



Industria y Comercio

S U P E R I N T E N D E N C I A

Delegatura de Propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones



SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

PCT

21. EXPEDIENTE No.

09-36261

54. TÍTULO

PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO

(DI) TIOATO

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE

ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA, LLC

DOMICILIO

CARY, NORTH CAROLINA, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

74. APODERADO

EMILIO FERRERO
C.C. 438.019 de Usaquén

22. BOGOTÁ, D. C.,



PETITORIO

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261- -00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 61

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE:

- 1

☒ Patente de Invención.

☒ Capítulo I.
- ☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☐ Capítulo II.

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA, LLC

sociedad constituida y existente bajo las leyes del Estado de Delaware, Estados Unidos de América.

Dirección: 15401 Weston Parkway, Suite 150, Cary, North Carolina 27513, Estados Unidos de América

Domicilio: Cary, North Carolina, Estados Unidos de América

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐

C.E. ☐

NIT ☐

Otro ☐

Cual

Número

3

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: EMILIO FERRERO

Dirección: Carrera 4ª. No. 72-35

Teléfono: 347 36 11

Fax: 211 86 50

E-mail: clientes@cavelier.com

Domicilio: Bogotá, Colombia.

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒

C.E. ☐

NIT ☐

Otro ☐

Cual

Número 438.019 T.P 31.929

4

INVENTOR (ES)
(72)

1. Jesse GAYTAN

205 Sunnymead Drive, Valdosta, Georgia 31605, Estados Unidos de América

5

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/US2007/019686

Fecha: 10 de septiembre de 2007

Publicación Internacional No. WO 2008/033314 A3

Fecha: 20 de marzo de 2008

6

Título (54)

PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO (DI) TIOATO

7

Clasificación Internacional (51) A01N 025/012

8

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de Solicitud

US

11 de septiembre de 2006

11/518,486

9

Comprobante de pago No.: 09-24,789

Comprobante de pago No.: 09-18,959

Comprobante de pago No.: 09-26,802

Comprobante de pago No.: 09-21,263

Fecha: 30 de marzo de 2009

Fecha: 9 de marzo de 2009

Fecha: 6 de abril de 2009

Fecha: 17 de marzo de 2009

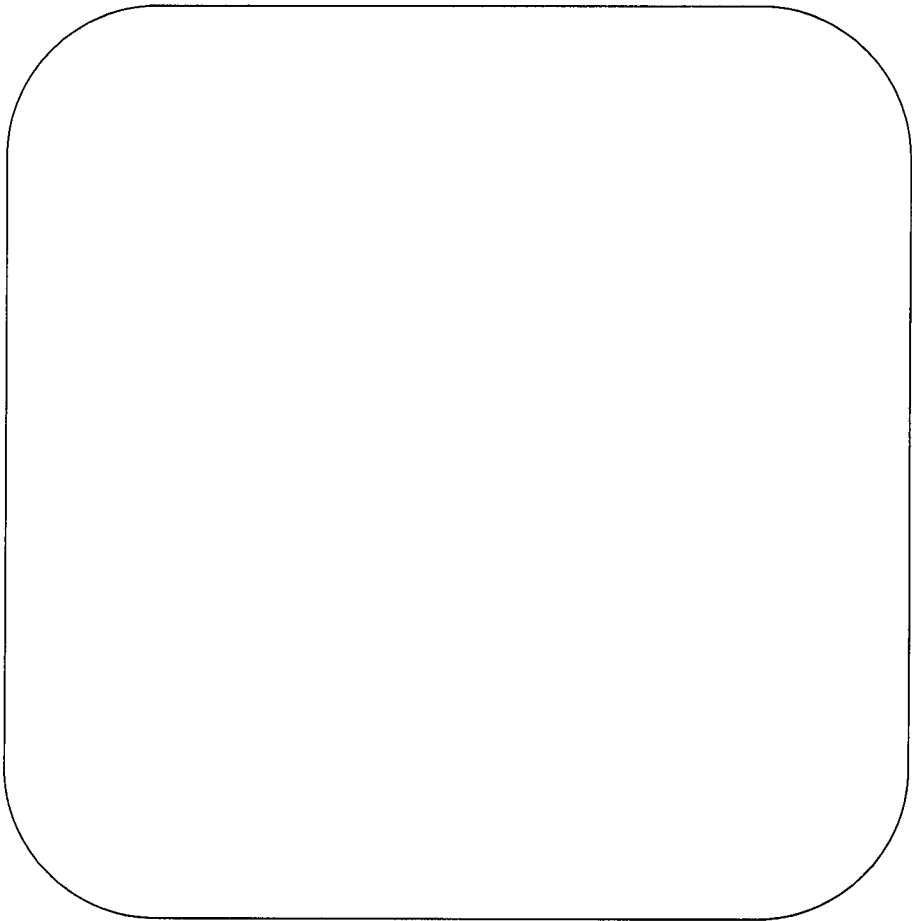
10

Anexos:

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 540.000.oo.
- ☒ Comprobante de pago por 12 reivindicaciones adicionales después de la decimoquinta reivindicación por \$300.000.
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☒ Otros: VER HOJA DE DOCUMENTOS ANEXOS

11

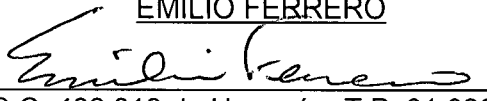
FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: EMILIO FERRERO

FIRMA : 

C.C. 438.019 de Usaquén T.P. 31.929

DOCUMENTOS ANEXOS

1. ☒ Publicación Internacional WO 2008/033314 A3

Descripción:

Páginas 15 en el idioma original

Páginas 21 en español

Reivindicaciones: Número (s) 27

Figuras: Número (s)

2. ☒ **Forma PCT/ISA/210.** Informe de Búsqueda Internacional.

3. ☒ **Forma PCT/IB/306.** Notificación de la inscripción del cambio de nombre y dirección de la sociedad solicitante.

4. ☒ Extracto de publicación.

**NO SE REALIZARON MODIFICACIONES EN
LA FASE INTERNACIONAL**

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
20 March 2008 (20.03.2008)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2008/033314 A3

(51) International Patent Classification:

A01N 25/12 (2006.01) A01N 57/28 (2006.01)
A01N 57/26 (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/US2007/019686

(22) International Filing Date:

10 September 2007 (10.09.2007)

(25) Filing Language:

English

(26) Publication Language:

English

(30) Priority Data:

11/518,486 11 September 2006 (11.09.2006) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA, LLC** [US/US];
15401 Weston Parkway, Suite 150, Cary, NC 27513 (US).

(72) Inventor; and

(75) Inventor/Applicant (for US only): **GAYTAN, Jesse** [US/US]; 205 Sunnymead Drive, Valdosta, GA 31605 (US).

(74) Agents: **BEDGOOD, Robert, M.** et al.; Pillsbury Winthrop Shaw Pittman, LLP, P.O. Box 10500, McLean, VA 22102 (US).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,

AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declaration under Rule 4.17:

— of inventorship (Rule 4.17(iv))

Published:

— with international search report

— before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments

(88) Date of publication of the international search report:

29 January 2009

(54) Title: MELT PROCESSING OF PHOSPHOROAMIDO(DI)THIOATE INSECTICIDES

(57) Abstract: An insecticide solid or particulate is produced from a phosphoroamido(di)thioate insecticide such as acephate. The particulate insecticide is formed by melting the insecticidal solids in a substantially oxygen-free, and preferably moisture free, atmosphere to prevent oxygen entrainment in the resulting melt to inhibit later degradation upon storage. The melt is formed into granules, extrudates, prills, flakes, shaped briquettes, or other shapes as desired.

WO 2008/033314 A3

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
20 March 2008 (20.03.2008)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2008/033314 A2

(51) International Patent Classification: Not classified

(21) International Application Number:
PCT/US2007/019686

(22) International Filing Date:
10 September 2007 (10.09.2007)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
11/518,486 11 September 2006 (11.09.2006) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **ARYSTA
LIFESCIENCE NORTH AMERICA CORPORATION**
[US/US]; 15401 Weston Parkway, Suite 150, Cary, NC
27513 (US).

(72) Inventor; and

(75) Inventor/Applicant (for US only): **GAYTAN, Jesse**
[US/US]; 205 Sunnymeade Drive, Valdosta, GA 31605
(US).

(74) Agents: **BEDGOOD, Robert, M.** et al.; Pillsbury
Winthrop Shaw Pittman, LLP, P.O. Box 10500, McLean,
VA 22102 (US).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG,
ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL,
IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW,
MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL,
PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY,
TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declaration under Rule 4.17:
— of inventorship (Rule 4.17(iv))

Published:
— without international search report and to be republished
upon receipt of that report



WO 2008/033314 A2

(54) Title: MELT PROCESSING OF PHOSPHOROAMIDO(DI)THIOATE INSECTICIDES

(57) Abstract: An insecticide solid or particulate is produced from a phosphoroamido(di)thioate insecticide such as acephate. The particulate insecticide is formed by melting the insecticidal solids in a substantially oxygen-free, and preferably moisture free, atmosphere to prevent oxygen entrainment in the resulting melt to inhibit later degradation upon storage. The melt is formed into granules, extrudates, prills, flakes, shaped briquettes, or other shapes as desired.

MELT PROCESSING OF PHOSPHOROAMIDO(DI)THIOATE INSECTICIDES

Cross-Reference to Related Applications

[0001] The present application claims benefit of priority from U.S. Utility Patent Application Serial No. No.11/518,486, titled "MELT PROCESSING OF PHOSPHOROAMIDO(DI)THIOATE INSECTICIDES" and filed September 11, 2006, the contents of which are incorporated herein by reference and for all purposes.

Field of the Invention

[0002] The invention relates to a process for forming solid forms of phosphoroamido(di)thioate-type insecticides, such as acephate, from technical grade, crystalline forms of the active ingredient into prills, flakes, pellets, or similarly sized macroparticulate solids.

Background of the Invention

[0003] N-hydrocarbonyl phosphoroamidothioates and phosphoroamidodithioates (referred to herein as "phosphoroamido(di)thioates") are classes of particularly heat sensitive compounds that are used as systemic insecticides in a variety of environments. One of the most commercially important compounds within this class is acephate. Acephate and related compounds are described in U.S. Patent No. 3,716,600, U.S. Patent No. 3,845,172 and U.S. Patent No. 3,914,417 the disclosures of which are herein incorporated by reference.

[0004] As obtained commercially, technical grade acephate is available in a crystalline form having a length to diameter (L/D) ratio of about 4 to about 10, depending on the size reduction process. Such crystals are, however, hygroscopic and tend to form clumps and agglomerates of inconsistent sizes. Thus, acephate technical is usually ground or milled to form a powder of consistent particle size distribution.

[0005] Acephate is, however, problematic to grind due to the frictional heat inherent in most grinding processes. Experience has found that grinding of acephate

5

- 2 -

technical should only be undertaken in relatively cool weather, such as Fall and Winter seasons, or in an air conditioned facility with a fairly low temperature setting.

