una solución acuosa al 10% de ácido acético hasta que el pH de la mezcla de reacción es de 4,2. Después de reposar durante 10 minutos a unos 25°C, la matriz resultante se filtra, se lava con agua y se seca a unos 25°C, para dar 11,7 partes de producto que tiene 2,06% de nitrógeno. El producto contiene 30% de material de núcleo encapsulado. Después de reposar durante 40 días a 25°C en un recipiente abierto, el producto contiene 28,7 % de material de núcleo encapsulado.

Aunque el material de núcleo de dipropiltiocarbamato de S-propilo es muy soluble en mezclas de acetona-hexano y en acetona sola, estos disolventes son incapaces de extraer cantidades sustanciales de material de núcleo del producto encapsulado. Se dejan reposar 2 partes del producto encapsulado en 25 partes de una mezcla de volúmenes iguales de hexano y acetona durante

5 minutos. El disolvente se evacua y el producto se deja reposar en 25 partes de acetona durante 5 minutos más. El análisis de nitrógeno sobre el producto ulteriormente secado proporciona un valor de 1,64 % (es decir, 23,8 % de material de núcleo). La encapsulación proporciona también una barrera contra las pérdidas por evaporación. El material de núcleo libre (0,206 partes) se coloca en un disco de evaporación mientras que 0,800 partes del producto encapsulado se colocan en un segundo disco o plato evaporativo. Ambos platos se someten a las mismas condiciones de temperatura y luz solar simulada. Después de 25 horas, existe una pérdida de 100 % del material de núcleo libre, mientras que el valor de nitrógeno del material encapsulado disminuye solamente de 2,06 a 1,85%, una disminución en el porcentaje de material de núcleo de 30 a 26,8%.

Los estudios de germinación, utilizando el producto encapsulado anterior, se llevaron a cabo en 12 recipientes conteniendo cada uno de ellos 50 g de capa superficial de tierra. Se tratan 8 de los recipientes (Nos. 5-12) con 30 mg del herbicida encapsulado. En el primer día, los recipientes 1-4 no contiene herbicida encapsulado y los recipientes 5-8 se plantan cada uno de ellos con 100 g de semillas de hierba. Al tercer día (las semillas de hierba de los recipientes 1-4 habían germinado), se plantan los recipientes 9-12 cada uno de ellos con 100 semillas de hierba. Cada recipiente se riega con 20 ml de agua cuando las semillas fueron plantadas y a continuación cada 48 horas. Al décimo día, no existía germinación en los recipientes 5-8, la hierba de los recipientes 9-12 tenía una altura de 25,4 mm aproximadamente, la hierba de los recipientes 1-4 tenía una altura de 177,8 a 203,2 mm aproximadamente.

EJEMPLO 4

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 3, con 104 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 3 partes de nitrito sódico y 5 partes del herbicida α, α, α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-toluidina en 10 partes de acetona, para producir 21 partes de producto encapsulado conteniendo 23,8 % de material de núcleo.

EJEMPLO 5

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 3 con 51 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 1,5 partes de nitrito sódico y 1,5 partes del herbicida α, α, α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-toluidina en 5 partes de acetona, para producir 14,5 partes de producto encapsulado que contiene 35,6 % de material de núcleo (es decir, 5,17 % de nitrógeno).

Se llenan 4 recipientes con 50 g de capa superficial de tierra y 10 mg del producto encapsulado anterior y los cuatro recipientes se llenan con solamente 50 g de capa superficial de tierra. Se distribuyen 100 semillas de hierba sobre la parte superior de la tierra de cada recipiente, tras lo cual se riega con 20 ml de agua cada 48 horas. Después de 1 semana, había germinado de 60 a 100% de las semillas de los recipientes que no contenían herbicida, mientras que en aquellos recipientes que contenían herbicida no se presentó la germinación.

EJEMPLO 6

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 3, 100 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 3 partes de nitrito sódico y 5 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo para dar 20,3 partes de producto encapsulado conteniendo 23,6 % de material de núcleo (es de-

cir, 1,52 % de nitrógeno).

EJEMPLO 7

5 Se mezclan 41 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(d) con 100 partes de agua y 3,1 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo seguido por la adición de 5 partes de ácido acético glacial y 4 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 20%. Después de continuar la mezcla durante 10 minutos, la matriz resultante se filtra, se lava con agua, se vuelve a filtrar y se seca a unos 25°C aproximadamente, para dar 11 partes de producto encapsulado conteniendo 1,71 % de nitrógeno y 26,6 % de material de núcleo.

EJEMPLO 8

15 Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 7 con 45 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de ácido acético glacial, 2 partes de peróxido de hidrógeno y 4,1 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo, para proporcionar una torta húmeda que se mezcla con 10 partes de arcilla. La mezcla seca contiene 36 partes de producto conteniendo 3,8 % de material de núcleo.

EJEMPLO 9

20 La solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) (40,5 partes) se mezcla con 5 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo y 10 partes de ácido acético acuoso al 25%. Tras la adición, con agitación, de 1 parte de peróxido de hidrógeno acuoso al 30%, se forma una matriz insoluble. El mezclado se continúa durante 10 minutos, seguido por la adición de 13 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 3 partes de ácido acético acuoso al 25 % y 0,5 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 30%. El producto resultante, doblemente encapsulado, se filtra, se lava con agua, se vuelve a filtrar y se

25

30

seca a temperatura ambiente (es decir, 25°C aproximadamente), para producir polvo de color amarillo claro que tiene un valor de nitrógeno de 2,42 % y que contiene 37,5 % de material de núcleo.

