

R U  
2 6 6 7 7 7 5 C 2

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19)

RU

(11)

2 667 775

(13) C2

(51) МПК

A01N 25/28 (2006.01)

A01N 53/06 (2006.01)

A01P 7/04 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

A01N 25/28 (2006.01); A01N 53/00 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016134726, 19.02.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
19.02.2015

Дата регистрации:  
24.09.2018

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
19.02.2014 US 61/941,943

(43) Дата публикации заявки: 20.03.2018 Бюл. № 8

(45) Опубликовано: 24.09.2018 Бюл. № 27

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 19.09.2016

(86) Заявка РСТ:  
US 2015/016585 (19.02.2015)

(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2015/127051 (27.08.2015)

Адрес для переписки:  
129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, строение 3,  
ООО "Юридическая фирма Городисский и  
Партнеры"

(72) Автор(ы):

ЯНЬ Лайбинь Брюс (US),  
МАКЛЕОД Родерик Дж. (CA),  
КИББИ Джон И. (CA),  
ШЕРЦИНГЕР IV Уилльям М. (US)

(73) Патентообладатель(и):

ФМК КОРПОРЕЙШН (US)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: US 2013/0115261 A1, 09.05.2013. WO  
2011156048 A1, 15.12.2011. WO 2010/098494  
A2, 02.09.2010. US RE 38,675 E, 21.12.2004.  
WO2009/061341 A2, 14.05.2009. RU 2126628  
C1, 27.02.1999. US 8377849 B2, 19.02.2013..

(54) ВЫСОКОНАГРУЖЕННЫЕ ПИРЕТРОИДОМ ИНКАПСУЛИРОВАННЫЕ ФОРМЫ ДЛЯ  
ОБРАБОТКИ СЕМЯН

(57) Реферат:

Изобретение относится к агрохимическим  
композициям, содержащим инкапсулированные  
активные компоненты. Композиция инсектицида  
содержит множество микрокапсул, где каждая  
микрокапсула содержит наружную полимерную  
оболочку, инкапсулирующую сердцевину,

содержащую бифентрин, который присутствует  
в пределах примерно от 300 до 600 г/л.  
Предлагаемая композиция и способ её получения  
обеспечивают долгосрочное и устойчивое  
инсектицидное действие. 5 н. и 9 з.п. ф-лы, 16 ил.,  
8 табл., 2 пр.

R U  
2 6 6 7 7 7 5 C 2



(51) Int. Cl.

*A01N 25/28* (2006.01)*A01N 53/06* (2006.01)*A01P 7/04* (2006.01)

FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

*A01N 25/28* (2006.01); *A01N 53/00* (2006.01)

(21)(22) Application: 2016134726, 19.02.2015

(24) Effective date for property rights:  
19.02.2015Registration date:  
24.09.2018

Priority:

(30) Convention priority:  
19.02.2014 US 61/941,943

(43) Application published: 20.03.2018 Bull. № 8

(45) Date of publication: 24.09.2018 Bull. № 27

(85) Commencement of national phase: 19.09.2016

(86) PCT application:  
US 2015/016585 (19.02.2015)(87) PCT publication:  
WO 2015/127051 (27.08.2015)

Mail address:

129090, Moskva, ul. B.Spasskaya, 25, stroenie 3,  
OOO "Yuridicheskaya firma Gorodisskij i  
Partnery"

(72) Inventor(s):

YAN Lajbin Bryus (US),  
MAKLEOD Roderik Dzh. (CA),  
KIBBI Dzhon I. (CA),  
SHERTSINGER IV Uillyam M. (US)

(73) Proprietor(s):

FMK KORPOREJSHN (US)

R U 2 6 6 7 7 7 5 C 2

(54) HIGH-LOAD PYRETHROID ENCAPSULATED SEED TREATMENT FORMULATIONS

(57) Abstract:

FIELD: agriculture.

SUBSTANCE: invention relates to agrochemical compositions containing encapsulated active components. Insecticide composition comprises a plurality of microcapsules, wherein each microcapsule comprises an outer polymeric shell, an encapsulating

core containing bifenthrin, which is present in the range of about 300 to 600 g/l.

EFFECT: present composition and method for its preparation provide a long-term and stable insecticidal effect.

14 cl, 16 dwg, 8 tbl, 2 ex

## ПЕРЕКРЕСТНАЯ ССЫЛКА НА РОДСТВЕННЫЕ ЗАЯВКИ

Данная заявка испрашивается приоритет по предварительной патентной заявки США № 61/941,943, поданной 19 февраля 2014 года, содержание которой включено в данный документ в качестве ссылке в полном объеме.

### 5 ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

Данное изобретение относится к области агрохимических композиций и составов. В частности, данное изобретение предоставляет инсектицидный состав, содержащий капсулы микронных размеров или наноразмеров, и способ их получения для использования при обработке семян.

### 10 УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ В ОБЛАСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Важно обрабатывать сельскохозяйственные культуры, травы и газоны агентами, защищающими злаки, чтобы бороться с повреждениями, причиняемыми сельскохозяйственным культурам, травам или газонам пестицидами. Использование микрокапсул как для медленного или контролируемого, и мгновенного или быстрого 15 высвобождения жидкости, твердых веществ и твердых веществ, растворенных или суспендированных в растворителе, было описано в фармацевтической промышленности, особенно в химической промышленности тонкого органического синтеза и сельскохозяйственной промышленности. В сельском хозяйстве эти технологии высвобождения улучшают эффективность и доставку активных агентов.

20 В целом, диффузия заключенного в капсулу материала зависит от качеств функциональных свойств стенки капсул и ее пористости, а также от влияний окружающей среды и ее условий. Соответственно, микрокапсулы могут быть предназначены для контролируемого высвобождения материала в окружающую среду за счет модификации поперечных шивок в стенке капсул или следуя отсроченному 25 или контролируемому типу выделения. В дополнение, стенка микрокапсулы может служить в качестве барьера для диспергирования не смешивающихся с водой жидкостей в водной среде для облегчения доставки. В качестве таковых микроинкапсулированные активные ингредиенты предоставляют существенные преимущества в контроле [их] выхода в сельскохозяйственных растениях\*.

30 Однако, по меньшей мере, один недостаток при изготовлении известных из уровня техники микрокапсул связан с их низкой способностью к загрузке. Иными словами, эффективные количества активного ингредиента не могут быть инкапсулированы без затруднений, чтобы обеспечить достижение предполагаемой цели. Обычно, малая загрузка активных ингредиентов не обеспечивает рентабельности изготовления

35 микроинкапсулированных инсектицидов. Таким образом, сохраняется необходимость в более эффективных способах загрузки инсектицидов в микрокапсульные формы. С другой стороны, высокая загрузка активным веществом обычно повышает уровень токсичности продукта и в результате его оценка нормативными документами оказывается нежелательной.

40 Составы для проправливания семян сельскохозяйственных растений также известны. Однако большинство обработок семян осуществляют с использованием композиций, которые обладают определенными нежелательными свойствами, и в современном сельском хозяйстве могут считаться экологически неудовлетворительными. Например, к неудовлетворительными композициям относятся композиции, которые в результате 45 стока приводят к экологическим проблемам, такие как загрязнение водоемов почвенных вод, нитратное загрязнение, фосфатное загрязнение и тому подобное. С другой стороны, неэффективная загрузка активным ингредиентом, высокая производительная стоимость и повреждение оборудования для обработки семян создает проблемы для производителя.

Предшествующий уровень техники даже во всей совокупности не предоставляет специалисту в данной области техники полезной информации при изготовлении инновационных форм с целью преодоления трудностей в производстве, или чтобы прогнозировать эффективность форм, которые неожиданно оказались превосходящими 5 доступные комбинации и дополнительные условия обработки семян. Данное изобретение направлено на удовлетворение этой потребности и преодоление указанных выше проблем, связанных с изготовлением микрокапсул в промышленном масштабе.

### **СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

Данное изобретение направлено на инсектицидную композицию, в частности на

10 жидккий инсектицидный материал, который инкапсулирован полимерной оболочкой, которая обладает рядом преимуществ по сравнению с аналогами в предшествующем уровне техники. Далее, данное изобретение относится к способам производства таких микрокапсул, включающим промежуточные способы, и к способам их использования. Не желая быть связанными какой-либо теорией, другим объектом данного изобретения 15 является композиция для обработки семян, которая способна устраниить проблемы в данной области техники.