[0006] As described in published U.S. Patent Application No. 2005/0163814 and herein incorporated by reference, jet milling produces a technical grade of acephate that exhibits a consistent, narrow range of particle sizes with certain advantages in the formation of larger granules from the milled solids.

[0007] Even when ground or milled to an acceptably narrow range of average particle sizes, further processing to form useful granules has also been fraught with technical difficulties.

[0008] A number of patents for processes to manufacture pelleted or granular acephate. U.S. Patent No. 5,075,058 describes phosphoroamido(di)thioate pellets with a second active ingredient (insecticide, fungicide, herbicide, or fertilizer), a surfactant that is used to encapsulate the phosphoroamido(di)thioate active, an anhydrous magnesium sulfate as a dehydrating agent to absorb moisture and prevent hydrolysis of the phosphoroamido(di)thioate, a deodorant, and an anti-foaming agent. The mix is extruded through a die at 30° to 40°C and dried.

[0009] U.S. Patent No. 5,100,667 describes a solvent-free method for making phosphoroamido(di)thioate pellets that relies on a dry mix with a solid surfactant to provide structural integrity. The example shows the use of ammonium sulfate in addition to the phosphoroamido(di)thioate and surfactant.

[0010] U.S. Patent No. 5,298,501 describes the use of 83-98 wt% ammonium sulfate for providing integrity to granules containing 2-17 wt% of a phosphoroamido(di)thioate.

[0011] U.S. Patent No. 5,352,674 discloses a formulation containing a phosphoroamido(di)thioate, an optional second active ingredient (e.g., a fungicide), at least 75 wt% of ammonium sulfate, 0.2-5 wt% of a surfactant, 0.05-2 wt% of a deodorant, and 1-5 wt% of granular processing aids that are selected from a lubricant (Mg stearate, Ca stearate, Zn stearate, and silicon emulsions) in an amount within the range of 0.5-5 wt%, a binder (corn starch, polymers, and natural gums), and 0.5-5

- 3 -

wt% of a flowability aid (colloidal silica, and micronized clay). All examples use significant quantities of ammonium sulfate to form a structural granule. Indeed, Example 3 of the '674 patent illustrates the adverse storage effects of formulations that do not contain ammonium sulfate.

[0012] U.S. Patent No. 5,369,100 is directed to a formulation that does not use a binder. Instead, the formulation relies on compaction of a mix containing the technical form of the active and ammonium sulfate. Lubricants (Mg stearate) and flow aids (silica particles) are also added to the formulation as shown in the examples.

[0013] U.S. Patent No. 6,013,272 teaches the manufacture of water-free phosphoroamido(di)thioate granules without added solvent by heating the extrusion die to a temperature that is sufficient to soften the active solids while controlling the rate at which water is added. Final products are disclosed as having a moisture level of less than 0.5 wt%. It is disclosed in column 5 that small amounts of a vinylpyrrolidone-vinyl acetate copolymer does not adversely affect the process and that the process does not require the use of surfactants or binding agents.

[0014] U.S. Patent No. 5,464,623 teaches two processes to pelletize phosphoroamido(di)thioates. One process uses a solvent for the technical grade compound to make a pourable or extrudable mixture. The list of preferred solvents include hexane, carbon tetrachloride, toluene, isopropanol, ethanol, chloroform, methanol, and methylene chloride. The other process melts the technical grade compound at about 90°C. for subsequent molding or spraying into droplets. Useful pellets are described as "extrudates of about 3 mm to 25 mm in length with diameters from about 1.5 mm to 7 mm." Spherical pellets are also described with diameters of about 1 mm to 5 mm.

[0015] Melt-forming of technical acephate and compositions containing technical grade of acephate would provide a number of advantages. Unfortunately, long term stability tests on melt-formed pellets have shown unacceptable levels of degradation after an unacceptably short period of time.

- 4 -

[0016] It would be desirable to have a process for melt-forming of acephate and other phosphoroamido(di)thioate materials that would provide a water soluble pellet having a long term stability against unacceptable levels of degradation of the active ingredient.

Summary of the Invention

[0017] It is an object of the invention to provide a process for making phosphoroamido(di)thioate containing pellets in a form suitable for use as an effective insecticide.

[0018] It is a further object of the invention to provide a process for making phosphoroamido(di)thioate pellets that can be readily modified to produce pellets of differing forms.

[0019] In accordance with these and other objects of the invention that will become apparent hereafter, a process for making phosphoroamido(di)thioate pellets includes (a) melting the phosphoroamido(di)thioate technical under a substantially oxygen-free atmosphere and (b) forming the molten phosphoroamido(di)thioate into pellets of a form useful as an insecticide.

[0020] Pellets formed according to the present invention exhibit superior long term stability against degradation of the active ingredient. While not wishing to be bound by theory, it appears that the substantial absence of oxygen during the melting and forming steps prevents or inhibits oxygen from becoming entrapped or entrained within the melt and the resulting solid. Further, control over the ambient atmosphere of the melting environment allows for the substantial exclusion of ambient moisture from the melt environment and from entrainment within the molten acephate. It is believed that this entrapped oxygen and potentially entrapped water molecules may be responsible for catalyzing or accelerating the degradation of active ingredient upon extended storage. The present manufacturing process, and the formed pellet that results therefrom, allows phosphoroamido(di)thioate pellets to be produced in a wide

- 5 -

variety of shapes and forms while exhibiting superior and commercially acceptable storage stability.

[0021] The features of the invention are basically attained by providing a method for forming crystalline powder containing technical grade N-hydrocarboyl phosphoroamido(di)thioate solids into particles. The crystalline powder is melted at a temperature above about 90°C to 100° C in a substantially oxygen-free atmosphere for a time sufficient to melt said N-hydrocarboyl phosphoroamido(di)thioate solids to a fluid melt having a free-flowing viscosity at 95° to 100° C that is similar to refined or light mineral oil. The fluid melt is then simultaneously or sequentially cooled and formed into particles.

[0022] The features of the invention are further attained by providing a method of forming a particulate insecticide composition. The method comprises the steps of: (a) heating a crystalline powder of technical grade N-hydrocarboyl phosphoroamido(di)thioate to a temperature sufficient to form a melt in a substantially oxygen free atmosphere; and (b) forming and cooling the melt to form solidified particulates containing insecticidally active N-hydrocarboyl phosphoroamido(di)thioate.

[0023] The features of the invention are yet further attained by providing a method of forming a particulate insecticide composition. The method comprises the steps of: (a) heating a mixture of technical grade acephate and a nonreactive diluent in a substantially oxygen free atmosphere to form a substantially homogeneous melt; and (b) forming and cooling the melt to obtain solidified discrete insecticidal particulates containing acephate.

[0024] These and other aspects of the invention will become apparent from the following detailed description of the invention which disclose various embodiments of the invention.

- 6 -

Detailed Description of the Invention

[0025] Phosphoroamido(di)thioate insecticides are formed, according to the invention, by a process that includes (a) melting an insecticidal formulation comprising insecticidally active phosphoroamido(di)thioate under substantially oxygen-free conditions to form a fluid melt having a substantially free-flowing viscosity, and (b) forming the fluid melt into particles (e.g., pellets, granules, prills, flakes, etc.) of an agriculturally useful shape and size.

[0026] Acephate is a particularly preferred insecticide for use in the present invention, and description of the present process is conveniently described with reference to this particular active ingredient. It will be understood, however, that reference to this specific active ingredient in the following description is also intended to refer to the general class of insecticidally active phosphoroamido(di)thioate compounds.

[0027] Acephate is commercially available in a technical grade solid of at least 97 wt% purity. The acephate technical is preferably used in the pellet in an amount corresponding to the active ingredient concentrations used in the commercially available powder and granular formulations. Such formulations generally have active ingredient concentrations of about 70-75 wt%, 90-93 wt%, and ≥ 97 wt% as well as other concentrations that depend on the intended final use. Preferably, the acephate technical is used in an amount of at least 85 wt% and preferably about 90-93 wt% based on total weight of the dried pellet.

[0028] The melting step of the present process can be accomplished by substantially any equipment that has the ability to produce sufficient heat to melt phosphoroamido(di)thioate technical grade solids, e.g., above about 90°C, preferably a temperature within the range from about 90°C to about 100°C, and even more preferably within the range from about 95°C to about 100°C. Suitable equipment for melting the solids includes an oven of any type (convection, infrared, microwave, induction, etc.) that is above or around a heat resistant conveyor system, an extruder

12

- 7 -

with a suitably shaped die, an agitated and heated chamber that can receive screw-fed solids and discharge a molten liquid, or similar apparatus.

[0029] The melting step of the invention preferably heats the insecticide formulation for a time sufficient to completely melt the phosphoroamido(di)thioate to a free flowing liquid state and without excessive heating which could cause decomposition. The heating is substantially in the absence of oxygen or in an atmosphere having a sufficiently low oxygen content (e.g, substantially at impurity levels or less) to inhibit entrainment of oxygen that can cause degradation of the active ingredient.

[0030] A conventional extruder can be used if it is operated under the present restrictions on ambient oxygen around the zone from where the insecticide is introduced into the extruder until its ejection as an extrudate. Conventional extrusion of insecticide solids does not completely melt the active ingredient, but rather, heats the surfaces of the particles to enable the particles to fuse together as they are compacted by their passage through the extrusion nozzle. Exclusion of oxygen contact and entrainment during the melting and fusing process will provide similar enhancements of storage stability as with a fully molten processing.

[0031] The conditions for the melting step include a substantially oxygen-free environment. Preferably, oxygen is substantially excluded from a point in the melting process that begins before the phosphoroamido(di)thioate technical is exposed to a substantial increase in ambient temperature, e.g., such as in the loading hopper or point of introduction of the insecticidal solids into the processing equipment. Oxygen is also preferably substantially excluded at least until the molten material is formed into some form of discrete volume that would represent a useful particulate, e.g., pellet, prill, granule, etc.

[0032] Preferably, the substantially oxygen-free environment is achieved by melting the phosphoroamido(di)thioate technical in an enclosed, or effectively enclosed, space under an atmosphere of a chemically inert or non-reactive gas. Suitable systems can include a conveyor for moving phosphoroamido(di)thioate

- 8 -

technical solids from a storage hopper into an enclosed (or effectively enclosed), heated, agitated chamber that can dispense with a separate metering system or a flow regulating valve. Additionally, a fast moving stream of inert or non-reactive gas from a rectangular exhaust can be used like an "air knife" to provide effective sealing of heating chambers that are otherwise not physically sealed from the ambient air.

[0033] It has been found that producing an acephate melt in an oxygen free atmosphere allows the acephate to be processed for longer periods of time in the molten state without degradation or with significantly less degradation than by heating the acephate to a molten state in an oxygen-containing atmosphere. In particular, it has been found that an acephate melt can be processed in a molten state at a temperature of 90°C to 100°C for 15 minutes to 30 minutes under an effectively oxygen free atmosphere without substantial or detectable degradation of the acephate and without any reduction of the acephate stability during storage. In some embodiments, the acephate-containing composition can be processed for more than 30 minutes without substantially any detectable degradation.