5

EJEMPLO 10

10

Se mezclan 26 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 2,5 partes del herbicida diisobutilcarbamato de S-etilo y 1 parte de nitrito sódico. Se añade gota a gota ácido acético acuoso (25%) para producir un gel espeso al cual se añade 1 parte de ácido acético glacial. La mezcla conteniendo la matriz resultante se filtra, se lava con agua y se vuelve a filtrar. El producto se añade a 5 partes de solución de xantato de almidón (ejemplo 1(a)) y 13 partes de latex SBR 1502 (20% de sólidos); un latex de caucho comercial conteniendo 20% de sólidos en agua. El caucho comprende 23,5 % de estireno y 76,5 % de butadieno. El emulsionante es una mezcla de ácido graso y ácido de rosina). La mezcla se acidifica con ácido acético, se filtra, se lava con agua, se vuelve a filtrar y se seca a unos 25°C, para dar 7,5 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 2,04 % de nitrógeno y 31,6 % de material de núcleo.

15

20

EJEMPLO 11

25

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 9 con 39 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1 (a), 8 partes de ácido acético acuoso al 25 %, 1 parte de peróxido de hidrógeno acuoso al 30 % y 3,9 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo para la primera encapsulación, y 5 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de ácido acético acuoso al 25% y 0,5 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 30 %, para producir 16,7 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 1,28 % de nitrógeno y 19,7 % de material de núcleo. El secado se lleva a cabo

30

ciclando el producto 5 veces a 65°C a través de un secador por evaporación.

EJEMPLO 12

5 Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 9 con 20 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 1,5 partes de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$, 5 partes de ácido acético acuoso al 25% y 1,2 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo durante la primera encapsulación, y 6 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) 2 partes de ácido acético acuoso al 25% y 0,5 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 30 %, para dar 5,2 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 1,33 % de nitrógeno y 20,6 % de material de núcleo.

10

EJEMPLO 13

15 Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 3 con 25 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(c), 0,6 partes de nitrito sódico y 1,9 partes del herbicida diisobutiltiocarbamato de S-etilo contenido en 4 partes de latex SBR 1502 (20% de sólidos) y una gota de emulsionante Tween 85 para dar 8,2 partes de producto encapsulado que contiene 1,5 % de nitrógeno y 23,2 % de material de núcleo.

20

Un gramo del producto encapsulado pierde solamente 16 % de material de núcleo por evaporación al reposar durante 20 horas a 25°C en un recipiente abierto, mientras que bajo las mismas condiciones el material de núcleo libre se evapora totalmente.

25

EJEMPLO 14

Se repite el proceso de encapsulamiento del ejemplo 10 con 20 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), una parte de nitrito sódico y 2,5 partes del herbicida diisobutil-

30

5 tiocarbamato de S-etilo durante la primera encapsulación, y 3 partes de latex SBR 1502 (20 % de sólidos) y una parte de ácido acético glacial, para dar 6 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 2,2 % de nitrógeno y 34 % de material de núcleo.

EJEMPLO 15

10 Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 10, con 40 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de nitrito sódico, 4 partes de ácido acético glacial y 6 partes del nematocida 1,2-dibromo-3-cloropropano durante la primera encapsulación, y 12 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) y una parte de ácido acético glacial, para dar 16 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 18% de halógeno y 21,7% de material de núcleo. El producto doblemente encapsulado desprende un olor fuerte típico del 1,2-dibromo-3-cloropropano después de reposar en agua durante 15 minutos.

EJEMPLO 16

20 Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 10 con 28 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), una parte de nitrito sódico y 5 partes del nematocida 1,2-dibromo-3-cloropropano durante la primera encapsulación, y 5 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 0,5 partes de ácido acético glacial y 1 parte de peróxido de hidrógeno acuoso al 20 %, para dar 22,5 partes de un producto encapsulado doblemente que contiene 18,5 % de halógeno y 22,2 % de material de núcleo. El producto doblemente encapsulado desprende un fuerte olor típico del 1,2-dibromo-3-cloropropano después de reposar en agua durante 15 minutos.

EJEMPLO 17

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 3 con 50 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de nitrito sódico y 7,5 partes del 1,2-
5 dibromo-3-cloropropano, para dar 8 partes del producto encapsulado conteniendo 14,4 % de halógeno y 17,4 % de material de núcleo. La cantidad de material de núcleo permanece sin alterar después de reposar en un recipiente abierto durante 4 meses a 5°C. El producto encapsulado desprende un fuerte olor típico
10 del 1,2-dibromo-3-cloropropano después de reposar en agua durante 15 minutos.

EJEMPLO 18

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 9 con 30,7 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo
15 1(a), 8 partes de ácido acético acuoso al 25%, 2 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 20% y 3,5 partes del insecticida fosforoditioato de O-etil-S-feniletilo durante la primera encapsulación, y 8 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de ácido acético acuoso al 25% y 1 parte de
20 peróxido de hidrógeno acuoso al 20%, para dar 10 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 30,6 % de material de núcleo.

EJEMPLO 19

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo
25 3 con 100 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 3 partes de nitrito sódico y 10 partes del insecticida ditiofosfato de S-(1,2-dicarbetoietil)-O,O-dimetilo para dar 23 partes del producto encapsulado conteniendo 39 % de material de núcleo.