В одном варианте осуществления

В соответствии с одним аспектом настоящего изобретения представлена 20 микрокапсула, содержащая полимерную оболочку, инкапсулирующую активный инсектицид. В данном варианте осуществления микрокапсула содержит оболочку (оболочки) либо в многослойном, либо в однослойных вариантах. Наружная полимерная оболочка содержит, по меньшей мере, один полимер, способный к биоразложению. По меньшей мере, в одном варианте осуществления полимерная оболочка содержит 25 полимер, выбранный из группы, состоящей из полимочевины, полиуретана, полиамида, полиэфира и подобного.

По меньшей мере, в соответствии с другим аспектом настоящего изобретения 30 представлен жидкий сельскохозяйственный состав, содержащий множество микрокапсул, инкапсулирующих пиретрин или синтетический пиретроидный инсектицид в подходящем растворителе. В одном из вариантов осуществления инсектицид представляет собой 35 пиретроид, выбранный из группы, состоящей из бифентрина, зета-циперметрина, а-циперметрина, перметрина,  $\lambda$ -цигалотрина и тефлутрина. В более предпочтительном варианте осуществления инсектицид представляет собой бифентрин. В другом варианте осуществления данное изобретение направлено на множество микрокапсул, причем каждая микрокапсула содержит наружную полимерную оболочку, инкапсулирующую 40 жидкую или твердую сердцевину, содержащую бифентрин. В другом варианте осуществления состав также содержит растворитель, со-растворитель, масло, эмульгатор, агент, модифицирующий вязкость, противовспенивающий агент, амин и регулятор pH.

Согласно другому аспекту данного изобретения микрокапсулы имеют величину 45 диаметра в диапазоне между 0,1-500 мкм. В более предпочтительном варианте осуществления, по меньшей мере, 90% микрокапсул в составе имеет диаметр в диапазоне от 0,5 до 50 мкм. В другом варианте осуществления 90% микрокапсул имеют диаметр в диапазоне 1-50 мкм.

В соответствии с другим аспектом данного изобретения представлены способы, 45 обеспечивающие высокую загрузку и высокую эффективность инсектицидных составов. В соответствии с другим вариантом осуществления данного изобретения представлены композиции, пригодные для доставки по существу водорастворимых или водонерастворимых инсектицидов в комбинации с другими активными ингредиентами,

выбранными из группы, состоящей из артроподицида, инсектицида, майтицида, акарицида, нематоцида, фунгицида, селективного гербицида, регулятора роста растений или комбинации двух или более таких биологически активных агентов.

В соответствии с другим аспектом настоящего изобретения представлен способ

- 5 изготовления композиции микрокапсул с высокой инсектицидной загрузкой. По меньшей мере, в одном варианте осуществления микрокапсулы с высокой инсектицидной загрузкой получают посредством осуществления стадий (а) смешивания агрохимиката с органическим растворителем, по меньшей мере, одним мономером и маслом для приготовления смешанной органической фазы, (б) растворения эффективных количеств
- 10 эмульгатора, поливинилового спирта и загустителя в водном растворителе с образованием водной фазы, и (с) гомогенизации органической фазы с водной фазой в гомогенизаторе, и (д) обеспечение протекания межфазной полимеризации в течение достаточного периода времени. В более предпочтительном варианте осуществления межфазная полимеризация осуществляется при температуре в диапазоне от 25°C до
- 15 около 65°C.

В соответствии с еще одним аспектом данного изобретения описана композиция микрокапсул, которая может непосредственно наноситься на семена в качестве композиции для проправливания семян, таким образом неожиданно существенно повышая урожайность сельскохозяйственных растений по сравнению с другими

- 20 композициями для проправливания семян. Такие растения могут включать в себя пшеницу, овес, ячмень, бобовые, злаковые, цитрусовые, какао, кокосы, кофе, кукурузу, хлопок, лубяные культуры, цветы, кормовые зерновые\*\*, лесные растения, арахис, земляной орех, хмель, плодовоощные культуры, неназемные злаки, масличную пальму, масличный рапс, горох, яблоки, картофель, рис, косточковые, пряности, сахарный
- 25 тростник, подсолнечник, чай, табак, томат, лесные орехи, газоны, овощные культуры, вьющиеся растения и виноград и подобное.

#### **КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ**

Фиг. 1 (А)-(Д) представляют собой примеры снимков сканирующей электронной микроскопии (SEM) составов микрокапсул на основе Бифентрина CS

- 30 Фиг. 1 (Е)-(F) представляют собой примеры снимков SEM составов микрокапсул на основе Бифентрина CS на проправленных семенах кукурузы.

Фиг. 1 (G) представляет собой пример снимка SEM составов микрокапсул на основе Бифентрина CS на проправленных семенах пшеницы.

- 35 Фиг. 2 (А)-(В) представляют собой снимки семян кукурузы, проправленных составом микрокапсул на основе бифентрина CS с высокой загрузкой (слева) и составом бифентрина SC (справа).

Фиг. 3 (А)-(В) представляют собой снимки семян пшеницы, проправленных составом бифентрина CS с высокой нагрузкой (слева) и составом бифентрина SC с высокой загрузкой(справа).

- 40 Фиг. 4 (А)-(В) показывает поверхность барабана проправливателя Неге после обработки семян пшеницы составом бифентрина CS с высокой загрузкой (слева) и формой бифентрина SC с высокой загрузкой (справа).

- 45 Фиг. 5 (А)-(В) показывает поверхность барабана проправливателя Неге после обработки семян кукурузы составом бифентрина CS с высокой загрузкой (слева) и формой бифентрина SC с высокой загрузкой (справа).

Фиг. 6 предоставляет данные биологических полевых испытаний, показывающие численность растений в зависимости от обработки.

#### **ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ПРЕДПОЧТИТЕЛЬНЫХ ВАРИАНТОВ**

## ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

Настоящее раскрытие удовлетворяет потребность в микроинкапсулированных составах с высокой загрузкой инсектицида для обработки сельскохозяйственных культур. Соответственно, высокоточное применение активных сельскохозяйственных

- 5 ингредиентов описано путем предоставления состава, способного к доставке, по меньшей мере, в 5-48 раз больше активных ингредиентов к месту, представляющем интерес. Настоящее изобретение описывает композиции инсектицида для доставки водонерастворимых активных агентов, содержащихся в микрокапсулах, имеющих полимерную оболочку. Полимерная оболочка может представлять собой
- 10 биоразлагаемый полимер, необязательно поперечно сшитый в присутствии сшивающего агента. В одном из вариантов осуществления микрокапсула содержит по существу водонерастворимые инсектицидные соединения, которые суспендированы, как эмульсия типа «масло в воде».

Термин «микрокапсула», так как это используется в данном описании, относится к 15 сферическим микрочастицам, состоящим из полимерной оболочки, служащей материалом, образующим стенку, и инкапсулированного активного вещества, находящегося внутри оболочки. Этот термин отличается от обозначения других сферических гранул активного вещества, диспергированного в растворителе или полимере. Микрокапсулы согласно настоящему изобретению могут состоять из 20 единственной полимерной оболочки, то есть быть однослойной, причем активное вещество располагается во внутренней сердцевине или центре микрокапсулы. Микрокапсулы настоящего изобретения также могут обозначать «многослойные микрокапсулы», которые состоят из внутренней сердцевины микрокапсул и одной или более внешних полимерных оболочек. В любом случае микрокапсулы согласно 25 настоящему изобретению имеют диаметр в диапазоне от 0,1 микрон до 500 микрон.

Так, как это используется в данном документе, термин «полимер, образующий оболочку» обозначает полимер или полимеризующиеся мономерные единицы или комбинации двух или более различных полимеров или полимеризующихся мономерных единиц, которые образуют компонент наружной стенки или слой, или оболочку 30 микрокапсулы.

Термин «полимерная оболочка» обозначает слой, содержащий полимер, образующий оболочку и, если требуется, другие компоненты, такие как пластификатор, масло, компоненты, образующие поры и (или) аминокислоты.

В соответствии с одним из аспектов, настоящее изобретение направлено на 35 микрокапсулу, содержащую полимерную оболочку, инкапсулирующую инсектицид. В соответствии со вторым аспектом, настоящее изобретение направлено на микрокапсулу, которая содержит (а) пиретроид, (б) масло или растворитель, и (с), по меньшей мере, другой активный ингредиент.

В соответствии с другим аспектом настоящего изобретения представлен состав, 40 содержащий множество микрокапсул, причем, по меньшей мере, одно количество микрокапсул имеет эффективный размер частиц ( $D90$ ) менее чем около 500 микрон; в еще одном варианте осуществления  $D90$  составляет менее чем около 100 микрон, а в еще одном варианте осуществления  $D90$  составляет до 20, 18, 15 или 10 микрон или менее. В конкретном варианте осуществления множество микрокапсул имеет размер 45 частиц, обозначенный как  $D90$ , между около 1 и около 7 микрон, предпочтительно между 2-6 микрон.