[0034] Suitable chemically inert gases for excluding oxygen from the loading stage through the melt processing stage include nitrogen, carbon dioxide, and one of the noble gases (e.g., helium, neon, argon, krypton, or xenon). The atmosphere in the melt chamber or melting zone is also substantially in the absence of moisture or other gases that may react with the phosphoroamido(di)thioate technical.

[0035] The process of the present invention preferably melts the acephate to form agrochemically useful particles (e.g., prills, granules, pellets or flakes) from the crystalline insecticide, with or without prior processing for de-lumping and agglomerate size reduction. The process heats the acephate to a temperature sufficient to melt the acephate completely in an effectively oxygen free atmosphere and then forms the molten acephate composition into the desired particle of the desired size before, during, or after cooling to solidify the acephate.

[0036] The cooling or quenching step can be by any suitable means that is able to solidify the melt without contaminating or decomposing the acephate. Preferably, the

14

- 9 -

cooling step uses dry, relatively cooler gas that is either substantially oxygen free or which may contain substantial amounts of oxygen, such as ambient air. Since the acephate is melted to a temperature slightly above the melting point and cools relatively quickly following particle formation for most agrochemically useful particle size ranges, cool air is generally sufficient to solidify the acephate without causing degradation. Preferably, the acephate is cooled as quickly as possible and contacts cooled surfaces during the processing. It is particularly desirable to minimize contact of the acephate melt with heated surfaces to minimize degradation.

[0037] Preferably, the molten acephate is cooled by air under conditions where air does not become entrained in the molten acephate. For example, the molten acephate can be deposited on a conveyor belt or other cooled surface that can quench the acephate quickly without entrapping air in the molten acephate. The conveyor belt can have recesses or indentations that are relatively cooler or actively cooled so as to form small, uniform briquettes of insecticide as the insecticidal mixture cools and solidifies.

[0038] In the formation of prilled acephate, molten acephate is ejected from a spinning device into contact with a cone or curtain that is located a distance away. By adjusting the distance of the curtain and temperature of the prilling chamber, the amount of cooling of the acephate composition is used to control the shape of the final particle from flattened disks (curtain contact after less than complete cooling) to spheres (high degree of cooling before curtain contact).

[0039] In one embodiment, the N-hydrocarboyl phosphoroamido(di)thioate is blended with a filler or solid diluent (such as a maltodextrin or silica) and then fed onto a conveyor belt. The conveyor belt passes through a heating chamber to heat the mixture to form a melt while maintaining a substantially oxygen free atmosphere within the heating chamber. The heating chamber preferably heats the mixture to a temperature of about 90°C to 100°C, preferably about 95°C to 100°C, until the acephate insecticide is melted to a free flowing viscosity.

15

- 10 -

[0040] Once the insecticide mixture is melted, the melted mixture exits the heating chamber and is quickly cooled or quenched with cool, dry air to solidify the insecticide mixture. It has been found that rapid cooling of the insecticide melt can be carried out in air to solidify the mixture without causing decomposition of the insecticide. Cooling can be carried out by directing a downward flow of air onto the conveyor belt to solidify the insecticide directly on the belt into solid particles larger than the initial feed. Preferably, the resulting melted and solidified insecticide has substantially no particle sizes that are easily airborne.

[0041] The solidified insecticide is removed from the conveyor belt by a suitable means such as by scraping and transferred to a flake chipper. The chipper reduces the particle size to about 150 μm to about 4000 μm , (for flakes, a range is preferably about 250 μm to about 4000 μm) depending on the desired dissolution rate. The flaked product is then classified to recover the desired particle size with the fines and the oversized particles being recycled to the initial feed.

[0042] In another embodiment, a diluent and optional odor masking agent are supplied to a mixing apparatus to form a mixture with the incoming insecticidal solids. The resulting mixture (insecticide + diluent + masking agent) is conveyed to a closed melting chamber operating in a nitrogen atmosphere. The insecticide mixture is melted in the nitrogen atmosphere with continuous mixing. The melt of the insecticide mixture is dispensed through a nozzle or metered onto a rotating centrifugal disk for prilling the mixture. The rotating disk is maintained in a cooling zone supplied with cooled or chilled air so that the molten insecticide mixture contacts the rotating disk and forms droplets of the molten insecticide which are thrown radially outward through the cooling atmosphere to solidify. Typically, the droplets are directed outwardly from the rotating disk to contact an outer surface of or a curtain in the cooling chamber where, depending on distance and degree of solidification, may form a spherical or flattened disk particulate. The resulting particles are collected from the cooling chamber and classified. The fines and oversized particles are separated and recycled.

- 11 -

[0043] The diluent is preferably a solid particulate that can aid in particle formation, distribution during use or solubilization during use of the finished insecticide. In one preferred embodiment, the mixture of the active ingredient and diluent is substantially in the absence of an aqueous solvent. The mixture is also preferably heated in a dry atmosphere that is substantially in the absence of oxygen. The resulting melt is preferably cooled and solidified in a dry atmosphere.

[0044] Particles made by the present invention, regardless of shape or size, are preferably dried to a residual moisture content of less than about 1 wt%, more preferably less than about 0.5 wt%, for enhanced long term storage stability. Any form of drying process can be used, e.g., forced air, convection oven, fluid bed, and the like.

[0045] For highest storage stability, it would be preferred to dehumidify the insecticidal solids before introducing them into the controlled atmosphere melt chamber. Such an additional process step is intended to remove the substantial portion of any adsorbed or absorbed water molecules that may have become associated with the insecticidal solids during one or more preliminary size reduction steps.

Optional Masking Agent

[0046] In a preferred embodiment, the pellets formed by the present invention are contacted with an effective amount of a masking agent that, at relatively low concentrations, has the ability to mask the human perception of sulfurous odors that are traditionally associated with a field that has been recently treated with phosphoroamido(di)thioate insecticides such as acephate. Suitable masking agents are described in Published U.S. Patent Application 2003/0153484 filed February 8, 2002, the disclosure of which is herein incorporated by reference.

[0047] Briefly described, the masking agents useful with pellets of the present invention comprise one or more volatile terpene or their oxygenated derivatives that mask at least a substantial portion of the offensive odors from the active ingredient when formulated into a solid granule, mixed into solution, or blended on a solid

17

- 12 -

carrier with a powdered active ingredient, or sprayed onto a co-applied or previously applied active ingredient.

[0048] Terpenes are unsaturated hydrocarbons which are based on the isoprene unit of alternating double bonds. Terpenes of preferred use in the invention include citral, camphor, alpha- and beta-pinene, terpineol, limonene, alpha- and beta-terpinene, alpha- and beta-phellandrene, cedrene, geraniol, linalool, neral and abietic acid. Especially preferred terpenes include citral, camphor, alpha- and beta-pinene, terpineol and limonene.

[0049] Another source or aromatic terpene are naturally-occurring or synthesized versions of "essential oils". Essential oils are the volatile, aromatic oils obtained by steam or hydro distillation, solvent extraction of botanical sources, pressing of rinds, maceration of flowers and/or leaves in fat and then by solvent extraction of the fat, and enfleurage. Different parts of the plants can be used to obtain essential oils, including the flowers, leaves, seeds, roots, stems, bark, wood, etc. Certain cold-pressed oils, such as the oils from various citrus peels, are also considered to be essential oils. Other aromatic, plant-derived oils are solvent extracted and include Absolutes (hexane followed by ethanol extraction), CO₂ extraction (liquid carbon dioxide used as the solvent) and Phytols or Florosols (fluoro-hydrocarbon solvent). Appropriate definitions are found in Grant & Hackh's Chemical Dictionary, 5th ed., p. 219 (1987) and Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 11th ed. pp. 471-472 (1987) which are incorporated herein by reference to the extent that these definitions are not inconsistent with the disclosure herein.

[0050] Essential oils can be synthesized and exist naturally in plants and impart the characteristic odors to flowers, leaves, or woods. They also exist primarily as terpenes (oil of turpentine, juniper, etc) but may be developed from plant constituents by enzyme action or heat. Essential oils are flammable, soluble in alcohol or ether, slightly soluble in water and can contain hydrocarbons, alcohols, phenols, ethers, aldehydes, ketone, and acids. Essential oils are volatile, not greasy, and are unsaponifiable (except for those containing esters). Some essential oils are nearly

B

- 13 -

pure single compounds, e.g., oil of wintergreen (methyl salicylate). Others are mixtures, e.g., turpentine oil (pinene + dipentene) and oil of bitter almond (benzaldehyde + hydrocyanic acid). Those essential oils that contain resin in solution are also called oleoresin or balsams.

[0051] Essential oils generally have a boiling point of less than about 150°F. Most essential oils are primarily terpenes and their oxygenated derivatives, e.g., terpene, sesquiterpene, monoterpenol, sesquiterpenol, aldehyde, ketone, ester, etc. While the principle components are mono- to tetra-unsaturated olefin terpenes, essential oils may also contain benzenoid and aliphatic compounds as well including alcohol, ether, carbonyl, etc. functionality. Preferred essential oils can also include such aldehydes as benzaldehyde and cinnamaldehyde. Highly preferred essential oils smell like citrus fruits (orange, lemon, lime, a mixture of lemon and lime, etc.) and pine oil. Specific chemical structure information for the essential oils is available at <http://www.essentialoils.org> in their chemical reference database, the contents of which is hereby incorporated by reference. A particularly preferred essential oil for use with acephate solids is a lemon fragrance sold by Arrlessence in Atlanta, Ga. USA under the designation "G4136 Lemon Oil" or "AA045486 Lemon". Especially preferred for use are those essential oils that are considered by the USEPA to be "generally regarded as safe" (GRAS).

[0052] Essential oils should not be confused with cold-pressed fixed or carrier oils like olive, grapeseed, apricot kernel, etc. Such carrier oils are non-volatile oils composed mainly of fatty acid triglycerides and do not have sufficient volatility or concentration of volatile components to act as an effective masking agent for the phosphoroamido(di)thioate solids according to the present invention.

[0053] The masking agent of the present invention is preferably anhydrous, but may also be used as an emulsion, in an encapsulated form, or either absorbed or adsorbed within a suitable adsorbent or absorbent solid.

[0054] The masking agent can be combined with the insecticidally active ingredient in virtually any method that allows the masking agent to volatilize with the

- 14 -

emission of any noxious odors from the overall formulation. For example, liquid masking agent can be contacted with the crystalline active ingredient solids before the present forming process; sprayed, poured, or mixed with the insecticidally active pellets during or after the formation process; dispersed over the active ingredient-containing solids that are distributed at the same time or which were previously distributed or which will be distributed into the treated area; or the masking agent can be mixed with a solid carrier or other liquid formulation containing the active ingredient. Conventional equipment can be used: spray nozzles, metering devices, extrusion screws, mixing paddles and the like.