EJEMPLO 20

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3 con 150 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 5 partes de nitrito sódico y 5 partes del herbicida 2,6-dicloro-
5 benzonitrilo para dar 3 partes del producto encapsulado conteniendo 7,2 % de cloruro y 16,6 % de material de núcleo. No se observa ninguna pérdida del contenido en cloro después de reposar en un recipiente abierto a 25°C durante 5 meses.

EJEMPLO 21

10 Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3 con 60 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1 (a), 1,5 partes de nitrito sódico y 6,6 partes de una mezcla de 80 % del insecticida metil-0,0-dietil-o,p-nitrofenil-fosforotioato y 20 % de xileno, para dar 12,2 partes de producto encapsulado
15 conteniendo 2,48 % de fósforo y 2u,2 % de material de núcleo. Se deja reposar en agua una muestra del producto encapsulado anterior. Se retiran periódicamente partes alicuotas durante 2 horas y se ensayan con respecto al máximo de absorción ultravioleta a 276 nm, la región de absorción para el anterior material de
20 núcleo. La absorción se observa en todas las partes alicuotas indicando que el material de núcleo se ha desprendido.

EJEMPLO 22

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 9 con 52 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1
25 (a), 2,5 partes de ácido acético glacial, 2 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 20 % y 6 partes de una mezcla de 80% del insecticida metil-0,0-dietil-o,p-nitrofenil-fosforotioato y 20 % de xileno durante la primera encapsulación, y 8 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) y 0,5 partes de ácido
30 acético glacial, para dar 13 partes de un producto doblemente

encapsulado que contiene 2,84 % de fósforo y 27,6 % de material de núcleo.

EJEMPLO 23

5 Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3 con 62 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 1,5 partes de nitrito sódico y 5 ml de solución acuosa conteniendo 29,1 % del herbicida acuático dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio, para dar 9,5 partes de producto encapsulado conteniendo 0,45 % de nitrógeno y 3 %
10 de material de núcleo.

EJEMPLO 24

Se disuelven 20 partes del herbicida ácido 2,4-diclorofenoxiacético (2,4-D) en 150 partes de etanol absoluto y, a un pH de 9 aproximadamente, se añade hidróxido sódico acuoso al 18%. El precipitado resultante (es decir,
15 la sal sódica de 2,4-D), se lava con etanol absoluto y se seca.

Se repite el proceso de encapsulación descrito en el ejemplo 7 con 80 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 6 partes de ácido acético acuoso al 25 %
20 (el pH de la mezcla de reacción es de 5,5), 6 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 20 % y 8 partes de la sal sódica de 2,4-D, para dar 20 partes de producto encapsulado conteniendo 12,7 % de cloro y 39,2 % de material de núcleo.

El producto encapsulado es inodoro en contraste
25 con la sal sódica de 2,4-D o 2,4-D libres (los cuales tienen un fuerte olor fenólico). Al contrario que el 2,4-D o la sal sódica de 2,4-D libre, el producto encapsulado adquiere un color azul oscuro cuando se pone en contacto con una solución acuosa de yodo.

EJEMPLO 25

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 7 con 52 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 2 partes de ácido acético glacial, 2 partes de H₂O₂ acuoso al 20% y 3,2 partes del herbicida 3-amino-2,5-diclorobenzoato de amonio, de 90% de pureza, para dar 9 partes de producto encapsulado conteniendo 8% de cloro y 22,8% de material de núcleo.

EJEMPLO 26

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 47 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 1 parte de NaNO₂ y 3 partes del insecticida 1,1,1-tricloro-2,2-bis(p-clorofenil)etano (es decir, DDT) en 6 partes de acetona para dar 9,8 partes de producto encapsulado conteniendo 15,4% de cloro y 30,8% de material de núcleo.

EJEMPLO 27

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 40 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(b), 1 parte de NaNO₂ y 3 partes de la mezcla DDT insecticida del ejemplo 26, para dar 9 partes de producto encapsulado conteniendo 16,7% de cloro y 33,4% de material de núcleo.

EJEMPLO 28

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 42,5 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(c), 3 partes de NaNO₂ y 4 partes de la mezcla insecticida DDT del ejemplo 26, para dar 10,4 partes de producto encapsulado conteniendo 19,7% de cloro y 39,4% de material de núcleo.

EJEMPLO 29

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 44 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo

1(a), 1 parte de NaNO_2 y 1 parte del insecticida 2,3-dihidro-2,2-dimetil-7-benzofuranilmetilcarbamato en 9 partes de acetona, para dar 7 partes de producto encapsulado conteniendo 0,88% de nitrógeno y 12,8% de material de núcleo.

5 EJEMPLO 30

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 25,5 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(d), 1 parte de NaNO_2 y 2,5 partes del herbicida S-etil-diisobutiltiocarbamato, para dar 6,7 partes de producto encapsulado conteniendo 2% de nitrógeno y 31% de material de núcleo.

10 EJEMPLO 31

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 3, con 33 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 0,8 partes de NaNO_2 y 4 partes de atrayente del sexo de insectos machos a base de metil-4-alil-2-metoxifenol, para dar 7,8 partes de producto encapsulado conteniendo 41,7% de material de núcleo basado en el aumento de peso.

Una muestra de producto encapsulado se suspende en agua en un tubo de ensayo equipado con un tapón, durante 15 minutos. Al quitar el tapón se detecta un fuerte olor característico del material de núcleo. A partir del producto seco no se pudo detectar olor alguno.