В соответствии с другим аспектом, каждая микрокапсula в вышеупомянутой популяции микрокапсул состоит из (а) инсектицида, (б) одного или более масляных

компонентов, и (с) одного или более модификаторов вязкости. По меньшей мере, в одном варианте осуществления, модификаторы вязкости включены, чтобы предупредить осаждение капсул и других супенсированных компонентов. С выбором знакомы специалистам в данной области техники известно, как выбрать модификатор вязкости,

- 5 который может включать широкое разнообразие компонентов, включающих в себя, но не ограничивающийся ими аттапульгитовые глины, ксантановые камеди и модифицированные производные целлюлозы. В более предпочтительном варианте осуществления каждая микрокапсула содержит бифентрин. В одном из вариантов осуществления бифентрин загружается в количествах до 480 грамм на один литр или
- 10 на примерно на 50% больше, чем в обычных микроинкапсулированных составах. В еще одном варианте осуществления вязкость целевого продукта доводили до значений в диапазоне от 200 до 5000 сантимпуазов (мРахсек) ротационного вискозиметра Brookfield LVT Rotational Viscometer с измерительном наконечником #3.

В одном из вариантов осуществления данного изобретения инсектицид в составе присутствует в количестве от около 0,1% до около 50% по весу в расчете на общий вес состава. В еще одном варианте осуществления модификатор вязкости присутствует в количестве от около 0,01 до около 15 процентов по весу в расчете на общий вес состава.

По меньшей мере, в соответствии с одним аспектом, настоящее изобретение направлено на твердую проницаемую оболочку, изготовленную из полимера, полученного полимеризацией изоцианата. В одном из вариантов осуществления полимеризации существует соединение, модифицирующее поверхность, которое реагирует с остатком изоцианата. Подходящие изоцианаты включают, но не ограничиваются ими, ароматические изоцианаты, такие как изомеры толуол дизоцианата, изомеры и производные фенилендиизоцианата, изомеры и производные бифенилендиизоцианата, полиметиленполифенилизоцианаты (PMPII), полиметиленполифенил изоцианат, содержащий 4,4' метилен бис-фенил изоцианат, алифатические ациклические изоцианаты, такие как гексаметилен дизоцианат (HMDI), циклические алифатические изоцианаты, такие как изофорон дизоцианат (IPDI) и тримеры HMDI или их смеси.

Другие полимеры, биоразлагаемые и не способные к биоразложению, также могут быть использованы в структуре оболочки микрокапсулы. Они включают синтетическую целлюлозу или другие целлюлозные вещества, такие как ацетобутират целлюлозы, ацетофталат целлюлозы, карбоксифенил целлюлозу, триацетат целлюлозы, натриевую соль сульфоцеллюлозы, полимеры акриловой кислоты, метакриловой кислоты или их сополимеры или производные, включающие эфиры, поли(метилметакрилат), поли(этилметакрилат), поли(бутилметакрилат), поли(изобутил метакрилат), поли(гексилметакрилат), поли(изодецилметакрилат), поли(лаурил метакрилат), поли(фенил метакрилат), поли(метил акрилат), поли(изопропил акрилат), поли(изобутил акрилат) и поли(октадецил акрилат), полиакриловые кислоты, поли(масляная кислота), поли(валериановая кислота) и поли(лактид-сокапролактон), и их сополимеры и смеси.

Примеры не способных биоразложению полимеров включают этиленвинилацетат, поли(мет)акриловую кислоту, полиамиды, их сополимеры и смеси. Примеры биоразлагаемых полимеров включают полимеры гидроксикислот, таких как молочная кислота и полилактид гликоловой кислоты, полигликолид, сополимер полилактида и гликоглида и сополимеры с полиэтиленгликолем (PEG), полиангидридами, поли(орт)эфирами, полиуретанами, поли(масляной кислотой), поли(валериановой кислотой) и сополимер полилактида и капролактона.

По меньшей мере, в одном варианте осуществления, микрокапсулы согласно

настоящему изобретению способны медленно высвобождать материал сердцевины в течение периода времени или могли быть достаточно прочными или переносить высушивание, а затем повторно диспергиваться. В целом, предпочтительно, чтобы весовое соотношение материала стенки и микрокапсулы (сердцевина плюс стенка) составляла больше 1% по весу. Обычно весовое соотношение находится в пределах от 1% до 70% или более предпочтительно от 3% до 15%.

В еще одном варианте осуществления состав по данному изобретению содержит материал, образующий поры, которые позволяют проникать инсектициду из микрокапсул вовне. В одном из вариантов осуществления изоцианат может

реагировать с остатком амина с образованием полимочевины или с ди- или тригликолем с образованием полиуретана. Молекулы изоцианата обычно содержатся в масляной фазе в ходе процессов, описанных в данном документе. Аминогруппы могут быть образованы в масляной фазе или на поверхности раздела масло-вода. Поперечная сшивка может осуществляться путем включения, поперечно-сшивающего агента, такого как этениловый эфир уксусной кислоты.

В еще одном варианте осуществления описаны микрокапсулы из полимочевины. По меньшей мере, в одном варианте осуществления оболочка микрокапсулы образована полимочевиной посредством способа эмульсионной полимеризации и поперечной сшивки с этениловым эфиром уксусной кислоты. По меньшей мере, в одном варианте осуществления реакция образования оболочки, инициируется нагреванием эмульсии до повышенной температуры, когда некоторые группы изоцианата гидролизуются на поверхности и образуют амины, которые в свою очередь реагируют с негидролизованными группами изоцианата с образованием микрокапсул из полимочевины.

По меньшей мере, в одном варианте осуществления микрокапсулы получают таким образом, чтобы привести к образованию оболочки микрокапсул толщиной в диапазоне от 5 нанометров до 1000 нанометров. В более предпочтительном варианте осуществления микрокапсула имеет толщину стенки оболочки в диапазоне от 10 до 200 нанометров, в качестве альтернативы -15-100 нанометров, что, таким образом, приводит к уменьшению количества нагрузки на обрабатывающее оборудование.

По меньшей мере, в еще одном варианте осуществления в результате реакции полимеризации образуется такая толщина стенки микрокапсул, которая пригодна для пред назначенной цели. В одном из вариантов осуществления изменение концентрации полимерного изоцианата в масляной фазе и соответствующего соотношения с аминогруппами может привести к различной толщине стенок. Например, по меньшей мере, в одном примере, когда концентрация полиметиленполифенилизоцианата, содержащего 4,4' метиленбис-фенилизоцианат (PAPI® 27), составляет 3,9% в масляной фазе, а соотношение амин:PAPI® 27 составляет 0,89-1,0, соответственно, толщина стенки образующихся микрокапсул намного меньше по сравнению со случаем, когда PAPI® 27 присутствует в количестве 7,5% в масляной фазе. Подобным образом изменение соотношения амин:PAPI® 27 влияет на окончательную толщину стенки капсулы. Любые подобные изменения неожиданно приводят к уникальным физическим и физико-химическим свойствам таких микрокапсул, в зависимости от этого выбираются активные ингредиенты.

В еще одном варианте осуществления, необязательно, может быть использован диспергирующий агент, чтобы суспендировать или растворить практически водонерастворимый активный агент. Диспергирующие агенты, пригодные для использования в составе настоящего изобретения, включают любые неводные

растворители, которые способны сусpendировать или растворять активный инсектицидный агент, но не реагировать химически ни с полимером, использованным для активного агента, ни с самим агентом.

Примеры такого растворителя включают растительные масла, такие как соевое

5 масло, эпоксидированное соевое масло, кокосовое масло, оливковое масло, сафлоровое масло, хлопковое масло, кукурузное масло, рапсовое масло и подобные. Другие такие жидкости включают в себя алифатические, циклоалифатические или ароматические углеводороды, такие как додекан, n-декан, n-гексан, циклогексан, толуол, бензол и им подобные; так же как алифатические или ароматические спирты, такие как гептанол, 10 октанол и им подобные, или комбинации каких-либо двух или более этих веществ.

Другие примеры подходящих растворителей включают нефтяной дистиллят, обедненный тяжелый ароматический нафталин (Aromatic 200, 100, 150), имеющий точку кипения в диапазоне 100° и 400°C.