Other Ingredients

[0055] A variety of other ingredients can be added to the active ingredient of the invention. An exemplary list of materials includes a suitable diluent for the pellet that may or may not serve a secondary function when the pellet is dissolved, and an anticaking agent such as fumed silica. Other environmentally acceptable additives as known in the art can also be used. For example, suitable additives can include ammonium sulfate, magnesium sulfate, dehydrating agents, surfactants, deodorants, and the like. The diluents can include, for example, hexane, isopropanol, ethanol, and methanol.

[0056] An anticaking agent can be added, if desired, in an amount sufficient to prevent clumping and caking during the processing and extruding of granules. Generally no more than about 3 wt% is needed. Silica powder in an amount within the range of 0.5-1.25 wt% is particularly useful as an anticaking agent. If the silica is used as a diluent or solid carrier for a masking agent, an amount within the range of 2-10 wt% is particularly useful.

[0057] Stabilizing agents can also be added to extend the useful life of the insecticide. The stabilizing agents are used in amounts of less than about 5 wt% and typically in amounts of less than 2 wt%.

- 15 -

Examples**Example 1**

[0058] In this example, acephate is flaked to produce a stable acephate flake that can be dissolved or dispersed in a solvent for use according to standard procedures. A mixture is formed containing 92 wt% Acephate Technical and 8 wt% Maltrin M-100 (maltodextrin). The mixture can be supplied to a blender having a variable speed screw feeder. The mixture is fed onto a conveyor belt which passes through a heating chamber to heat the mixture to about 90°C to melt the acephate under a nitrogen atmosphere. The conveyor belt then passes through a cooling chamber where the acephate mixture is cooled to solidify the mixture. The cooling chamber can cool the acephate mixture by directing dry cooled air or by directing a flow of an oxygen-free atmosphere over the acephate mixture. The conveyor belt can have a series of indentations or grooves to form frangible points or lines to assist in forming uniform particle sizes.

[0059] The cooled and solidified acephate mixture is removed from the conveyor belt and transferred to a flake chipper to flake or granulate the acephate mixture. The flaked acephate mixture is classified to recover a product having a particle size of about 150 µm to about 4000 µm. The resulting product is stable and readily dissolved for agricultural use.

Example 2

[0060] The process of Example 1 is repeated using 92.0 wt% acephate technical, 7.0 wt% silica available under the tradename HI-SIL 233 and 1.0 wt% lemon oil 4136 (masking agent). The resulting product was stable and readily dissolved or dispensed for agricultural use.

[0061] While various embodiments have been chosen to illustrate the invention, it will be understood that various changes and modifications can be made without departing from the scope of the invention as defined in the appended claims.

21

- 16 -

WHAT IS CLAIMED IS:

1. A method for forming agrochemically effective insecticidal particles containing N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate with a process comprising the steps of:
 - melting N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids at a temperature above about 90°C in a substantially oxygen-free atmosphere for a time sufficient to melt said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids; and
 - cooling and forming the melted solids into agrochemically useful particles.
2. A method according to claim 1, wherein said substantially oxygen-free atmosphere consists essentially of nitrogen, carbon dioxide, or a noble gas.
3. A method according to claim 1, wherein said substantially oxygen-free atmosphere consists essentially of nitrogen.
4. A method according to claim 1, wherein said particles are in the form of prills, flakes, or shaped briquettes.
5. A method according to claim 4, wherein said prills exhibit an average diameter within the range from about 150 μm to about 4000 μm .
6. A method according to claim 4, wherein said flakes exhibit a particle size distribution within the range from about 250 μm to about 4000 μm .
7. A method according to claim 1, wherein said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids comprise acephate.
8. A method according to claim 1, wherein said process further comprises spraying a masking agent comprising an essential oil onto said particles.

- 17 -

9. A method according to claim 8 wherein said essential oil has the smell of a citrus fruit.

10. A method according to claim 9 wherein said essential oil has the smell of lemon.

11. A method according to claim 1, wherein the melting step comprises: melting the crystalline powder in a closed mixing chamber and dispensing the fluid melt onto a rotating disk to form a prill.

12. A method according to claim 1, wherein the crystalline powder is melted by heating to a temperature of about 90°C to about 100°C.

13. A method according to claim 1, wherein the crystalline powder is melted at a temperature of about 95°C to about 100°C.

14. A method according to claim 1, wherein the crystalline powder is heated for not more than 30 minutes at a temperature within the range of 90°C to 100°C.

15. A method of forming a particulate insecticide composition, said method comprising the steps of:

heating N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids to a temperature within the range of about 90°C to about 100° C in a substantially oxygen free atmosphere; and

forming the heated N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate into solidified insecticidal particles.

- 18 -

16. The method of claim 15, wherein said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate is acephate.

17. The method of claim 16, wherein said acephate is formed into a prill, flake, or briquette.

18. The method of claim 15, wherein said acephate is heated to a temperature within the range of 90°C to 100°C for not more than about 30 minutes.

19. The method of claim 15 further comprising the steps of:
loading said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids onto a conveyor system in a substantially oxygen free atmosphere, and
conveying said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids into a heating zone.

20. The method of claim 19 further comprising:
removing adsorbed moisture from said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids while conveying said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate solids into said heating zone.

21. The method of claim 15, wherein said particulate insecticide has a particle size of about 150 μm to about 4000 μm .

22. The method of claim 15, wherein melt N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate is dispensed onto a rotating disk in a cooling atmosphere to form a prill.

24

- 19 -

23. The method of claim 15, wherein melted N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate is produced on a conveyor belt in depressions formed into said belt.

24. The method of claim 15, wherein said N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate is heated to a free flowing fluid melt in an atmosphere selected from the group consisting of nitrogen, carbon dioxide, a noble gas and mixtures thereof.

25. Insecticidal particles containing N-hydrocarbonyl phosphoroamido(di)thioate made according to the method of claim 15.

26. Insecticidal prills containing acephate made according to the process of claim 22.

27. Insecticidal briquettes containing acephate made according to claim 23.

PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO (DI)**TIOATO**Referencia Cruzada a Solicitudes Relacionadas

5

La presente solicitud reivindica el beneficio de la prioridad de la Solicitud de Patente de Utilidad Estadounidense Serie No. 11/518,486, titulada "PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO (DI) TIOATO" y presentada en Septiembre 11, 2006, cuyos contenidos se incorporan aquí como referencia para todos los propósitos.

10

Campo de la Invención

15

La invención se relaciona con un proceso para formar formas sólidas de insecticidas del tipo fosforoamido(di)tioato, tal como acefato, de grado técnico, formas cristalinas del ingrediente activo en perlas, hojuelas, gránulos o sólidos macroparticulos de tamaño similar.

Antecedentes de la Invención

20

Los fosforoamidoditioatos y fosforoamidotioatos N-hidrocarbilo (denominados aquí como "fosforoamido(di)tioatos") son clases de compuestos particularmente sensibles al calor que se utilizan como insecticidas sistémicos en una variedad de ambientes. Uno de los compuestos comercialmente más importante dentro de esta clase es el acefato. El acefato y los compuestos relacionados se describen en la Patente Estadounidense No. 3,716,600, Patente

25

26

Estadounidense No. 3,845,172 y Patente Estadounidense No. 3,914,417 cuyas descripciones se incorporan aquí como referencia.

El acefato grado técnico, obtenido comercialmente, está disponible en forma cristalina y tiene una proporción de longitud a diámetro (L/D) de aproximadamente 4 a aproximadamente 10, dependiendo del proceso de reducción de tamaño. Tales cristales son, sin embargo, higroscópicos y tienden a formar grumos y aglomerados de tamaños inconsistentes. Así, el acefato técnico se muele o tritura usualmente para formar un polvo de distribución de tamaño de partícula consistente.

El acefato es, sin embargo, problemático para moler debido al calor friccional inherente en la mayoría de los procesos de molido. La experiencia ha encontrado que el molido del acefato técnicamente solo se debe experimentar en un clima relativamente frío, tal como estaciones de invierno y otoño, o en instalaciones con aire acondicionado con una configuración de temperatura bastante baja.

Como se describe en la Solicitud de Patente Estadounidense Publicada No. 2005/0163814 e incorporada aquí como referencia, el molido a chorro produce un grado técnico de acefato que exhibe un rango angosto, consistente de tamaños de partículas con cierta ventaja en la formación de gránulos grandes de los sólidos molidos.

Aún cuando el molido o triturado a un rango angosto aceptable de tamaños de partículas promedio, el procesamiento adicional para formar gránulos útiles también ha estado cargado con dificultades técnicas.

Un número de patentes para procesos para fabricar acefato granular o peletizado. Patente Estadounidense No. 5,075,058 describe gránulos de fosforoamido(di)tioato con un segundo ingrediente activo (insecticida, fungicida, herbicida, o fertilizante), un tensoactivo que se utiliza para encapsular el fosforoamido(di)tioato activo, un sulfato de magnesio anhidro como un agente deshidratante para absorber la humedad y evitar la hidrólisis del fosforoamido(di)tioato, un desodorante, y un agente antiespumante. La mezcla se extruye a través de una boquilla de 30° a 40° y se seca.

10

La Patente Estadounidense No. 5,100,667 describe un método libre de disolvente para elaborar gránulos de fosforoamido(di)tioato que se basa en una mezcla seca con un tensoactivo sólido para proporcional integridad estructural. El ejemplo muestra el uso de sulfato de amonio en adición al fosforoamido(di)tioato y tensoactivo.

15

La Patente Estadounidense No. 5,298,501 describe el uso de 83-98% en peso de sulfato de amonio para proporcionar integridad a los gránulos que contienen 2-17% en peso de fosforoamido(di)tioato.

20

La Patente Estadounidense No. 5,352,674 describe una formulación que contiene un fosforoamido(di)tioato, un segundo ingrediente activo opcional (por ejemplo, un fungicida), por lo menos 75% en peso de sulfato de amonio, 0.2-5% en peso de un tensoactivo, 0.05-2% en peso de un desodorante, y 1-5% en peso de auxiliares de procesamiento granular que se seleccionan de un lubricante (estearato Mg, estearato Ca, estearato Zn, y emulsiones de silicio) en una cantidad en el rango de 0.5-5% en peso, un aglutinante (almidón de maíz,

25

polímeros, y gomas naturales), y 0.5-5% en peso de un auxiliar para fluidez (sílice coloidal, y arcilla micronizada). Todos los ejemplos se utilizan cantidades significativas de sulfato de amonio para formar un gránulo estructural. De hecho, el Ejemplo 3 de la patente '674 ilustra los efectos adversos de almacenamiento de formulaciones que no contienen sulfato de amonio.

La Patente Estadounidense No. 5,369,100 se dirige a una formulación que no utiliza un aglutinante. En cambio, la formulación se basa en la compactación de una mezcla que contiene la forma técnica del activo y el sulfato de amonio. Los lubricantes (estearato Mg) y auxiliares de flujo (partículas de sílice) también se agregan a la formulación como se muestra en los ejemplo.