20 EJEMPLO 32

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 7, con 21 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 25 2 partes de ácido acético glacial, 2 partes de sulfato amónico disuelto en 3 partes de agua y 1 parte de H_2O_2 acuoso al 20%. El material insolubilizado se filtra, se lava con acetona y se seca a 25°C , para dar 5,7 partes de producto encapsulado conteniendo 4,4% de nitrógeno y 20,6% de material de núcleo. Este

30

producto es útil como un fertilizante de bajo desprendimiento.

EJEMPLO 33

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 7, con 20,7 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 1 parte de ácido acético glacial, 2 partes de urea y 1 parte de H₂O₂ acuoso al 20%. El material insolubilizado se filtra, se lava con acetona y se seca a 25°C, para dar 3,8 partes de producto encapsulado conteniendo 6,3% de nitrógeno y 13,5% de material de núcleo. El producto es útil como fertilizante de lento desprendimiento.

EJEMPLO 34

Un almidón fosfatado aniónico, comercial, se trata como en el ejemplo 1, para proporcionar un xantato de almidón aniónico D.S. 0,35 en una solución acuosa al 13,4%.

Se mezclan 40 partes de la solución de xantato de almidón aniónico con 0,9 partes de NaNO₂ y 8 partes del insecticida DDT en 15 partes de acetona. La mezcla se acidifica con 5 partes de ácido acético glacial y el material insolubilizado resultante se lava con agua, se filtra, se lava con 200 partes de hexano y se seca a unos 25°C, para dar 11,8 partes de producto encapsulado conteniendo 25,8% de cloro y 51,6% de material de núcleo.

EJEMPLO 35

Un almidón aminado catiónico, comercial, se trata como en el ejemplo 1, para proporcionar un xantato de almidón catiónico D.S. 0,35 en una solución acuosa al 13,4%.

Se mezclan 42 partes de xantato de almidón catiónico con 5 partes del agente atraedor del sexo terc-butyl-4-cloro-2-metilciclohexanocarboxilato, 2 partes de ácido acético glacial y 2 partes de H₂O₂ acuoso al 20%.

El material insolubilizado resultante se lava con agua, se filtra y se seca a unos 25°C, para dar 9,8 partes de producto encapsulado conteniendo 41,8% de material de núcleo (aumento en peso).

5 EJEMPLO 36

Se repite el proceso de encapsulación del ejemplo 7 con 20,3 partes de la solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 5 partes de ácido acético acuoso al 25%, 0,5 partes de H₂O₂ acuoso al 20% y 3,1 partes del herbicida S-etil-diisobutiltiocarbamato para la primera encapsulación, y 4,2 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), 0,25 partes de H₂O₂ acuoso al 20% y 2 partes de ácido acético acuoso al 25%, para dar 5,2 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 2,6% de nitrógeno y 40% de material de núcleo.

15 Se llenan cuatro recipientes con una mezcla de 50 g de tierra superficial y 13 mg del producto encapsulado anterior y se llena cuatro recipientes con 50 g de tierra superficial sólo. Se distribuyen 100 semillas de hierba sobre la superficie de la tierra en cada uno de los ocho recipientes, regándose cada uno de ellos con agua (20 ml) cada 48 horas. Después de una semana, la hierba de los recipientes con solo tierra superficial exhibe 60-100% de germinación de semillas de hierba, mientras que en los recipientes con el producto encapsulado no se observó germinación.

25 EJEMPLO 37

Se repiten los estudios de germinación del ejemplo 36 con una mezcla de tierra superficial y producto encapsulado del ejemplo 3. Después de 10 días no se observa germinación.

EJEMPLO 38

30 Se mezclan 99 partes de solución de xantato de almidón

5 del ejemplo 1(a) con 8,6 partes de S-etil-disisobutiltiocarbama-
to seguido por 2,1 partes de epíclorhidrina, 0,58 partes de
nitrito sódico y 7 partes de ácido acético glacial. Después de
reposar durante 10 minutos, el producto encapsulado se lava con
10 agua, se filtra y se seca, para dar 19 partes conteniendo 21%
de material de núcleo. Se llenan 9 recipientes cada uno con 30
g de tierra superficial húmeda. En la parte superior de cada
tres de los recipientes, se añaden 13 mg del producto encapsula-
do anterior; a otros tres, se incorpora en la tierra 13 mg del
producto encapsulado y el resto se mantienen como testigos (sin
aditivos). Se dispersan 100 semillas de hierba sobre la parte
superior de cada recipiente. Se añade agua en la cantidad nece-
saria para mantener húmeda la tierra. Después de 10 días, la
germinación y crecimiento en los juegos primero y segundo de
15 recipientes fueron de un 90% menores que para los testigos.

EJEMPLO 39

Se mezclan 69 partes de solución de xantato de almidón
del ejemplo 1(a) con 4 partes de S-etil-disisobutiltiocarbamato
seguido por 4 partes de ácido acético glacial y 3 partes de epi-
20 clorhidrina, para dar, tras el reposo, un producto cauchutoso
que después del secado proporciona 16,5 partes conteniendo 0,9%
de nitrógeno y 13,6% de material de núcleo.

EJEMPLO 40

Se mezclan 36 partes de solución de xantato de almidón
25 del ejemplo 1(a) con 2 partes de poliestireno contenido en 10
partes de benceno y 6 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, se-
guido por 3 partes de ácido acético glacial y 2 partes de peróxi-
do de hidrógeno (20%). El producto se lava, se filtra y se seca
para dar 15,8 partes conteniendo 31,5% de material de núcleo.