По меньшей мере, в одном варианте осуществления, инсектицид может представлять

15 собой любой из нижеследующей группы активных ингредиентов:

А1) класс карbamатов, включающий в себя алдикарб, аланикарб, бенфуракарб, карбарил, карбофуран, карбосульфан, метиокарб, метомил, оксамил, пирамикарб, пропоксур и тиодикарб;

А2) класс органофосфатов, включающий в себя ацефат, азинфоз-этил, азинфоз-метил,

20 хорфенвинфос, хлорпирифос, хлорпирифос-метил, деметон-S-метил, диазинон, дихлофос/ DDVP, дикротофос, диметоат, дисульфотон, этион, фенинтротион, фентион, изоксатион, малатион, метамидафос, метидатион, мевинфос, монокротофос, оксиметоат, оксивеметон-метил, паратион, паратион-метил, фентоат, форат, фосалон, фосмет, фосфамидон, пиримифос-метил, квиналфос, тербуфос, тетрахлорфинфос, триазофос и

25 трихлорфон;

А3) класс циклоненовых хлорорганических соединений, таких как эндосульфан;

А4) класс фипролов, включая в себя этипрол, фипронил, пирафлупрол и пирипрол;

А5) класс неоникотиноидов, включая в себя ацетамиприд, клотианидин, динотерафуран, имидаклоприд, нитенпирам, тиаклоприд и таметоксам;

30 А6) класс спинозинов, таких как спиносад и спинеторам;

А7) активаторы хлорных каналов из класса мектинов, включая в себя абамектин, эмамектин бензоат, ивермектин, лепимектин и мильбемектин;

А8) миметики ювенильного гормона, такие как гидропрен, кинопрен, метопрен, феноксикуарб и пирипроксифен;

35 А9) селективные блокаторы питания равнокрылых, такие как пиметрозин, флоникамид и пирифлуквиназон;

А10) ингибиторы роста клещей, такие как клофентезин, гекситиазокс и этоксазол;

А11) ингибиторы митохондриальной АТФ-синтазы, такие как диафентиuron, фенбутатин оксид и пропаргит; разобщители окислительного фосфорилирования, такие

40 как хлорфенапир;

А12) блокаторы никотиновых ацетилхолиновых рецепторов, такие как бенсултап, картап гидрохлорид, тиоциклам и тиосултап натрий;

А13) ингибиторы биосинтеза хитина типа 0 из класса бензоилмочевины, включая в себя бистрифлурон, дифлубензурон, флуфеноксурон, гексафлумурон, луфенурон,

45 новалурон и тефлубензурон;

А14) ингибиторы биосинтеза хитина типа 1, такие как бупрофезин;

А15) ингибиторы линьки, такие как циромазин;

А16) агонисты рецептора эcdизона, такие как метоксифенозид, тебуфенозид,

галофенозид и хромафенозид;

А17) агонисты рецепторов октопамина, такие как амитраз;

А18) ингибиторы митохондриального комплекса транспорта электронов пиридабен, тебуфенпирад, толфенпирад, флуфенерим, циенопираfen, цифлуметофен, гидраметилнон, 5 ацехиноцил или флуакрипирам;

А19) блокаторы потенциалзависимых натриевых каналов, такие как индоксакарб и метафлумизон;

А20) ингибиторы синтеза липидов, такие как спиродиклофен, спиромезифен и спиротетрамат;

10 А21) модуляторы рецепторов рианодина из класса диамидов, включая в себя флубендиамид, соединения фталамида (R)-3-хлор-N1-{2- метил-4-[1,2,2,2-тетрафтор-1-(трифторметил)этил]фенил}-N2-(1-метил-2-метилсульфонилэтап)фталамид и (S)-3-хлор-N1-{2-метил-4-[1,2,2,2 - тетрафтор-1-(трифторметил)этил]фенил}-N2-(1- метил-2-метилсульфонилэтап)фталамид, хлорантранилипирол и циантранилипирол<sup>‡</sup>;

15 А22) соединения неизвестного или неопределенного типа действия, такие как азадирактин, амидофлумет, бифеназат, флуенсульфон, пиперонил бутоксид, пиридалил, сульфоксафлор; или

20 А23) модуляторы натриевых каналов из класса пиретроидов, включая в себя акринатрин, аллетрин, бифентрин, цифлутрин, λ-цигалотрин, циперметрин<sup>‡</sup>, α-циперметрин, β-циперметрин, ζ-циперметрин, δ-метрин, эсфенвалерат, этофенпрокс, фенпропатрин, фенвалерат, флуцитринат, τ-флувалинат, перметрин, силафлуофен и траплометрин.

25 В одном из вариантов осуществления пиретроид выбран из группы, состоящей из бифентрина, зета-циперметрина, α-циперметрина, перметрина, λ-цигалотрина и тефлутрина. По меньшей мере, в одном варианте осуществления пиретроид может присутствовать в количествах в диапазоне от 25% до 60% вес/вес. В одном из вариантов осуществления количества бифентрина составляет между 35 и 50% вес/вес.

30 В еще одном варианте осуществления форма по данному изобретению может также содержать противовспенивающий агент и агент, образующий поры.

Составы по данному изобретению могут также включать диспергирующие вещества, модификатор вязкости, модификаторы pH и (или) консерванты, выбор которых известен специалистам в данной области техники по формированию дисперсий, суспоэмulsionий и других сходных продуктов.

35 Подходящие диспергирующие вещества включают неионные и (или) ионные вещества, например, из классов спирт-POE и (или) -POP эфиров, кислот и (или) POP POE эфиров, алкиларилов и (или) POP POE эфиров, жир и (или) аддукты POP POE, POE- и (или) производные POP-полиолов, POE- и (или) POP-сорбитана или аддукты сахара, алкил или арил сульфаты, алкил или арилсульфонаты и алкил или арилфосфаты или 40 соответствующие PO-эфирные аддукты, и их смеси. Алкил полигликозиды и фосфатэфиры являются предпочтительными диспергирующими веществами.

Подходящие консерванты включают, но не ограничиваются ими, C12-C15 алкилбензоаты, алкил р-гидроксибензоаты, экстракт алоэ лекарственного, аскорбиновую кислоту, бензалкония хлорид, бензойную кислоту, эфиры бензойной кислоты с C9-15 спиртами, бутилированный гидрокситолуол, бутилированный гидроксианизол, трет-бутилгидрохинон, касторовое масло, цетиловый спирт, хлоркрезол, лимонную кислоту, масло какао, кокосовое масло, диазолидинил мочевину, дизопропиладипат, диметил полисилоксан, DMDM гидантоином, этанол, этилендиаминтетрауксусную кислоту, жирные кислоты, жирные спирты, гексадециловый спирт, эфиры гидроксибензоата,

йодопропинил бутилкарбамата, изононил изо-нонаноата, масло жожоба, ланолиновое масло, минеральное масло, олеиновую кислоту, оливковое масло, парабены, полизэфиры, бутиловый эфир полиоксипропилена, цетиловый эфир полиоксипропилена, сорбатом калия, пропилгллатом, силиконовое масло, пропионат натрия, бензоат

5 натрия, бисульфит натрия, сорбиновую кислоту, стеариновую жирную кислоту, двуокись серы и их производные, эфиры, соли и смеси. Предпочтительные консерванты включают натрий о-фенилфенат, 5-хлоро-2-метил-4-изотиазолин-3-он, 2-метил-4-изотиазолин-3-он, KATHON® и 1,2-бензизотиазолин-3-он.

Подходящие агенты, модифицирующие вязкость, включают, но не ограничиваются

10 глицерин, KELZAN®, каррагенан, ксантановую камедь, гуаровую камедь, гуммиарабик, трагакантовую камедь, полиэтиленоксид, альгинин, аттапульгитовые глины, смектитовые глины и алгинат натрия. Ксантановая камедь является особенно предпочтительной. Общая концентрация агентов, повышающих вязкость состава, составляет 0,01% и 15% в расчете на общий вес состава, более предпочтительно - 0,1-  
15 5% (вес/вес).

Подходящие регуляторы pH включают уксусную кислоту, соляную кислоту, лимонную кислоту, фосфорную кислоту, буферы и подобное.

В более предпочтительном варианте осуществления микрокапсулы представляют собой структуру «оболочка-сердцевина», содержащую пиретроид, такой как бифентрин, 20 и подходящую комбинацию растворителя и растительного масла. В данном варианте осуществления оболочки микрокапсулы состоит из полимочевины, которая образуется посредством способа эмульсионной полимеризации и поперечной сшивки с этениловым эфиром уксусной кислоты. Поперечно-сшивающий агент представляет собой этениловый эфир уксусной кислоты (поливиниловый спирт и поливинилацетат). По меньшей мере, 25 другим аспектом такого варианта осуществления является обеспечение снижения пероральной токсичности, что улучшает безопасность пользователя.