La Patente Estadounidense No. 6,013,272 enseña la fabricación de gránulos de fosforoamido(di)tioato libres de agua sin agregar disolvente al calentar la boquilla de extracción a una temperatura que es suficiente para suavizar los sólidos activos mientras que se controla la velocidad a la que se agrega el agua. Los productos finales se describen por tener un nivel de humedad de menos de 0.5% en peso. Se describe en la columna 5 que pequeñas cantidades de un copolímero de vinil acetato povidona no afecta adversamente el proceso y que el proceso no requiere el uso de tensoactivos o agentes aglutinantes.

La Patente Estadounidense No. 5,464,623 enseña dos procesos para paletizar fosforoamido(di)tioatos. Un proceso utiliza un disolvente para el compuesto grado técnico para hacer una mezcla extraíble y vertible. La lista de disolventes preferidos incluye hexano, tetracloruro de carbono, tolueno, isopropanol, etanol, cloroformo, metanol, y cloruro de metileno. El otro proceso funde el compuesto grado técnico en aproximadamente 90°C. Para posterior

molde o rociado en gólicas. Los gránulos utilices se describen como "extrudados de aproximadamente 3 mm a 25 mm de longitud con diámetros de aproximadamente 1.5 mm a 7 mm". Los gránulos esféricos también se describen con diámetros de aproximadamente 1 mm a 5 mm.

5

La formación del fundido del acefato técnico y las composiciones que contiene grado técnico de acefato proporcionarían un número de ventaja. Desafortunadamente, las pruebas de estabilidad a largo plazo o los gránulos formados por fundido han mostrado niveles inaceptables de degradación después de un corto periodo de tiempo inaceptable.

10

Sería deseable tener un proceso para la formación de fundido de acefato y otros materiales fosforoamido(di)tioato que proporcionen un gránulo soluble en agua que tenga una estabilidad a largo plazo contra niveles inaceptable de degradación del ingrediente activo.

15

Resumen de la Invención

Es un objeto de la invención proporcionar un proceso para la elaboración de gránulos que contienen fosforoamido(di)tioato en una forma adecuada para uso como un insecticida afectivo.

20

Es un objeto adicional de la invención proporcionar un proceso para la elaboración de gránulos de fosforoamido(di)tioato que se puedan modificar fácilmente para producir gránulos de formas diferentes.

25

De acuerdo con esto y otros objetos de la invención que serán evidentes después, un proceso para elaborar gránulos de fosforoamido(di)tioato incluye (a) fundir el fosforoamido(di)tioato técnico bajo un atmósfera sustancialmente libre de oxígeno y (b) formar el fosforoamido(di)tioato fundido en gránulos de una forma útil
5 como un insecticida.

Los gránulos formados de acuerdo con la presente invención exhiben superior estabilidad a largo plazo contra la degradación del ingrediente activo. Aunque no se desea estar limitado por la teoría, parece que la ausencia sustancial
10 de oxígeno durante las etapas de fundido y formación evita o inhibe que el oxígeno se atrape dentro del fundido y el sólido resultante. Adicionalmente, el control sobre la atmósfera ambiente de los ambientes de fundidos permite la exclusión sustancial de humedad ambiente del ambiente de fundido y del entrapamiento dentro del acefato fundido. Se considera que este oxígeno atrapado
15 y potencialmente las moléculas de agua atrapadas pueden ser responsables de catalizar o acelerar la degradación del ingrediente activo luego de almacenamiento extendido. El actual proceso de fabricación, y el gránulo formado que resulta de éste, permite a los gránulos de fosforoamido(di)tioato ser producidos en una amplia variedad de formas y las formas exhiben estabilidad de almacenamiento
20 comercialmente aceptable y superior.

La características de la invención se logran básicamente al proporcionar un método para formar polvo cristalino que contiene sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo grado técnico en partículas. El polvo cristalino se funde a una
25 temperatura por encima de aproximadamente 90°C a 100°C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno durante un tiempo suficiente para fundir dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo a un fundido fluido que tiene una

viscosidad que fluye libre a 95° a 100°C que es similar a aceite mineral liviano refinado. El fundido fluido se enfría luego simultáneamente o secuencialmente y se forma en partículas.

5 Las características de la invención se logran adicionalmente proporcionar un método para formar una composición insecticida particulada. El método comprende las etapas de: (a) calendar un polvo cristalino de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo grado técnico a una temperatura suficiente para formar un fundido en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno; (b) formar y enfriar el fundido
10 para formar partículas solidificadas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo insecticidamente activo.

Las características de la invención se logran aún adicionalmente al proporcionar un método para forma una composición insecticida particulada. El
15 método comprende las etapas de: (a) calendar una mezcla de acefato grado técnico y un diluyente no reactivo en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno para formar un fundido sustancialmente homogéneo; y (b) formar y enfriar el fundido para obtener partículas insecticidas discretas solidificadas que contiene acefato.

20

Estos y otros aspectos de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de la invención que describe varias modalidades de la invención.

25

Descripción Detallada de la Invención

De acuerdo con la invención, se forman insecticidas de Fosforoamido(di)tioato, mediante un proceso que incluye (a) fundir una formulación insecticida que comprende fosforoamido(di)tioato insecticidamente activo bajo condiciones sustancialmente libres de oxígeno para formar un fundido fluido que tiene una viscosidad se fluye sustancialmente libres, y (b) formar el fundido fluido en partículas (por ejemplo, gránulos, glóbulos, perlas, hojuelas, etc.) de un tamaño y forma agrícolamente útil.

El Acefato es un insecticida particularmente preferido para uso en la presente invención, la descripción del presente proceso se describe convenientemente con referencia a este ingrediente activo particular. Se entenderá, sin embargo, que la referencia a este ingrediente activo específico en la siguiente descripción también está destinado a referirse a la clase general de compuestos fosforoamido(di)tioato insecticidamente activa.

El Acefato está disponible comercialmente en un sólido grado técnico de por lo menos 97% en peso de pureza. El acefato técnico se utiliza preferiblemente en el gránulo en una cantidad que corresponde a las concentraciones de ingrediente activos utilizadas en el polvo disponible comercialmente y en las formulaciones granulares. Tales formulaciones tiene generalmente concentraciones de ingrediente activo de aproximadamente 70-75% en peso, 90-93% en peso, y $\geq 97\%$ en peso así como también otras concentraciones que dependen del uso propuesto final. Preferiblemente, el acefato técnico se utiliza en una cantidad de por lo menos 85% en peso y preferiblemente aproximadamente 90-93% en peso basado en el peso total del gránulo seco.

La etapa de fundido del actual proceso se puede lograr mediante sustancialmente cualquier equipo que tiene la capacidad de producir suficiente calor para fundir los sólidos de fosforoamido(di)tioato grado técnico fundido, por ejemplo, por encima de aproximadamente 90°C, preferiblemente a una temperatura dentro de un rango de aproximadamente 90°C a aproximadamente 100°C, y aún más preferiblemente dentro del rango de aproximadamente 95°C a aproximadamente 100°C. El equipo adecuado para fundir los sólidos incluye un horno de cualquier tipo (convección, infrarrojo, microondas, inducción, etc.) que está por encima de alrededor de un sistema de transporte resistente al calor, un extrusor con una boquilla con forma adecuada, una cámara de calefacción y agitación que puede recibir sólidos cargados por sinfín y descargar un líquido fundido, o aparato similar.

La etapa de fundido de la invención calienta preferiblemente la formulación de insecticida durante un tiempo suficiente para fundir completamente el fosforoamido(di)tioato a un estado líquido que fluye libre y sin calentamiento excesivo que puede originar descomposición. El calentamiento se hace sustancialmente en la ausencia de oxígeno o en una atmósfera que tiene un contenido de oxígeno suficientemente bajo (por ejemplo, sustancialmente en niveles de impureza o menores) para inhibir el entrapamiento del oxígeno que puede originar degradación del ingrediente activo.

Se puede utilizar un extrusor convencional si se opera bajo las actuales restricciones sobre oxígeno ambiente alrededor de la zona en donde se introduce el insecticida dentro del extrusor hasta su eyección como un extrudado. La extrusión convencional de los sólidos de insecticidas no funde completamente el

ingrediente activo, pero, calienta la superficie de las partículas para permitir a las partículas fusionarse cuando ellas se compactan por su paso a través de la boquilla de extrusión. La exclusión del contacto de oxígeno y el atrapamiento durante el proceso de fusión y fundido proporcionará mejoras similares de estabilidad de almacenamiento con un proceso completamente fundido.

Las condiciones para la etapa de fundido incluyen un ambiente sustancialmente libre de oxígeno. Preferiblemente, el oxígeno está sustancialmente excluido de un punto en el proceso de fusión y empieza antes de que el fosforoamido(di)tioato técnico se exponga a un incremento sustancial en la temperatura ambiente, por ejemplo, tal como al cargar una tolva o punto de introducción de los sólidos insecticidas en el equipo de procesamiento. El oxígeno también se excluye sustancial y preferiblemente por lo menos hasta que el material fundido se forme en alguna forma de volumen discreto que pueda representar un particulado útil, por ejemplo, gránulo, perla, glóbulo, etc.

Preferiblemente, el ambiente sustancialmente libre de oxígeno se alcanza al fundir un fosforoamido(di)tioato técnico en un espacio cerrado, o efectivamente cerrado bajo una atmósfera de un gas químicamente inerte o no reactivo. Los sistemas adecuados pueden incluir un transportador para mover los sólidos técnicos de fosforoamido(di)tioato de una tolva de almacenamiento en una cámara caliente, agitada, (o cerrada efectivamente), que puede suministrar un sistema de medición separado o una válvula de regulación de flujo. Adicionalmente, una corriente que se mueve rápido de gas no reactivo o inerte del escape rectangular se puede utilizar como un "cuchillo de aire" para proporcionar sellado efectivo de las cámaras de calefacción que de otra forma no sean físicamente del aire ambiente.

Se ha encontrado que producir un fundido de acefato en una atmósfera libre de oxígeno permite al acefato se procesado durante mayores periodos de tiempo en el estado fundido sin degradación o con significativamente menos degradación que al calendar el acefato a un estado fundido en una atmósfera que contiene oxígeno. En particular se ha encontrado que un fundido de acefato se puede procesar en un estado fundido a una temperatura de 90°C a 100°C durante 15 minutos a 30 minutos bajo una atmósfera efectivamente libre de oxígeno sin degradación detectable o sustancial del acefato y sin ninguna reducción de la estabilidad del acefato durante almacenamiento. En algunas modalidades, la composición que contiene acefato se puede procesar durante más de 30 minutos sin ninguna degradación sustancialmente detectable.

Los gases químicamente inertes adecuados para excluir el oxígeno de la etapa de carga a través de la etapa de procesamiento de fundido incluyen nitrógeno, dióxido de carbono, y uno de los gases nobles (por ejemplo, helio, neón, argón, kriptón, o xenón). La atmósfera en la cámara de fundido o la zona de fundido también está sustancialmente en la ausencia de humedad u otros gases que pueden reaccionar con el fosforoamido(di)tioato técnico.