EJEMPLO 41

5

10

15

20

25

30

Se mezclan 42 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 1 parte de poliestireno contenido en 5 partes de benceno y 4 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por 3 partes de ácido acético glacial y 2 partes de peróxido de hidrógeno (20%). El producto se lava, se filtra y se seca para dar 10,75 partes conteniendo 25,4% de material de núcleo.

Se cubren con agua 1.046 mg del producto encapsulado durante 3 días y se seca luego para dar 23% de material de núcleo.

EJEMPLO 42

Se mezclan 45 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 5 partes de poliestireno contenido en 10 partes de benceno junto con 6 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por 3 partes de ácido acético glacial y 2 partes de peróxido de hidrógeno (30%). El producto encapsulado se lava y seca para dar 17 partes conteniendo 26,6% de material de núcleo. Una muestra de este producto se sumerge en agua y, después de un día, se seca y analiza una parte alícuota para dar 23,6% de material de núcleo. Después de 6 días, otra parte alícuota se seca y analiza para dar 21,5% de material de núcleo.

EJEMPLO 43

Se mezclan 67 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 7 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por la adición de 8 partes de ácido acético glacial y 4 partes de peróxido de hidrógeno al 30% para la primera encapsulación. Las partículas granuladas así formadas se mezclan con 18 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) y 1,5 partes de poliestireno en 7,5 partes de benceno, seguido por adición de 2 partes de ácido acético glacial y 1 parte de peróxido de hidrógeno al 30%, para dar, después del secado, 28 partes

de un producto doblemente encapsulado que contiene 28% de ingrediente activo.

EJEMPLO 44

5 Se mezclan 171 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 17 partes de latex SBR 1502 (20% de sólidos) junto con 17 partes de concentrado emulsionable conteniendo 7,25% de material de núcleo de 1,2-dibromo-3-cloropropano. La reticulación del xantato se efectúa ajustando el pH de la mezcla con 9 partes de ácido acético glacial seguido por la
10 adición de 5 partes de peróxido de hidrógeno al 30%. El producto encapsulado se mezcla en un mezclador Waring con sílice (2% sobre una base de peso en seco) para dar finas partículas que contienen 5,6% de material de núcleo.

EJEMPLO 45

15 Se mezclan 67 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 7 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por la adición de 8 partes de ácido acético glacial y 4 partes de peróxido de hidrógeno al 30% para la primera encapsulación. Las partículas granuladas así formadas se lavan con agua,
20 se filtran, se mezclan luego con 10 partes de latex SBR 1502, 1 parte de ácido acético glacial, seguido por secado para dar 17 partes de un producto doblemente encapsulado que contiene 27% de ingrediente activo.

EJEMPLO 46

25 Se mezclan 74 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 15 partes de latex SBR 1502 conteniendo 20% de sólidos y 10 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por 2 partes de ácido acético glacial y 3 partes de peróxido de hidrógeno al 30%. Las partículas sólidas así obtenidas se diluyen con 100 partes de agua y se mezcla en un mezclador Waring
30

durante 6 minutos seguido por filtración y secado a 25°, para dar 18 g de producto conteniendo 27,5% de material de núcleo.

Una muestra de 2 g del producto encapsulado se reviste con 3 ml de benceno conteniendo 200 mg de poliestireno. El producto seco pesa 2,2 g y contiene 26,4% de material de núcleo. El tratamiento con agua de una muestra de 200 mg, durante 20 horas, proporciona, después del secado, 188 mg de producto conteniendo 22% de material de núcleo. El tratamiento con agua de otra muestra de 200 mg, durante 8 días, proporciona, después del secado, 162 mg de producto conteniendo 8,8% de material de núcleo.

EJEMPLO 47

Se mezclan 52 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 5 partes de latex SBR 1502, 1 parte de poliestireno en 5 partes de benceno y 7 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por la adición de 6 partes de ácido acético glacial y 3 partes de peróxido de hidrógeno al 30%. Las partículas granuladas así formadas se lavan, se filtran y se secan para dar 16 partes de producto encapsulado conteniendo 33% de ingrediente activo.

EJEMPLO 48

Se mezclan 82 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 8 partes de latex SBR 1502 (conteniendo 20% de sólidos) junto con 5 partes de S-etil-diisobutiltiocarbamato, 2 partes de ácido acético glacial y 2,9 partes de epíclorhidrina. Trás mezclar durante unos cuantos minutos, el producto solidifica. Después de lavar con agua y secar, el rendimiento es de 21 partes de partículas amarillas conteniendo 1,1% de nitrógeno y 17% de material de núcleo.

EJEMPLO 49

Se mezclan 161 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 16 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos) junto con 9 partes del herbicida S-etil-diisobutiltiocarbamato y 9 partes del nematocida 1,2-dibromo-3-cloropropano.

5 La mezcla se acidifica con 8 partes de ácido acético glacial, seguido por adición de 5 partes de solución de peróxido de hidrógeno al 30%, 2 partes de nitrito sódico al 58% y 3 partes de ácido acético glacial. El herbicida-nematocida encapsulado se lava con agua, se filtra y se seca para dar 41 partes conteniendo 10,5% de halógeno y 12,7% de nematocida, 1,32% de nitrógeno y 20% de herbicida.