В уровне техники описаны различные способы получения полимерных микрокапсул. Такие способы включают экстракцию растворителями, инкапсулирование расплава, выпаривание растворителя и высушивание распылением. В предпочтительном варианте 30 осуществления микрокапсулы согласно настоящему изобретению получают, следуя основным стадиям: (1) приготовление фазы органической смеси путем смешивания агрехимических препаратов с выбранными растворителями/маслами, (2) приготовление эмульсии с использованием выбранных поверхностно-активных веществ, мономеров и других добавок, (3) добавление мономеров для активации межфазной полимеризации, 35 (4) и обеспечение протекания межфазной полимеризации в течение достаточного количества времени, предпочтительно в интервале между 5 и 24 часами при заданной температуре и значении pH от 2 до 5. Согласно другому аспекту настоящего изобретения межфазная полимеризация протекает при температуре в диапазоне от 25 до 65°C. В более предпочтительном варианте осуществления межфазная полимеризация протекает 40 в при температуре в диапазоне от 45 до 60°C.

По меньшей мере, в еще одном варианте осуществления загрузка бифентрином может составить от 5% до около 48%. В предпочтительном варианте осуществления бифентрин в готовом продукте может присутствовать в количествах примерно 10%, 20%, 30%, 40%, 50% или 60%. Еще один объект данного изобретения - целевое количество 45 загружаемого бифентрина составляет в от около 300 до около 600 грамм активного ингредиента на литр.

По меньшей мере, в одном представленном варианте осуществления органическую смесь получают путем смешивания расплавленного технического бифентрина с

предварительно заданным количеством кукурузного масла, растворителем Aromatic 200 ND и PAPI® 27, и содержания смеси в термокамере (65°C) перед гомогенизацией. Подобным образом водную смесь получают растворением заданных количеств REAX® 88B, SELVOL® 24-203 и KELZAN® S в деионизированной воде, и хранения смеси в 5 термокамере (при 65°C). Затем получают аминовый раствор путем смешивания заданного количества, например, 1,6-гександиамина в деионизированной воде. Продукт затем может подвергаться гомогенизации в гомогенизаторе Polytron PT6100 и диспергирован в PT-DA3030-6060 агрегатах путем медленного перевода органической смеси (Фаза I) в водную смесь (Фаза II), гомогенизации при 19К об/мин в течение 2 10 минут. На следующей стадии, смесь капсулы переносят в реактор, снабженный рубашкой (температура установлена на 52°C). Затем начинают перемешивать смесь при 200 об/мин, и медленно (капля за каплей) добавлять аминовый раствор (Фаза III) в смесь в реакторе. Перемешивание смеси должно продолжаться в течение 5 часов при 52°C, 15 затем температуру водяной бани устанавливали на уровне комнатной температуры и продолжают перемешивание в течение 3 часов. Затем доводят pH до нейтрального значения с помощью 85% фосфорной кислоты или уксусной кислоты. Далее добавляют другие ингредиенты, такие как проксель GXL и Kelzan S (2%)/вода, чтобы установить вязкость и активную загрузку до желаемого уровня. В одном из вариантов осуществления соотношения Бифентрин: Кукурузное масло:Aromatic 200ND, составляют 20 соответственно, 81,5%:13,5%:4%, тогда как в другом варианте осуществления соотношение находятся в диапазоне 87%:7,6%:5,4%.

В еще одном варианте осуществления данное изобретение предоставляет способы протравливания семян, чтобы защитить их от насекомых и, возможно, других сельскохозяйственных вредителей, по меньшей мере, одно преимущество по данному 25 изобретению может быть реализовано в отношении его вредного воздействия на окружающую среду и оборудование. Специалисты уровня в данной области техники могут понимать, что бифентрин и другие инсектициды повреждают оборудование вследствие накопления ингредиента на таком оборудовании. Этот недостаток ухудшает эффективность. Специалистам в данной области техники, исходя из общего уровня 30 знаний, понятно, что инкапсулированный бифентрин, в отличие от обычного суспензионного концентрата, способствует снижению его количества, накапливающегося на обрабатывающем оборудовании (см. Фиг. 5 (A)-(B)). В этом отношении такое преимущество обеспечивает существенную эффективность работы.

В еще одном варианте осуществления данное изобретение может быть использовано 35 для защиты таких сельскохозяйственных культур, как пшеница, кукуруза, ячмень, бобовые, злаковые, цитрусовые, какао, кокосовые орехи, кофе, кукуруза\*, хлопок, лубяные культуры, цветы, кормовые растения\*\*, лесные растения, земляной орех, арахис, хмель, садово-огородные растения, неназемные растения, масличная пальма, масличный рапс, горох, яблоки, картофель, рис, косточковые, пряности, сахарный 40 тростник, подсолнечник, чай, табак, томаты, лесные орехи, газоны, овощные растения, вьющиеся растения и виноград и подобное.

По меньшей мере, в еще одном варианте осуществления данное изобретение обеспечивает превосходные результаты по токсичности по сравнению с аналогичными 45 традиционными суспензиями. В качестве такового, заявленный способ микроинкапсулирования позволяет снизить токсичность состава, улучшая таким образом характеристики безопасности не только для пользователя, но и для местной окружающей среды.

По меньшей мере, в еще одном варианте осуществления данное изобретение позволяет

доставлять продукты с более высоким содержанием активного ингредиента по сравнению с другими полимеринкапсулирующими инсектицидными продуктами. Специалистам в данной области техники понятно, что такие признаки обеспечивают дополнительные преимущества в операциях по обработке семян и существенно снижают требования к упаковке.

По меньшей мере, еще один объект данного изобретения - это предоставление семя с покрытием, которое содержит семя и покрытие, причем покрытие представляет собой множество микрокапсул, где каждая микрокапсула содержит внешнюю полимерную оболочку, инкапсулирующую сердцевину, содержащую активный ингредиент. В

10 предпочтительном варианте осуществления такой активный ингредиент представляет собой пиретроид, такой как бифентрин. В более предпочтительном варианте осуществления семена с покрытием по данному изобретению покрыты микрокапсулами, имеющими наружную полимерную оболочку, содержащую, по меньшей мере, один полимер, выбранный из группы, состоящей из полимочевин, полиуретанов, полiamидов

15 и полиэфиров.

В еще одном варианте осуществления семена с покрытием по данному изобретению имеют внешнюю оболочку, изготовленную из полимочевины. В еще одном варианте осуществления семена с покрытием по данному изобретению покрыты микрокапсулами, имеющими активный ингредиент, растворитель и (или) масло в сердцевине. В еще одном

20 варианте осуществления растворитель представляет собой органический растворитель, выбранный из группы, состоящей из нефти (Aromatic 200 ND), или другого гидрофобного растворителя, а форма покрытия содержит также (a) сорасторитель; (b) эффективное количество изоцианата; (c) диспергирующее вещество; (d) поливиниловый спирт; (e)

25 агенты, модифицирующие вязкость, (f) противовспенивающий агент (такой как смесь силиконовой эмульсии); (g) биоцид (такой как 1,3-бензизотиазол-3-он); (h) амин; и (i) модifikator pH.

Композиции и способы по данному изобретению далее проиллюстрированы нижеследующими примерами. Эти примеры служат исключительно для иллюстрации конкретных вариантов осуществления данного изобретения и не направлены на

30 ограничение сферы данного изобретения каким-либо образом. Дальнейшие модификации, охватываемые раскрытием данного изобретения, понятны специалистам в данной области техники. Все такие модификации признаются находящимися в сфере данного изобретения, как определено данным описанием и формулой изобретения.

## ПРИМЕРЫ

35 Пример 1. Способы получения микроинкапсулированных составов с высокой загрузкой бифентрина.

В Табл. 1 представлен состав микрокапсул описанных выше с высокой загрузкой. Способ получения микрокапсул с высокой загрузкой осуществляют согласно следующим стадиям: (1) получение фазы органической смеси смещиванием сельскохозяйственных 40 препаратов с выбранными растворителями/маслами, (2) получение эмульсии с использованием выбранных поверхностно-активных веществ, мономеров и других добавок, (3) добавление мономеров для активации межфазной полимеризации, (4) и обеспечение протекания межфазной полимеризации в течение 2-24 часов при заданных температуре и pH.