El proceso de la presente invención funde preferiblemente el acefato para formar partículas agroquímicamente útiles (por ejemplo, perlas, gránulos, glóbulos u hojuelas) del insecticida cristalino, con o sin procesamiento anterior para reducción de tamaño de aglomerado y desaglomerado. El proceso calienta el acefato a una temperatura suficiente para fundir completamente el acefato en una atmósfera efectivamente libre de oxígeno y luego forma la composición de acefato fundido en la partícula deseada del tamaño deseado, durante, o después de enfriamiento para solidificar el acefato.

La etapa de enfriamiento o apagado puede ser mediante cualquier medio adecuado que sea capaz de solidificar el fundido sin contaminar o descomponer el acefato. Preferiblemente, la etapa de enfriamiento utiliza gas de enfriamiento relativamente seco que está sustancialmente libre de oxígeno o que puede contener cantidades sustanciales de oxígeno, tal como aire ambiente. En razón a que el acefato se funde a una temperatura ligeramente por encima del punto de fusión y se enfría relativamente rápido permitiendo la formación de partícula para la mayoría de rangos de tamaño de partículas útiles agroquímicamente, el aire frío es generalmente suficiente para solidificar el acefato sin originar degradación. Preferiblemente, el acefato se enfría tan rápidamente como es posible y entra en contacto con las superficies enfriadas durante el procesamiento. Esto es particularmente deseable para minimizar el contacto del acefato fundido con superficies calientes para minimizar la degradación.

Preferiblemente, el acefato fundido se enfría por aire bajo condiciones en donde el aire no llega a entrar en el acefato fundido. Por ejemplo, el acefato fundido se puede depositar sobre una banda transportadora u otra superficie enfriada que puede apagar el acefato rápidamente sin atrapar aire en el acefato fundido. La banda transportadora puede tener cavidades o muescas que enfrían relativamente o enfrían activamente con el fin de formar briquetas uniformes, pequeñas de insecticida cuando la mezcla insecticida se enfría y solidifica.

En la formación de acefato en perlas, el acefato fundido se inyecta desde un dispositivo de giro que entra en contacto con un cono o cortina que se ubica a una distancia lejana. Al ajustar la distancia de la cortina y la temperatura de la cámara de perlado, la cantidad de frío de la composición de acefato se utiliza para

controlar la forma final de la partícula desde discos aplanados (la cortina entra en contacto después de enfriamiento completo) a esferas (alto grado de enfriamiento antes de contacto con la cortina).

5 En una modalidad, el fosforoamido(di)tioato N-hidrocarbilo se mezcla con un relleno o diluyente sólido (tal como maltodextrina o sílice) y luego se carga en una banda transportadora. La banda transportadora pasa a través de una cámara de calefacción para calentar la mezcla para formar un fundido mientras mantiene una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno dentro de la cámara de calefacción. La cámara de calefacción calienta preferiblemente a la mezcla a una
10 temperatura de aproximadamente 90°C a 100°C, preferiblemente de aproximadamente 95°C a 100°C, hasta que el insecticida acefato se funde a una viscosidad que fluye libremente.

15 Una vez se funde la mezcla insecticida, la mezcla fundida sale de la cámara de calefacción y se enfría rápidamente o se apaga con aire seco, frío para solidificar la mezcla insecticida. Se ha encontrado que el enfriamiento rápido del fundido de insecticida se puede llevar a cabo en aire para solidificar la mezcla sin originar descomposición del insecticida. El enfriamiento se puede llevar a cabo al
20 dirigir un flujo de aire hacia abajo sobre la banda transportadora para solidificar el insecticida directamente sobre la banda en partículas sólidas mayores que la carga inicial. Preferiblemente, el insecticida solidificado y fundido resultante no tiene sustancialmente tamaños de partícula que permanezcan fácilmente en el aire.

25

El insecticida solidificado se remueve de la banda transportadora mediante medios adecuados tal como al raspar y transferir a un formador de hojuela. El

formador de hojuela reduce el tamaño de partícula aproximadamente 150 μm a aproximadamente 4000 μm , (para hojuelas, es preferible un rango de aproximadamente 250 μm a aproximadamente 4000 μm) dependiendo del índice de disolución deseado. El producto en hojuela se clasifica luego para recuperar el tamaño de partícula deseado con los fines y partículas sobre dimensionados reciclados a la carga inicial.

En otra modalidad, un diluyente y un agente de enmascaramiento de olor opcional se suministran a un aparato de mezcla para formar una mezcla con los sólidos insecticidas. La mezcla resultante (insecticidas + diluyente + agente enmascarador) se transporta a una cámara de fundido cerrado que opera en una atmósfera de nitrógeno. La mezcla insecticida se funde en la atmósfera de nitrógeno con mezcla continua. El fundido de la mezcla insecticida se suministra a través de una boquilla o se mide sobre un disco centrífugo rotatorio para hacer perlas con la mezcla. El disco de rotación se mantiene en una zona de enfriamiento suministrada con aire apagado o enfriado de tal manera que la mezcla de insecticida fundida entra en contacto con el disco de rotación y forma góticas de insecticida fundido que se arrojan radialmente hacia fuera a través de la atmósfera de enfriamiento para solidificar. Típicamente, las góticas se dirigen hacia fuera del disco de rotación para entrar en contacto con una superficie externa de o una cortina en la cámara de enfriamiento en donde, dependiendo de la distancia y el grado de solidificación, puede formar un particulado de disco aplanado o esférico. Las partículas resultantes se recolectan de la cámara de enfriamiento y se clasifican. Las partículas se tamizan y se dimensionan se separan y reciclan.

El diluyente es preferiblemente un particulado sólido que puede ayudar en la formación de partículas, distribución durante uso o solubilización durante uso del insecticida terminado. En una modalidad preferida, la mezcla del ingrediente activo y el diluyente se hace sustancialmente en la ausencia de un disolvente acuoso. La mezcla también se calienta preferiblemente en una atmósfera seca que está sustancialmente en ausencia de oxígeno. La mezcla resultante se enfría preferiblemente y se solidifica en una atmósfera seca.

Las partículas hechas por la presente invención, independiente de la forma o tamaño, se secan preferiblemente a un contenido de humedad residual de menos de aproximadamente 1% en peso, más preferiblemente menos de aproximadamente 0.5% en peso, para estabilidad de almacenamiento a largo plazo mejorada. Cualquier forma de proceso de secado se puede utilizar, por ejemplo, aire forzado, horno de convección, lecho fluido, y similares.

Para mayor estabilidad de almacenamiento, se preferiría deshumidificar los sólidos insecticidas antes de introducirlos en una cámara de fundido de atmósfera controlada. Tal una etapa de proceso adicional está destinada a remover la porción sustancial de cualquier molécula de agua adsorbida o absorbida que pueda llegar a estar asociada con los sólidos insecticidas durante una o más etapas de reducción de tamaño preliminar.

Agente de Enmascaramiento opcional

En una modalidad preferida, se forman glóbulos por la presente invención que entran en contacto con una cantidad efectiva de un agente de enmascaramiento que, en concentraciones relativamente bajas, tiene la capacidad

de enmascarar la percepción humana de olores azufrados que se asocian tradicionalmente con un campo que se ha tratado recientemente con insecticidas de fosforoamido(di)tioato tal como acefato. Los agentes de enmascaramiento adecuados como se describen en la Solicitud de Patente Estadounidense

5 Publicada 2003/0153484 presentada en Febrero 8, 2002, cuya descripción se incorpora aquí como referencia.

Se describe brevemente, agentes de enmascaramiento útiles con aglomerados de la presente invención que comprende uno o más terpenos

10 volátiles o sus derivados oxigenados que pueden enmascarar por lo menos una porción sustancial de los olores ofensivos del ingrediente activo cuando se formula en un gránulo sólido, mezclado en solución, o mezclado sobre un sólido Portador con un ingrediente activo en polvo, o rociado en un coaplicado o previamente aplicar el ingrediente activo.

15 Los terpenos son hidrocarburos no saturados que se basan en la unidad de isopreno de enlaces dobles alternados. Los terpenos del uso preferido en la invención incluyen citral, alcanfor, alfa- y beta-pineno, terpineol, limoneno, alfa- y beta- terpineno, alfa- y beta-felandreno, cedreno, geraniol, linalool, neral y ácido

20 abiético. Terpenos especialmente preferidos incluyen citral, alcanfor, alfa- y beta-pineno, terpineol y limoneno.

Otra fuente o terpeno aromático son versiones sintetizadas o de ocurrencia natural de "aceites esenciales". Los aceites esenciales son aceites aromáticos,

25 volátiles obtenidos por vapor o hidrodestilación, la extracción del disolvente de fuentes botánicas, trituration de cortezas, maceración de flores y/o hojas en grasas y luego por la extracción del disolvente de la grasa, y enflorado. Se pueden

utilizar diferentes partes de las plantas para obtener aceites esenciales, que incluye las flores, hojas, semillas, raíces, tallos, cortezas, madera etc. Ciertos aceites comprimidos en frío, tal como los aceites de varias cáscaras de cítricos, también se consideran por ser aceites esenciales. Otros aceites derivados de plantas, aromáticos se extraen de disolventes e incluyen Absolutos (hexano seguido por extracción de etanol), extracción de CO₂ (dióxido de carbono líquido utilizado como el disolvente) y Fitoles o Florosoles (disolvente de fluoro-hidrocarburo). Se encuentran definiciones apropiadas en Grant & Hackh's Chemical Dictionary, 5th ed., p. 219 (1987) y Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 1 th ed. pp. 471-472 (1987) que se incorporan aquí como referencia puesto que el alcance de estas definiciones no son inconsistentes con la descripción aquí.

Se pueden sintetizar aceites esenciales y existir naturalmente en plantas y conceder las fragancias características a las flores, hojas o maderas. Ellos también existen principalmente como terpenos (aceite de trementina, enebro, etc.) pero se pueden desarrollar de plantas constituyentes por acción de la enzima o calor. Los aceites esenciales son inflamables, solubles en alcohol o éter, ligeramente solubles en agua y pueden contener hidrocarburos, alcoholes, fenoles, éteres, aldehídos, Cetona, y ácidos. Los aceites esenciales son volátiles, no grasoso, y no son saponificables (excepto para aquellos que contiene ésteres). Algunos aceites esenciales son compuesto únicos casi puros, por ejemplo, aceite de siempre viva (metil salicilato). Otros son mezclas, por ejemplo, aceite trementina (pineno + dipenteno) y aceite de almendra amarga (benzaldehído + ácido hidrociánico). Aquellos aceites esenciales que contienen resina en solución también son llamados oleorresina o bálsamos.

Los aceites esenciales generalmente tienen un punto de ebullición de menos de aproximadamente 150° F. La mayoría de aceites esenciales son principalmente terpenos y sus derivados oxigenados, por ejemplo, terpeno, sesquiterpeno, monoterpenol, sesquiterpenol, aldehído, cetona, éster, etc.