10

EJEMPLO 50

Se mezclan 87 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 7 partes de α, α, α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-toluidina (p.f. 49°C) junto con 12 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos) y 2 partes de epiclorhidrina, seguido por 0,58 partes de nitrito sódico y 7 partes de ácido acético glacial. Después de reposar a temperatura ambiente durante unos cuantos minutos, el producto se lava, se filtra y se

15

20 se seca para dar 23 partes de material encapsulado que contiene 30% de material de núcleo.

EJEMPLO 51

Se mezclan 115 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 15 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos) y 8,6 partes de epiclorhidrina, 0,9 partes de nitrito sódico y 10 partes de ácido acético glacial. Después de reposar a 25°C durante 10 minutos con agitación ocasional, se efectúa la segunda encapsulación mezclando el producto con 40 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), seguido por 0,7 partes

25

30 de epiclorhidrina, 0,3 partes de nitrito sódico y 3 partes de

ácido acético glacial. El nuevo producto se lava, se filtra y se seca para dar 36 partes conteniendo 19,6% de material de núcleo. Un gramo del producto doblemente encapsulado no pierde material de núcleo por evaporación al estar en reposo durante 20 horas a 25°C en un recipiente abierto; mientras que bajo las mismas condiciones se evapora totalmente el material de núcleo.

EJEMPLO 52

Se calientan 74 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) a 50°C y se mezcla con 2 partes de alcohol de sebo fundido, 10 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, 5 partes de ácido acético glacial y 5 partes de peróxido de hidrógeno al 20%, para dar 18,5 partes de producto encapsulado conteniendo 33,6% de material de núcleo.

Una muestra de 305 mg, después de sumergirse en agua durante 3 días, se seca para dar un producto que contiene 23,8% de material de núcleo.

EJEMPLO 53

Se calientan a 50°C 52 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) y se mezcla con 2 partes de alcohol de sebo fundido, seguido por 8,3 partes de S-etil-diisobutiltio-carbamato, 3 partes de ácido acético glacial y 3 partes de peróxido de hidrógeno al 20% para dar 17,5 partes de producto encapsulado conteniendo 47,5% de material de núcleo (es decir, 3,1% de nitrógeno).

EJEMPLO 54

Se mezclan 83 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 9 partes de nemacure al 85% en 10 partes de acetona junto con 12 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos), 2,6 partes de nitrito sódico, 0,7 partes de resorcinol, 0,7 partes de formaldehído al 37% y luego se añade 12 partes de ácido

5 acético glacial. Después de continuar el mezclado durante 5 minutos, el material insolubilizado resultante se filtra, se lava con agua y se seca a unos 25°C, para dar 23,5 partes de producto encapsulado conteniendo 32,5% de material de núcleo.

EJEMPLO 55

10 Se mezclan 125 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) en un mezclador Waring con el herbicida N-(5-1,1-dimetiletíl)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-N,N'-dimetilurea molturado al aire, junto con 6 partes de ácido acético glacial y 3 partes de solución de peróxido de hidrógeno al 30%, para dar una masa sólida que se trata luego con 0,5 partes de nitrito sódico, 1 parte de solución de resorcinol al 50% y 1 parte de formaldehido al 37%. La adición de los tres últimos ingredientes hace que 15 las partículas sean más pesadas y de este modo mucho más fáciles de filtrar. El producto encapsulado se seca a 85°C durante 10 minutos seguido por secado a temperatura ambiente durante 18 horas, para dar 61 partes de material encapsulado conteniendo 60% de ingrediente activo (basado en el aumento de peso). Trás sumergir una muestra seca en una solución acuosa de yodo, la muestra 20 adquiere un color azul oscuro debido a la absorción de yodo por el almidón que rodea al material de núcleo. Después del mezclado con solución de yodo, no se presenta ningún cambio de color en el material de núcleo técnico.

25 EJEMPLO 56

30 Se calienta a 35°C 140 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) y se mezcla con 16,3 partes de Thiofenox fundido, seguido por la adición de 5 partes de ácido acético glacial y 5 partes de peróxido de hidrógeno (30%). En el espacio de 5 minutos de mezclado, la mezcla solidifica la cual a su vez queda atrapada en el material de núcleo. Se proporciona una segunda

capa de encapsulación mezclando el producto en un mezclador Waring con 34 partes de la solución de xantato del ejemplo 1(a) junto con 1,7 partes de nitrito sódico, 1 parte de solución acuosa de resorcinol (concentración 50%), 1 parte de formaldehído al 37% y 3 partes de ácido acético glacial. El producto vuelve de nuevo a una masa sólida la cual se lava con agua y se seca a 25°C para dar 47 partes conteniendo 4,4% de nitrógeno y 32% de material de núcleo.

EJEMPLO 57

Se mezclan 119 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 12 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos), 15 partes del herbicida 3-(2-(3,5-dimetil-2-oxociclohexil)-2-hidroxiethyl)-glutarimida disuelto en 16 partes de acetona caliente seguido por adición de 6 partes de ácido acético glacial y 3,5 partes de solución de peróxido de hidrógeno al 30%. El herbicida encapsulado se mezcla con 39 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) junto con 9 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por tratamiento con 2 partes de solución al 58% de nitrito sódico, 1 parte de solución al 50% de resorcinol, 1 parte de formaldehído al 37% y 2 partes de ácido acético glacial. El producto que contiene herbicida encapsulado y nematocida encapsulado se lava con agua, se filtra y se seca para dar 41,5 partes conteniendo 6,7% de halógeno y 8,1% de nematocida, 1,55% de nitrógeno y 31% de herbicida.