45 Стадия А- Получение органической фазы

35-48% вес/вес технического бифентрина смешивали с 6,4% кукурузного масла, 2,7% растворителя Aromatic 200 ND (нефть, тяжелая ароматическая, обедненная нафталином) и 2,0% полиметилен полифенил изоцианата, содержащего 4, 4' Метилен бисфенил

изоцианат. Смесь держали в печи при температуре 65°C перед гомогенизацией. Все измерения веса представлены в процентах по весу (% вес/вес).

Стадия В - Получение водной смеси

1,1% вес/вес высокосульфонированного крафт-лигнина (REAX® 88B) размешивали

5 блендером на высокой скорости, 0,8% SELVOL® 24-203 и 0,05% KELZAN® S растворяли в деионизированной воде (D.I.) и содержали в печи при температуре 65°C.

Стадия С- Гомогенизация смеси

Водную смесь и органическую смесь медленно смешивали в гомогенизаторе Polytron PT6100 и PT-DA3030-6060, диспергируя агрегаты при 19К об/мин в течение 2 минут.

10 Стадия D- обработка после гомогенизации.

Затем смесь переносили в реактор с рубашкой при температуре, установленной на 52°C, и перемешивали при 200 об/мин. Аминовую смесь около 70% 1,6-гексадиамина с DI водой медленно добавляли к перемешивающейся смеси. Смесь перемешивали

15 непрерывно при температуре 52°C в течение, по меньшей мере, 2 часов. Затем доводили pH смеси до нейтрального значения (около pH=7) 85% фосфорной кислотой или уксусной кислотой. Добавляли в воду ксантановую камедь (2% раствор в воде, содержащий 0,5% 1,3-бензизотиазол-3-он биоцид), чтобы установить вязкость и загрузку активного компонента до желаемого уровня.

Таблица 1. Пример формы микроинкапсулированного состава бифентрина с высокой 20 загрузкой.

Ингредиенты	Химическое наименование	Процент
Бифентрин	(2-метил[1,1'-бифенил]-3-ил)метил 3-(2-хлоро-3,3,3-трифторо-1-пропенил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат	39,67%
Кукурузное масло	Растительное масло	6,4%
Aromatic 200ND	Растворитель (нефть), обедненная тяжелым ароматическим лигроином	2,7%
Полимерный изоцианат (PAPI® 27)	Полиметилен полифенил изоцианат, содержащий 4,4' метилен бисфенил изоцианат	2,0%
REAX® 88B	Лигносульфоновая кислота, натриевая соль, сульфометилированная	1,1%
SELVOL® 24-203	Этеноловый эфир уксусной кислоты, полимер с этенолом, 24%	0,8%
KELZAN® S	Ксантановая камедь	0,05%
Противовспениватель Dow Corning 1520	Силиконовая эмульсия, смесь	0,05%
PROXEL® GXL	1,3-бензизотиазол-3-он, смесь	0,03%
Гексаметилендиамин	1,6-гександиамин, 70%	1,8%
Фосфорная кислота	Фосфорная кислота, 85%	0,8%
Вода	Добавить сколько нужно до 100%	(44,6%)
Всего		100%

Дополнительные составы приготавливали таким же образом, как в Стадиях A-D Примера 1 и суммировали в Табл. 2 и 3 ниже. Табл. 2 и 3 суммируют различные химические и физические свойства этих составов.

40 Таблица 2. Физические и химические свойства микроинкапсулированного состава бифентрина с высокой загрузкой.

Партия #	G-145	G-147	G-001	G-003
pH установлен	50%/100% уксусной кислотой	100% уксусной кислотой	85% фосфорной кислотой	85% фосфорной кислотой
% мономера	2%	2%	2%	3%
pH	7,5	7,8	7,7	7,1
Растворитель/масло в сердцевине		Нет		Уменьшен
Толщина стенки оболочки		Тонкая 1x		Средняя 1,5x

5	Анализ AI (заключительный) % вес/вес	40,3%	39,8%	40,2%	40,2%
	Плотность г/см <sup>3</sup>	1,0906	1,0992	1,0975	1,1037
	Загрузка, А.И. г/л	440	437	441,2	444
	Размер частиц D90	3,4	4,9	3,9	3,9
	(Форма) D50	2,0	2,5	2,1	2,3
	Вязкость @5 об/мин	1080-1120	1320	3080	2560-2640

Таблица 3.

Партия #	G-132	G-127	G-320	G-284
Растворитель/масло в сердцевине	Да	Да	Уменьшен	Уменьшен
Толщина стенки оболочки	Тонкая 1х	Толстая 2х	Тонкая 1х	Тонкая 1х
pH	6,07	6,51	7,69	7,10
Анализ AI (заключительный)	% вес/ вес	40,0%	35,7%	37,4%
Плотность	г/см <sup>3</sup>	1,0787	1,0851	1,0878
Загрузка, А.И.	г/л	431	387	407
Размер частиц	D90	2,6	4,6	15
(Форма)	D50	1,6	2,3	8,2
				8,0

**Оценка параметров токсичности**

Как показано в Табл. 4 ниже, экспресс-анализ токсичности показывает, что микроинкапсулированный бифентрин уменьшает LD50 пероральной токсичности состава бифентрина с высокой загрузкой, что обеспечивает значительные преимущества для потребителей и при промежуточном хранении.

Таблица 4. Результаты исследования токсичности.

	Бифентрин SC (концентрированная суспензия)	Бифентрин CS (суспензия микрокапсул)
Раздражение глаз	Умеренное раздражение. III категория опасности согласно Управлению по охране окружающей среды (EPA)	Умеренное раздражение. III категория опасности EPA
Раздражение кожи	Умеренное раздражение. IV категория опасности EPA	Раздражение отсутствует IV категория опасности EPA
Полуле-тальная доза при попадании на кожу LD <sub>50</sub>	> 2000 мг/кг - существенные фармакотоксические признаки. 1 из 3 животных погибло. III категория опасности EPA	> 2000 мг/кг. III категория опасности EPA
Полуле-тальная пероральная доза LD <sub>50</sub>	< 500 мг/кг. 2 из 3 животных погибло. I или II категория опасности EPA	> 500 мг/кг. III категория опасности EPA

Пример 2: Влияние обработки семян бифентрином на повреждение личинок насекомых и жука-щелкуна на яровой пшенице

Исходно композицию для обработки семян в качестве контрольной обработки готовили путем разбавления фунгицида в воде и суспендированного до 325 мл на 100 кг и использовали одновременно с инсектицидом, также разбавленным до 325 мл/100 кг суспензии. Исключение составил CRUISER®, который был перемешан в резервуаре и разбавлен водой до финальной суспензии 325 мл/100 кг. Семена обрабатывали с помощью протравливателя Nege. Инкапсулированный бифентрин при 400 г/л и инкапсулированный карбосульфан при 550 г/л затем сравнивали по эффективности обработки семян по сравнению с не инкапсулированными и другими коммерчески сравнимыми продуктами. Дозы и протестированные формы представлены в данном документе ниже в Табл. 5.

Таблица 5. Тестовые обработки.

Обработка №	Название вещества, которым велась обработка	Концентрация формы	Единица формы	Тип формы	Доза	Размерность оценки
-------------	---------------------------------------------	--------------------	---------------	-----------	------	--------------------

	1	DIVIDEND EXTREME TEBUSTAR 250 ST TOPSIN 4,5FL	115 300 540	г/л г/л г/л	FS FS SC	130 3 18,2	мл/100кг мл/100 кг мл/100 кг
5	2	Контроль с фунгицидом Бифентрин FL				141,2 50	мл/100 кг мл/100 кг
	3	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный бифентрин				141,2 50	мл/100 кг мл/100 кг
	4	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный бифентрин				141,2 75	мл/100 кг мл/100 кг
	5	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный бифентрин				141,2 120	мл/100 кг мл/100 кг
10	6	Контроль с фунгицидом CRUISER	600	г/л	FS	141,2 83	мл/100 кг мл/100 кг
	7	Контроль с фунгицидом CRUISER	600	г/л	FS	141,2 17	мл/100 кг мл/100 кг
	8	Контроль с фунгицидом CRUISER Бифентрин FL	600	г/л	FS	141,2 17 50	мл/100 кг мл/100 кг мл/100 кг
15	9	Контроль с фунгицидом CRUISER Бифентрин FL	600	г/л	FS	141,2 17 50	мл/100 кг мл/100 кг мл/100 кг
	10	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный карбосульфан				141,2 18	мл/100 кг мл/100 кг
	11	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный карбосульфан				141,2 45	мл/100 кг ml/100 kg
	12	Контроль с фунгицидом Инкапсулированный карбосульфан				141,2 90	мл/100 кг мл/100 кг

20 Семена, обработанные инкапсулированным и неинкапсулированным [материалом] сравнивали между собой на делянках типа суглинка площадью 0,011 акров Milford Silt в полевом эксперименте. Семена, протравленные инкапсулированным и неинкапсулированным материалом, также сравнивали с необработанными семенами в тех же условиях. В ходе полевого эксперимента 24 семени на фут борозды (приблизительно 110 фунтов семян на акр) высаживали на глубину 1 дюйма.