5 Mientras que los componentes principales son terpenos olefina mono- a tetra insaturados, los aceites esenciales pueden contener compuestos alifáticos y bencenoides así como también que incluyen funcionalidad alcohol, éter, carbonilo, etc. Los aceites esenciales preferidos pueden también incluir tales aldehídos como benzaldehído y cinnamalaldehído. Aceites esenciales altamente preferidos de olor
10 similar a las frutas cítricas (naranja, limón, lima, una mezcla de limón y lima, etc.) y aceite de pino. La información de la estructura química específica para los aceites esenciales está disponible en <http://www.essentialoils.org> sus bases de datos de referencia química, los contenidos de los cuales se incorporan aquí como referencia. Un aceite esencial particularmente preferido para uso con sólidos
15 acefato es una fragancia de limón vendida por Arrlessence en Atlanta, Ga. USA bajo la designación "Aceite de Limón G4136 " o "Limón AA045486". Especialmente preferido para uso son aquellos aceites esenciales que se consideran por la USEPA por ser "relacionado generalmente como seguro" (GRAS).

20

Los aceites esenciales no se deben confundir con aceites comprimidos en frío o aceites portadores similares a oliva, pita de uva, cáscara de albaricoque, etc. Tales aceites portadores no son aceites volátiles principalmente de triglicéridos de ácidos grasos y no tienen suficiente volatilidad o concentración de componentes
25 volátiles para actuar como un agente enmascarador efectivo para los sólidos de fosforoamido(di)tioato de acuerdo con la presente invención.

El agente enmascarador de la presente invención es preferiblemente anhidro, pero también se puede utilizar como una emulsión, en una forma encapsulada, o absorber o adsorber dentro de un adsorbente adecuado o absorbente sólido.

5

El agente enmascarador se puede combinar con el ingrediente insecticidamente efectivo virtualmente en cualquier método que permite al agente enmascarador volatizar con la emisión de cualesquier olores nocivos de la formulación general. Por ejemplo, el agente enmascarador líquido se puede poner en contacto con los sólidos de ingrediente activo cristalino antes de formar el proceso presente; rociar, verter, o mezclar con las perlas insecticidamente activas durante o después del proceso de formación; dispersar sobre los sólidos que contienen el ingrediente activo que se distribuyen al mismo tiempo que o que se distribuyen previamente o que se distribuirán en el área tratada; o el agente enmascarador se puede mezclar con un portador sólido u otra formulación líquida que contiene el ingrediente activo. Se puede utilizar equipo convencional: boquillas para aerosol, dispositivos de medición, tornillos extrusores, palas de mezclado y similares.

20

Otros Ingredientes

Se puede agregar una variedad de otros ingredientes para el ingrediente activo de la invención. Una lista de ejemplo de materiales incluye un diluyente adecuado para que la perla pueda o no servir como una función secundaria cuando la perla se disuelve, y un agente antiaglomerante tal como sílice ahumado. También se pueden utilizar otros aditivos ambientalmente aceptables conocidos en la técnica. Por ejemplo, aditivos adecuados pueden incluir sulfato de

25

KA

amonio, sulfato de magnesio, agentes deshidratantes, tensoactivos, desodorantes, y similares. Los diluyentes pueden incluir, por ejemplo, hexano, isopropanol, etanol, y metanol.

5 Se puede agregar un agente antiaglomerante, si se desea, en una cantidad suficiente para prevenir agrupamiento y aglomeración durante el procesamiento y extruido de los gránulos. Generalmente no se necesita más de aproximadamente 3% en peso. El polvo de sílice en una cantidad dentro del rango de 0.5-1.25% en peso es particularmente útil como un agente antiaglomerante. Si se utiliza el sílice
10 como un diluyente o portador sólido para un agente enmascarador, es particularmente útil una cantidad dentro del rango de 2-10% en peso.

También se pueden agregar agentes estabilizantes para extender la vida útil del insecticida. Se utilizan los agentes estabilizantes en cantidades de menos
15 de aproximadamente 5% en peso y típicamente en cantidades de menos de 2% en peso.

Ejemplos

20 **Ejemplo 1**

En este ejemplo, el acefato se convierte en hojuelas para producir una hojuela de acefato estable que se puede disolver o dispersar en un disolvente para uso de acuerdo con los procedimientos estándar. Se forma una mezcla que
25 contiene 92% en peso Acefato Técnico y 8% en peso Maltrin M-100 (maltodextrina). La mezcla se puede suministrar a un mezclador que tiene un cargador sin fin de velocidad variable. La mezcla se carga en la banda

AS

transportadora que pasa a través de una cámara de calor para calentar la mezcla a aproximadamente 90° C para evaporar el acefato bajo una atmósfera de nitrógeno. Luego se pasa la banda transportadora a través de una cámara de frío en donde la mezcla de acefato se enfría para solidificar la mezcla. La cámara de frío puede enfriar la mezcla de acefato al dirigir el aire frío seco o al dirigir un flujo de una atmósfera libre de oxígeno sobre la mezcla de acefato. La banda transportadora puede tener una serie de muescas o ranuras para formar puntos de ruptura o líneas para asistir la formación de tamaños de partícula uniformes.

La mezcla de acefato enfriada y solidificada se remueve de la banda transportadora y se transfiere a una lámina más barata para hacer hojuelas o granular la mezcla de acefato. La mezcla de acefato en hojuelas se clasifica para recuperar un producto que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 150 µm a aproximadamente 4000 µm. El producto resultante es estable y se disuelve fácilmente para uso agrícola.

Ejemplo 2

El proceso del Ejemplo 1 se repite utilizando 92.0% en peso de técnica de acefato, 7.0% en peso de sílice disponible bajo el nombre comercial HI-SIL 233 y 1.0% en peso de aceite de limón 4136 (agente enmascarado). El producto resultante es estable y se disuelve fácilmente o se dispensa para uso agrícola.

Mientras varias modalidades se han seleccionado para ilustrar la invención, se entenderá que varios cambios y modificaciones se pueden hacer sin apartarse del alcance de la invención como se define en las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

LO QUE SE REIVINDICA ES:

- 5 1. Un método para formar partículas de insecticidas agroquímicamente efectivas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo con un proceso que comprende las etapas de:

fundir sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una temperatura
10 por encima de aproximadamente 90° C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno durante un tiempo suficiente para fundir dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo; y

enfriar y formar los sólidos fundidos en las partículas agroquímicamente
15 útiles.
2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha atmósfera sustancialmente libre de oxígeno consiste esencialmente de nitrógeno, dióxido de carbono, o un gas noble.
20
3. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha atmósfera sustancialmente libre de oxígeno consiste esencialmente de nitrógeno.
4. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dichas partículas
25 están en la forma de perlas, hojuelas, o briquetas.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dichas perlas exhiben un diámetro promedio dentro del rango de aproximadamente 150 μm a aproximadamente 4000 μm .

5 6. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dichas hojuelas exhiben una distribución de tamaño de partícula dentro del rango de aproximadamente 250 μm a aproximadamente 4000 μm .

10 7. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo comprenden acefato.

15 8. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho proceso comprende adicionalmente rociar un agente enmascarador que comprende un aceite esencial sobre dichas partículas.

9. Un método de acuerdo con la reivindicación 8 en donde dicho aceite esencial tiene el olor de una fruta cítrica.

20 10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en donde dicho aceite esencial tiene el olor de limón.

11. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la etapa de fundido comprende:

25 fundir el polvo cristalino en una cámara de mezcla cerrada y dispensar el fluido fundido en el disco de rotación para formar una perla.

48

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se funde por calor en una temperatura de aproximadamente 90° C a aproximadamente 100° C.

5 13. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se funde en una temperatura de aproximadamente 95°C a aproximadamente 100° C.

10 14. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se calienta durante no más de 30 minutos en una temperatura dentro del rango de 90° C a 100° C.

15. Un método para formar una composición insecticida particulada, dicho método comprende las etapas de:

15

calentar los sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una temperatura dentro del rango de aproximadamente 90° C a aproximadamente 100° C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno; y

20

formar el fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo caliente en partículas insecticidas solidificadas.

25 16. El método de la reivindicación 15, en donde dicho fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo es acefato.

17. El método de la reivindicación 16, en donde dicho acefato se forma en una perla, hojuela o briqueta.

18. El método de la reivindicación 15, en donde dicho acefato se calienta en una temperatura dentro del rango de 90° C a 100° C durante no más de aproximadamente 30 minutos.

19. El método de la reivindicación 15 que adicionalmente comprende las etapas de:

cargar dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo sobre un sistema transportador en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno, y transportar dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una zona de calefacción.

20. El método de la reivindicación 19 que comprende adicionalmente:

remover la mezcla adsorbida de dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo mientras se transportan dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en dicha zona de calefacción.

21. El método de la reivindicación 15, en donde dicho insecticida particulado tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 150 μm a aproximadamente 4000 μm .

22. El método de la reivindicación 15, en donde el fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo fundido se suministra en un disco rotatorio en una atmósfera fría para formar una perla.

5 23. El método de la reivindicación 15, en donde el fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo fundido se produce en una banda transportadora en depresiones formadas en dicha banda.

10 24. El método de la reivindicación 15, en donde dicho fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo se calienta hasta un fundido fluido que fluye libre en una atmósfera seleccionada del grupo que consiste de nitrógeno, dióxido de carbono, un gas noble y sus mezclas.

15 25. Partículas insecticidas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo hechas de acuerdo con el método de la reivindicación 15.

26. Perlas insecticidas que contienen acefato hecho de acuerdo con el proceso de la reivindicación 22.

20 27. Briquetas insecticidas que contienen acefato hecho de acuerdo con la reivindicación 23.

51

PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO (DI)**TIOATO****RESUMEN**

5

Se produce un insecticida sólido o particulado a partir de un insecticida fosforoamido(di)tioato tal como acefato. El insecticida particulado se forma al fundir los sólidos insecticidas en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno, y preferiblemente libre de humedad para evitar el arrastre del oxígeno en el fundido resultante para inhibir la posterior degradación luego de almacenamiento. El fundido se forma en gránulos, extrudados, perlas, hojuelas, briquetas, u otras formas según se desee.