EJEMPLO 58

Se mezclan 130 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 4,5 partes de O-etil-S-feniletilfosfonoditioato y 10 partes de solución de polietileno al 15% en tolueno caliente. La mezcla se acidifica con 6 partes de ácido acético glacial seguido por adición de 4 partes de peróxido de hidrógeno

5 al 30%, para dar un producto encapsulado que se trata adicionalmente con 1 parte de nitrito sódico al 58%, 1 parte de formaldehído al 37% y 1 parte de solución de resorcinol al 50%. Después de mezclar durante 5 minutos, el producto se lava con agua, se filtra y se seca para dar 28,5 partes conteniendo 16% de material de núcleo.

EJEMPLO 59

10 Se mezclan 153 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 6 partes de poli(cloruro de vinilo) (56% sólidos) junto con 9,3 partes de O-etil-S-feniletilfosfonicato, seguido por 8 partes de ácido acético glacial y 5 partes de peróxido de hidrógeno al 30%, para dar un material de núcleo encapsulado que se trata adicionalmente con 1 parte de solución de nitrito sódico (58% sólidos), 1 parte de formaldehído al 37% y 1 parte de resorcinol al 50%. El producto final se filtra, se seca y se pesa para dar 38 partes conteniendo 24,4% de material de núcleo.

EJEMPLO 60

20 Se mezclan 156 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 12 partes de solución al 10% de metacrilato de polimetilo en cloruro de metileno seguido por adición de 12 partes de clordano. La reticulación del xantato se efectúa ajustando el pH a ácido por adición de 8 partes de ácido acético glacial seguido por adición de 5 partes de peróxido de hidrógeno al 30%. Después de mezclar durante 2 minutos, se añade 1 parte de solución de nitrito sódico (58% sólidos), 1 parte de formaldehído al 37% y 1 parte de resorcinol al 50%. El producto sólido se lava, se filtra y se seca para dar 36 partes de producto conteniendo 33% de material de núcleo.

30 EJEMPLO 61

Se mezclan 51 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 10 partes de latex SBR 1502 junto con 4,7 partes de S-etil-dipropiltiocarbamato. Se añaden reactivos aceleradores del curado del latex (consistentes en 0,1 partes de azufre en una parte de disulfuro de carbono y 0,2 partes de butilo 8). La oxidación del xantato se consigue por adición de 3 partes de ácido acético glacial seguido por 2 partes de peróxido de hidrógeno al 20%. El material de núcleo encapsulado se encapsula doblemente por adición de 42 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a), mezclando completamente, y añadiendo 3 partes de ácido acético glacial seguido por 2 partes de peróxido de hidrógeno (20%). El producto final se lava con agua, se filtra y se seca para dar 20,5 partes conteniendo 22% de material de núcleo.

EJEMPLO 62

Se mezclan 94 partes de solución de xantato de almidón del ejemplo 1(a) con 10 partes de latex de neopreno conteniendo 46% de sólidos junto con 9 partes de S-propil-dipropiltiocarbamato. La mezcla se divide en 2 partes, a una de las cuales se añaden reactivos aceleradores del curado del latex (consistentes en 0,3 partes de butilo 8, 0,07 partes de azufre elemental en 0,3 partes de disulfuro de carbono). A cada parte, se añaden 0,5 partes de solución de resorcinol (50% en agua), 0,5 partes de solución al 37% de formaldehído y 0,5 partes de solución de nitrito sódico al 58%. Cada parte se mezcla luego y acidifica con 2 partes de ácido acético glacial, para dar un producto sólido que se lava con agua, se filtra y se seca para dar 13,5 partes (cada mitad) conteniendo 32% de material de núcleo.

Una muestra del producto tratado con acelerador y una muestra del producto sin tratar se sumergen por separado en agua.

El agua se intercambia periodicamente y despues de 48 horas los productos se filtran y se secan. El análisis revela unapérdida de 10% de material de núcleo en el producto tratado con acelerador del curado contra una pérdida del 16% en el producto sin tratar.

EJEMPLO 63

Se mezclan 18 partes de xantato de harina de maiz modificado con ácido del ejemplo 1(e) con 9 partes de 1,2-dibromo-3-cloropropano, seguido por 4 partes de ácido acético glacial y 2,5 partes de peróxido de hidrógeno al 30%. La mezcla insolubilizada se mezcla con 6,5 partes más de xantato de harina de maiz modificado del ejemplo 1(e) seguido por 0,5 partes de solución de nitrito sódico al 58% y 1,5 partes de ácido acético glacial. La masa grumosa así obtenida se pulveriza en un mezclador Waring y se seca para dar 37 partes de un polvo amarillento que contiene 20% de ingrediente activo.