25 Тестирование проводили на *Triticum aestivum* (яровая пшеница).

Эффективность соответствующих тестируемых продуктов затем измеряли на жук-щелкуне и личинках хруща при норме применения бифентрина 50, 75 и 120 и норме карбосульфана 18, 45 и 90. Оценка всех протравленных инсектицидами семян показала, что она существенно выше по сравнению с контрольной обработкой фунгицидом.

Нижеследующие Табл. 6, 7 и 8 предоставляют детали, относящиеся к конкретным полевым результатам.

Таблица 6. Измерения количества растений и фитотоксичности для каждой обработки.

	Сельскохозяйственный вредитель	Насекомое	Насекомое	Насекомое	Насекомое	Насекомое
35	Научное название сельскохозяйственного вредителя	Agriotes spars	Agriotes spars	Agriotes spars	Agriotes spars	Agriotes spars
	Название сельскохозяйственного вредителя	Личинка западного жука-щелкуня	Личинка западного жука-щелкуня	Личинка западного жука-щелкуня	Личинка западного жука-щелкуня	Личинка западного жука-щелкуня
40	Научное название сельскохозяйственного растения	Triticum aesti	Triticum aesti	Triticum aesti	Triticum aesti	Triticum aesti
	Название сельскохозяйственного растения	Яровая пшеница	Яровая пшеница	Яровая пшеница	Яровая пшеница	Яровая пшеница
	Тип наблюдения:	Количество растений	Количество растений	Количество растений	Количество растений	Фитотоксичность
45	Обработка №	Обработка Доза Применение Название Единица дозы Код	1	2	3	4
	1	DIVIDEND EXTREME 130 мл/100 кг TEBUSTAR 250 ST 3 мл/100 кг TOPSIN 4,5FL 18,2 мл/100 кг	57,4	1219680	2988216	72,9
						0,0

2	Контроль 141,2 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	67,3	1428768	3500482	85,4	0,0
3	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 50 мл/100 кг	72,2	1533312	3756615	91,7	0,0
4	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 75 мл/100 кг	73,8	1568160	3841992	93,8	0,0
5	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 120 мл/100 кг	73,8	1568160	3841992	93,8	0,0
6	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг	69,7	1481040	3628548	88,6	0,0
7	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 83 мл/100 кг	73,8	1568160	3841992	93,8	0,0
10	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	76,3	1620432	3970059	96,9	0,0
11	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 50 мл/100 кг	74,6	1585584	3884681	94,8	0,0
10	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 18 мл/100 кг	73,8	1568160	3841992	93,8	0,0
11	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 45 мл/100 кг	75,5	1603008	3927370	95,9	0,0
12	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 90 мл/100 кг	75,5	1603008	3927370	95,8	0,0
	LSD (P=.10)	4,06	86564,1	212082,4	5,17	0,00
	Standard Deviation	3,39	72139,2	176741,2	4,31	0,00
20	CV	4,71	4,72	4,72	4,72	0,0

Таблица 7. Измерение качества роста и всхожести.

Тип вредителя		Насекомое	Насекомое	Насекомое	Насекомое	Насекомое
Научное название вредителя		Agriotes spars				
Название вредителя		Личинка западного жука-щелкуна				
Научное название растения		Triticum aest				
Название растения		Яровая пшеница				
Тип наблюдения:		Качество роста растения	Всхожесть	Всхожесть	Всхожесть	Всхожесть
Обработка №	Обработка Доза Применение Название Единица дозы Код	6	7	8	9	10
1	DIVIDEND EXTREME 130 мл/100 кг TEBUSTAR 250 ST 3 мл/100 кг TOPSIN 4,5FL 18,2 мл/100 кг	6,0	56,6	1202256	2945528	71,9
2	Контроль 141,2 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	8,0	61,5	1306800	3201660	78,1
3	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Бифентрин 50 мл/100 кг	8,5	73,0	1550736	3799304	92,7
4	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Бифентрин 75 мл/100 кг	9,0	75,5	1603008	3927370	95,9
5	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Бифентрин 120 мл/100 кг	9,0	74,7	1585584	3884681	94,8
6	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг	8,5	68,1	1446192	3543171	86,5
7	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 83 мл/100 кг	8,5	68,9	1463616	3585859	87,5
8	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	9,0	73,0	1550736	3799304	92,7
9	Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Инкапсулир. Бифентрин 50 мл/100 кг	9,5	75,5	1603008	3927370	95,8

10	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Карбосульфан 18 мл/ 100 кг	8,5	70,6	1498464	3671237	89,6
11	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Карбосульфан 45 мл/ 100 кг	9,0	70,6	1498464	3671237	89,6
12	Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсулир. Карбосульфан 90 мл/ 100 кг	9,0	73,8	1568160	3841992	93,8
	LSD (P=,10)	1,18	5,18	109994,9	269487,6	6,58
	Standard Deviation	0,99	4,32	91665,4	224580,4	5,48
	CV	11,54	6,15	6,15	6,15	6,15

10 Таблица 8. Измерения урожая, плотности и повреждения у насекомых.

Научное название вредителя				Agriotes spars	Trochalus poli
Название вредителя				Western wirewo	White grub
Научное название растения	Triticum aest	Triticum aest	Triticum aest	Triticum aest	Triticum aest
Название растения	Яровая пше- ница	Яровая пшени- ца	Яровая пшени- ца	Яровая пшеница	Яровая пшеница
Тип наблюдения:	Урожай бу- шель/акр	Урожай кг/га	Плотность	Повреждения у насе- комых %	Повреждения у насекомых %
Обработ- ка №	Обработка Доза Применение Название Единица дозы Код	11	12	13	14
20	1 DIVIDEND EXTREME 130 мл/ 100 кг TEBUSTAR 250 ST 3 мл/100 кг TOPSIN 4.5FL 18,2 мл/100 кг	31,1	2056	57,2	18,3
20	2 Контроль 141,2 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	33,6	2223	54,7	14,8
25	3 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 50 мл/100 кг	37,8	2504	58,1	8,8
25	4 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 75 мл/100 кг	40,4	2677	58,3	7,8
30	5 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 120 мл/ 100 кг	41,7	2762	58,4	4,8
30	6 Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг	34,8	2193	58,0	12
35	7 Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 83 мл/100 кг	33,1	2193	58,1	10,3
35	8 Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Бифентрин FL 50 мл/100 кг	39,1	2587	58,3	7,0
35	9 Контроль 141,2 мл/100 кг CRUISER 17 мл/100 кг Инкапсул. Бифентрин 50 мл/100 кг	40,0	2652	58,4	7,0
40	10 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 18 мл/ 100 кг	36,5	2416	57,9	7,5
40	11 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 45 мл/ 100 кг	40,4	2672	58,0	10,0
40	12 Контроль 141,2 мл/100 кг Инкапсул. Карбосульфан 90 мл/ 100 кг	40,7	2694	58,0	6,0
	LSD (P=,10)	2,22	147,2	0,23	3,4
	Стандартное отклонение	1,85	122,7	1,22	2,83
	CV	4,95	4,95	81,24	28,79
					81,24

45 Первая величина представлена четырьмя разными элементами, которые все преобразованы из единственной величины. Все обработки семян инсектицидами были существенно более эффективными по сравнению с фунгицидом. Прорастание было заметно уменьшено вследствие того, что питались жуки-щелкуны.

Вторая величина представлена четырьмя разными элементами, которые все преобразованы из единственной величины. Все обработки семян инсектицидами были существенно более эффективными по сравнению с контролем с фунгицидом за исключением жидкого Бифентрина. Обработки 2 и 3 содержат идентичные нагрузки

5 Бифентрином, наносимым на семена. Наблюдающаяся разница может возникать вследствие преимущества инкапсулирования или того, что жидккая [форма] имеет худшее покрытие семян вследствие плохих качеств формы. Прорастание опять-таки было заметно уменьшено вследствие того, что питались жуки-щелкуны.

Затем качество роста растений было определено в первой временной точке оценки.