15

20

25

52

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2007/019686

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. A01N25/12 A01N57/26 A01N57/28		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A01N		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included, in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 415 609 A (CHEVRON RES & TECH [US] CHEVRON USA INC [US]) 6 March 1991 (1991-03-06) cited in the application	25-27
Y	page 5, line 51 - page 28 claims 16-18	1-22
X	WO 98/26656 A (TOMEN AGRO INC [US]) 25 June 1998 (1998-06-25) page 12 - page 15	25-27
X	WO 2005/020688 A (UNITED PHOSPHORUS LTD [IN]) 10 March 2005 (2005-03-10) page 4, paragraph 13 - page 5, paragraph 16 page 6, paragraph 22 - page 8, paragraph 26 page 10, paragraph 35 - page 11	25-27
-/--		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : 'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance 'E' earlier document but published on or after the international filing date 'L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) 'O' document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means 'P' document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed 'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention 'X' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone 'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. 'Z' document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 26 November 2008		Date of mailing of the international search report 04/12/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040. Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Romano-Götsch, R

53

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2007/019686

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 03/065809 A (MICRO FLO CO [US]) 14 August 2003 (2003-08-14) cited in the application page 8, line 30 - page 9, line 13 claims 24-28 -----	1-22

54

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2007/019686

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0415609	A	06-03-1991	AT 160256 T	15-12-1997
			AU 647036 B2	17-03-1994
			AU 6111290 A	21-02-1991
			BR 9004083 A	03-09-1991
			CA 2023294 A1	19-02-1991
			DE 69031724 D1	02-01-1998
			DE 69031724 T2	04-06-1998
			IL 95344 A	18-02-1997
			NZ 234835 A	26-08-1992
			US 5464623 A	07-11-1995
WO 9826656	A	25-06-1998	AU 733708 B2	24-05-2001
			AU 5896998 A	15-07-1998
			BR 9707587 A	04-01-2000
			CA 2244243 A1	25-06-1998
			EP 0898450 A1	03-03-1999
			IL 125555 A	01-12-2002
			JP 2000512657 T	26-09-2000
			TR 9801610 T1	22-03-1999
			TR 200101728 T2	21-03-2003
			TW 492838 B	01-07-2002
			US 2001018063 A1	30-08-2001
			US 6013272 A	11-01-2000
WO 2005020688	A	10-03-2005	AU 2004268443 A1	10-03-2005
			BR PI0413768 A	31-10-2006
			CA 2537369 A1	10-03-2005
			KR 20070060046 A	12-06-2007
			US 2007014865 A1	18-01-2007
			US 2005048094 A1	03-03-2005
WO 03065809	A	14-08-2003	AU 2003215872 A1	02-09-2003
			CA 2474401 A1	14-08-2003
			US 2003153484 A1	14-08-2003

55

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

BEDGOOD, Robert, M.
Pillsbury Winthrop Shaw Pittman, LLP
P.O. Box 10500
McLean, VA 22102
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Date of mailing (day/month/year) 29 November 2007 (29.11.2007)	
Applicant's or agent's file reference 042984-0365051	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/US2007/019686	International filing date (day/month/year) 10 September 2007 (10.09.2007)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant ☐ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative		
Name and Address ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA CORPORATION 8 East Broadway, Suite 613 Salt Lake City, UT 84111 United States of America	State of Nationality US	State of Residence US
	Telephone No. 801-433-2145	
	Facsimile No. 801-433-2150	
	Teleprinter No.	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person ☐ the name ☒ the address ☐ the nationality ☐ the residence		
Name and Address ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA CORPORATION 15401 Weston Parkway, Suite 150 Cary, NC 27513 United States of America	State of Nationality US	State of Residence US
	Telephone No. 801-433-2145	
	Facsimile No. 801-433-2150	
	Teleprinter No.	
3. Further observations, if necessary:		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office ☐ the designated Offices concerned ☒ the International Searching Authority ☐ the elected Offices concerned ☐ the International Preliminary Examining Authority ☐ other:		
The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. +41 22 338 87 20		Authorized officer Marquis Catherine e-mail pt03.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 03

56

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

BEDGOOD, Robert, M.
Pillsbury Winthrop Shaw Pittman, LLP
P.O. Box 10500
McLean, VA 22102
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Date of mailing (day/month/year) 14 January 2009 (14.01.2009)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 042984-0365051	
International application No. PCT/US2007/019686	International filing date (day/month/year) 10 September 2007 (10.09.2007)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☐ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA CORPORATION 15401 Weston Parkway, Suite 150 Cary, NC 27513 United States of America	State of Nationality US	State of Residence US
	Telephone No. 801-433-2145	
	Facsimile No. 801-433-2150	
	E-mail address	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person ☒ the name ☐ the address ☐ the nationality ☐ the residence

Name and Address ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA, LLC 15401 Weston Parkway, Suite 150 Cary, NC 27513 United States of America	State of Nationality US	State of Residence US
	Telephone No. 801-433-2145	
	Facsimile No. 801-433-2150	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	

3. Further observations, if necessary:

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office	☒ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority	☐ the elected Offices concerned
☐ the International Preliminary Examining Authority	☐ other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Malek David e-mail pt11.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 11
---	---

Facsimile No. +41 22 338 70 80

Form PCT/IB/306 (July 2008)

I/DXB0BSFS0

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N° de solicitud:		(51) Int Cl: A01N 025/012	
22) Fecha de solicitud:		(71) Solicitante(s) ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA, LLC.	
(30) Prioridad	(31) Prioridad 11/518,486	(32) Fecha 11/09/2006	(33) País US
		(72) Inventor(es) JESSE GAYTAN	
		(74) Apoderado: EMILIO FERRERO	
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 11/04/2009		(87) Publicación internacional	
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT		Fecha: 20/03/2008	
Fecha de presentación de la solicitud: 10/09/2007		N° publicación: WO 2008/033314 A3	
No. de solicitud PCT/US2007/019686			
(54) Titulo: PROCESAMIENTO DE FUNDIDO DE INSECTICIDAS FOSFOROAMIDO (DI) TIOATO			

Reivindicación(es):

1. Un método para formar partículas de insecticidas agroquímicamente efectivas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo con un proceso que comprende las etapas de:

fundir sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una temperatura por encima de aproximadamente 90° C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno durante un tiempo suficiente para fundir dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo; y

enfriar y formar los sólidos fundidos en las partículas agroquímicamente útiles.

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha atmósfera sustancialmente libre de oxígeno consiste esencialmente de nitrógeno, dióxido de carbono, o un gas noble.

3. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha atmósfera sustancialmente libre de oxígeno consiste esencialmente de nitrógeno.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dichas partículas están en la forma de perlas, hojuelas, o briquetas.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dichas perlas exhiben un diámetro promedio dentro del rango de aproximadamente 150 µm a aproximadamente 4000 µm.

6. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dichas hojuelas exhiben una distribución de tamaño de partícula dentro del rango de aproximadamente 250 µm a aproximadamente 4000 µm.

7. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo comprenden acefato.

8. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho proceso comprende adicionalmente rociar un

agente enmascarador que comprende un aceite esencial sobre dichas partículas.

9. Un método de acuerdo con la reivindicación 8 en donde dicho aceite esencial tiene el olor de una fruta cítrica.

10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en donde dicho aceite esencial tiene el olor de limón.

11. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la etapa de fundido comprende:

fundir el polvo cristalino en una cámara de mezcla cerrada y dispensar el fluido fundido en el disco de rotación para formar una perla.

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se funde por calor en una temperatura de aproximadamente 90° C a aproximadamente 100° C.

13. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se funde en una temperatura de aproximadamente 95°C a aproximadamente 100° C.

14. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polvo cristalino se calienta durante no más de 30 minutos en una temperatura dentro del rango de 90° C a 100° C.

15. Un método para formar una composición insecticida particulada, dicho método comprende las etapas de:

calentar los sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una temperatura dentro del rango de aproximadamente 90° C a aproximadamente 100° C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno; y

formar el fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo caliente en partículas insecticidas solidificadas.

16. El método de la reivindicación 15, en donde dicho fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo es acefato.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 24,789
FECHA : MARZO 30 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261- -00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 61

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	19774650	30/03/2009	45,049,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	540,000.00
		TOTAL :	\$ 540,000.00

SON: QUINIENTOS CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

colb: 16902-841-001-0

59

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 18,959
FECHA : MARZO 9 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261- -00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Evs: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Follos: 61

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	19779071	09/03/2009	49,854,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-04	PRESENTACION DE OBSERVACIONES	
		12 MARCAS Y LEMAS COMERCIALES	287,000.00
		TOTAL :	\$ 287,000.00

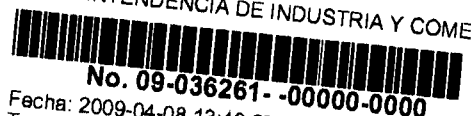
SUN: DOSCIENTOS OCHENTA Y SIETE MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

0020:76902-841-001-0

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261- -00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII, - Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 61

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 26,802
FECHA : ABRIL 6 DE 2009

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	106432126	06/04/2009	13,980,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	21 CERTIFICACIONES
			12,000.00
		TOTAL :	\$ 12,000.00

SDN: DOCE MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

00201.16902-841-001-0.

61

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261- -00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 61

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176009-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 09 - 21,266
FECHA : MARZO 17 DE 2009

**** CONSIGNACION ****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	19779056	17/03/2009	31,490,000.00

**** CONCEPTOS ****

CANT.	RENTISICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	1,000.00
		TOTAL :	\$ 1,000.00

EN: MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAYA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

COLO: 16902-841-0010

ESTA CERTIFICACION DE EXCEDENTE DE PAGO SÓLO PODRÁ SER UTILIZADA
COMO PARTE DE LA CANCELACION DE UNA TARIFA VIGENTE Y NO PODRÁ SER
SUSTITUIDA POR NINGUN RECIBO.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-036261-00000-0000

Fecha: 2009-04-08 13:40:27
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 NUECREACIONE
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 61

Comercio
SUPERINTENDENCIA

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE PCT

PATENTE DE INVENCION

☒

MODELO DE UTILIDAD

☐

- ◆ Indicación de que se solicita la concesión de una patente
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ◆ Descripción de la invención
- ◆ Dibujos de ser estos pertinentes
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas

☒
☒
☒
☒
☒

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

DISEÑO INDUSTRIAL

☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ◆ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas

☐
☐
☐
☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

ESQUEMA DE TRAZADO

☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ◆ Representación gráfica del esquema trazado
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas

☐
☐
☐
☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

Edgar Navarro
Firma Responsable

Fecha 2009-04-08

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Conmutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
FERRERO EMILIO

REFERENCIA	Radicación No.	9 36261
	Solicitud internacional	PCT/US2007/019686
	Fecha inicio fase nacional	11/04/2009
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	- 5136

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

2. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante, conforme a lo establecido por el artículo 26 literal k) de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, estos deberán legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil. Cuando se trate de las declaraciones a que hace referencia la Regla 4.17 ii) del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes PCT., el alcance de las tales declaraciones se determinará según indiquen claramente una cesión de derechos del inventor al solicitante o su causante, de conformidad con lo dispuesto en el numeral 5.2.15 del Capítulo Quinto, Título X de la Circular Única de Superintendencia de Industria y Comercio.

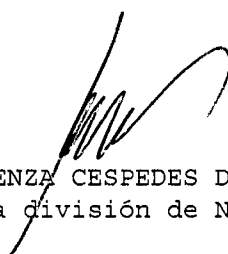
En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.

Continúa en la página siguiente...

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación No.: 9 36261



ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha _____
jfernand

08 MAYO 2009