EJEMPLO 64

Se mezclan 70 partes de xantato de almidón modificado del ejemplo 1(f) con 20 partes de latex SBR 1502 (20% sólidos) y 15,5 partes del insecticida 3,3-dimetil-1-(metiltio)-2-butanona O-/(metilamino)-carbonil/oxima seguido por 9 partes de ácido acético glacial y 4,5 partes de peróxido de hidrógeno al 30% para dar una masa grumosa. La masa se reviste luego con 14 partes del xantato de almidón modificado con ácido del ejemplo 1(f) seguido por 0,5 partes de solución de nitrito sódico al 58% y 3 partes de ácido acético glacial. El producto se moltura en un mezclador Waring y se seca para dar 68 partes de producto encapsulado que contiene 22% de ingrediente activo. El producto se reviste luego con 4 partes de poliestireno disuelto en 20 partes de benceno y se seca.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento asi como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para encapsular un agente biológico químico, caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (a) preparar una dispersión o solución de un agente biológico químico adecuado en un primer material formador de matriz que comprende una solución acuosa de un xantato de polímero polihidroxil (PPX) que tiene un grado de sustitución xantato (D.S.) de 0,1 a 3, en donde la cantidad relativa de dicho PPX con respecto al, agente biológico es suficiente para atrapar al agente dentro de
10 una matriz de dicho PPX;

(b) hacer reaccionar el PPX con un agente de acoplamiento elegido entre un agente oxidante adecuado, una sal soluble en agua de un ion de metal polivalente y un compuesto orgánico difuncional adecuado, a un pH de 2 a 7 aproximadamente, para formar una pri-
15 mera matriz insolubilizada atrapando con ello al citado agente; y

(c) recuperar el agente biológico químico atrapado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteri-
zado porque el agente biológico químico adecuado es un herbicida,
insecticida, fungicida, nematocida, bacteriocida, rodenticida,
20 moluscida, acaricida, larvacida, fumigante, repeledor de animales, repeledor de insectos, repeledor de pájaros, regulador del crecimiento de las plantas, fertilizante, feromona, inductor del sexo, composición sazonzante o composición odorificante.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteri-
zado porque el agente biológico químico es dipropiltiocarbamato de
25 S-propilo; alfa, alfa, alfa-trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-
toluidina; diisobutiltiocarbamato de S-etilo, 2,6-diclorobenzoni-
trilo; dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio; ácido 2,4-
diclorofenoxiacético; 2,4-diclorofenoxiacetato de sodio; 3-amino-
30 2,5-diclorobenzoato de amonio; 1,2-dibromo-3-cloropropano; fosforo-
ditioato de O-etil-S-feniletilo; ditiofosfato de S-(1,2-dicarbetoxi-

etil)-0,0-dimetilo; 0,0-dietil-o,p-nitrofenilfosforotioato de metilo; 1,1,1-tricloro-2,2-bis(p-clorofenil)etano; metilcarbamato de 2,3-dihidro-2,2-dimetil-7-benzofuranilo; metil-4-alil-2-metoxifenol; ó carboxilato de terc-butyl-4-cloro-2-metilciclohexano.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el PPX es un xantato de almidón, fracciones de almidón, metil almidón, hidroxietil almidón, harinas cereales, harinas despolimerizadas, celulosa, metil celulosa, hidroxietil celulosa, dextran, dextrina, goma guar, gomas biopolímeras, almidón catiónico,
10 almidón aniónico o polialcoholes sintéticos.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el PPX es un xantato de almidón, celulosa, almidón catiónico o almidón aniónico.

15 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente biológico químico adecuado de la etapa (a) está presente en cantidades de 1 a 100% aproximadamente de la cantidad total del material formador de matriz, sobre una base de peso en seco.

20 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente oxidante adecuado es nitrito sódico, ácido nitroso, yodo, cloro, tetratiónato sódico, bromuro de cianógeno, cloruro de nitrosilo, cloramina T o peróxido de hidrógeno.

25 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente de acoplamiento es una sal soluble en agua de Zn^{2+} , Fe^{3+} ó Cu^{2+} .

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto orgánico difuncional es epiclorhidrina.

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque adicionalmente se endurece la matriz añadiendo una

cantidad eficaz de un agente endurecedor.

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material formador de matriz comprende adicionalmente un polímero sintético elegido entre polímeros de polivinilo y polímeros poliacrílicos en una cantidad de hasta 30% basado en el peso total en seco del material formador de matriz.

12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material formador de matriz comprende adicionalmente un latex de caucho en cantidades tales que la relación de latex de caucho : PFX es de 4:1 a 1:9 en peso seco aproximadamente.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el latex de caucho se elige entre estireno-butadieno, estireno-acrilonitrilo-butadieno, acrilonitrilo-butadieno, isopreno, isopreno-acrilonitrilo, isopreno-butadieno y cloropreno.

14.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el material formador de matriz comprende adicionalmente un agente de curado de caucho.

15.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende además las siguientes etapas:

(b') redispersar la primera matriz de la etapa (b) en un segundo material formador de matriz que comprende una solución acuosa de PFX que tiene un D.S. de xantato de 0,1 a 3;

(b'') hacer reaccionar dicho PFX en la etapa (b') con un agente de acoplamiento elegido entre un agente oxidante adecuado, una sal soluble en agua de un ion de metal polivalente y un compuesto orgánico difuncional adecuado, a un pH de 2 a 7 aproximadamente, para formar una segunda matriz insolubilizada, atrapando con ello adicionalmente al agente biológico químico.

16.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende además las siguientes etapas:

5 (d) dispersar el agente atrapado de la etapa (c) en una solución de un polímero sintético disuelto en un disolvente orgánico adecuado, eligiéndose el polímero entre polímeros de polivinilo y polímeros acrílicos, con lo cual se reviste el agente atrapado con el citado polímero; y

(e) recuperar el agente biológico químico atrapado, revestido.

10 17.- Procedimiento para encapsular un agente biológico químico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 45 hojas escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid MAYO 1977

STAUFFER CHEMICAL COMPANY.

D. GONZÁLEZ AGUDO Y PARRAS
p. Fernando L. Goñi Fernández