10 Все обработки семян инсектицидом были более эффективны, чем контроль с фунгицидом. Во второй временной точке оценки качество роста растений было лучше при всех обработках семян инсектицидом за исключением Обработки 2 (жидкий бифентрин) и обработка 6 (малая доза тиаметоксама 10 г AI/100 кг) во второй временной точке оценки.

15 Обработка 2 и Обработка 10 давали меньшее повреждение вследствие питания жука-щелкунов, чем с фунгицидом, но также предоставляли более низкий уровень защиты, чем при других обработках. Минимальные повреждения имели место при [использовании] инкапсулированного Бифентрина (50 г AI/100 кг).

Обзор результатов показывает, что Обработка 2 и Обработка 10 давали меньшее повреждение, чем с фунгицидом, но также предоставляли более низкий уровень защиты, чем при других обработках. Минимальные повреждения наблюдались при максимальной загрузке инкапсулированного Бифентрина (50 г AI/100 кг).

Результаты также подчеркивают, что повреждения вследствие питания личинок были в целом небольшими, однако, максимальное численное уменьшение вызывалось 25 бифентрином в его максимальной дозе, карбосульфаном в максимальной дозе и тиамтоксамом с бифентрином.

Все обработки семян инсектицидом, за исключением форм малых доз жидкого бифентрина (Обработка 2) увеличивали натурную массу. Растения, менее жизнеспособные вследствие питания [личинок], могут давать более легкие семена 30 (меньшего веса).

Все обработки семян инсектицидом за исключением Обработки 2 приводили к существенно большему урожаю, чем в контроле с фунгицидом. [Применение] Бифентрина (50 г AI/100 кг) дает превосходный урожай по сравнению с Обработками 2, 3, 6, 7 и 10. Эта доза Бифентрина дает превосходный урожай по сравнению с такой же загрузкой активного вещества тиаметоксама. Минимальная доза карбосульфана давала меньший урожай по сравнению с большими дозами. Это исследование подтверждает пользу высокой дозы 50 г AI/100 кг Бифентрина, дающей превосходную защиту по сравнению с 30 г AI/100 кг. Наконец, ни при какой из обработок не наблюдалось симптомов фитотоксичности.

40 Соответственно результатам этого эксперимента, отдельная форма инкапсулированного Бифентрина по данному изобретению предоставляет защиту, равную или превосходящую таковую таметоксама. Напротив, жидккая форма Бифентрина предоставляет меньшую защиту по сравнению с инкапсулированной формой по неизвестной причине. По меньшей мере, одно преимущество 45 инкапсулированной формы состоит в том, что она доставляет обработчику растений меньше затруднений по сравнению с жидккой формой, которая демонстрирует больше трудностей для обработчика. Это наблюдение подкрепляет вывод, что [в последнем случае] достигаются меньшие финальные дозы на семенах, чем с

микроинкапсулированной формой. Независимо от этого, обычным специалистам в данной области техники понятен факт, что инкапсулированная форма по данному изобретению дает превосходную эффективность.

Обычные специалисты в данной области техники могут проводить модификации

<sup>5</sup> данного изобретения, описанного в этой спецификации. Все такие изменения и модификации, которые находятся в [сфере] духа данного изобретения, должны быть включены в формулу.

### (57) Формула изобретения

<sup>10</sup> 1. Инсектицидная композиция, содержащая множество микрокапсул, где каждая микрокапсула содержит наружную полимерную оболочку, инкапсулирующую сердцевину, содержащую инсектицид, где инсектицид представляет собой бифентрин, который присутствует в композиции в пределах от примерно 300 до примерно 600 г/л.

<sup>15</sup> 2. Композиция по п. 1, в которой указанные микрокапсулы представляют собой многослойные микрокапсулы.

3. Композиция по п. 1, в которой наружная полимерная оболочка содержит, по меньшей мере, один полимер, выбранный из группы, состоящей из полимочевин, полиуретанов, полиамидов и полиэфиров.

<sup>20</sup> 4. Композиция по п. 1, в которой сердцевина, кроме того, содержит активный ингредиент, растворитель и /или масло.

5. Композиция по п.4, кроме того, содержащая (a) со-растворитель; (b) эффективное количество изоцианата; (c) диспергирующее вещество; (d) поливиниловый спирт; (e) агенты, модифицирующие вязкость; (f) противовспенивающий агент; (g) биоцид; (h) амин; и (i) регулятор pH.

<sup>25</sup> 6. Композиция по п.5, в которой указанное диспергирующее вещество представляет собой соль лигносульфоната.

7. Композиция по п.5, в которой указанный поливиниловый спирт присутствует в количестве в диапазоне от примерно 0,05% до примерно 2% вес/вес.

<sup>30</sup> 8. Композиция по п. 2, в которой микрокапсулы имеют диаметр в диапазоне между 0,1-1000 мкм.

9. Композиция по п.8, в которой, по меньшей мере, 90% микрокапсул имеют диаметр в диапазоне от 2 до 10 мкм.

<sup>35</sup> 10. Способ получения инсектицидной микрокапсулной композиции с высоким содержанием инсектицида в микрокапсule, где инсектицид представляет собой бифентрин, который присутствует в композиции в пределах от примерно 300 до примерно 600 г/л,

включающий стадии

<sup>40</sup> (а) смешивания сельскохозяйственного химиката с органическим растворителем, по меньшей мере, одним мономером и маслом для получения смешанной органической фазы,

(б) растворения натриевой соли, поливинилового спирта и загустителя в водном растворе с образованием водной фазы,

(с) гомогенизации органической фазы с водной фазой в гомогенизаторе и обеспечения протекания межфазной полимеризации в течение, по меньшей мере, 24 часов.

<sup>45</sup> 11. Способ защиты семян и растущих растений от вредителей, включающий: (а) нанесение композиции на семена, где композиция содержит множество микрокапсул, содержащих полимерную оболочку и инкапсулированную сердцевину, по меньшей мере, с бифентрином, где бифентрин присутствует в пределах от примерно 300 г/л до

примерно 600 г/л.

12. Композиция покрытия семян, содержащая водный раствор и множество микрокапсул, где каждая из указанных микрокапсул содержит сердцевину, включающую масляную фазу, содержащую инсектицид, где инсектицид представляет собой бифентрин, 5 который присутствует в композиции в пределах от примерно 300 г/л до примерно 600 г/л,

и полимерную оболочку, окружающую упомянутое масло, где полимерная оболочка содержит, по меньшей мере, один полимер, выбранный из группы, состоящей из полимочевин, полиуретанов, полиамидов и полиэфиров.

10 13. Семя с покрытием, содержащее семя и покрытие, где указанное покрытие содержит множество микрокапсул, причем каждая микрокапсула содержит наружную полимерную оболочку, инкапсулирующую сердцевину, содержащую пиретроид, где пиретроид представляет собой бифентрин, который присутствует в концентрации в пределах от примерно 300 г/л до примерно 600 г/л.

15 14. Семена с покрытием по п.13, где микрокапсула также содержит (a) со- растворитель; (b) эффективное количество изоцианата; (c) диспергирующее вещество; (d) поливиниловый спирт; (e) агенты, модифицирующие вязкость, (f) противовспенивающий агент; (g) биоцид; (h) амин; и (i) регулятор pH.

20

25

30

35

40

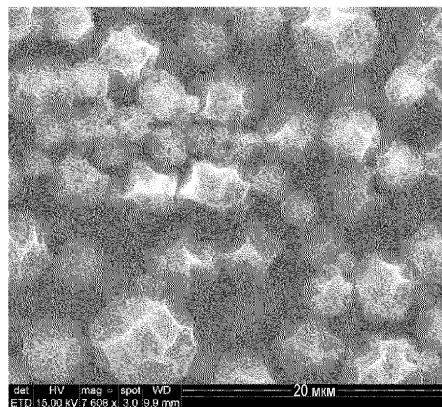
45

1

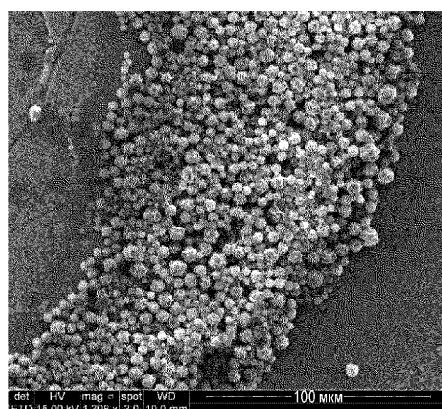
536263

1/9

ФИГ. 1А

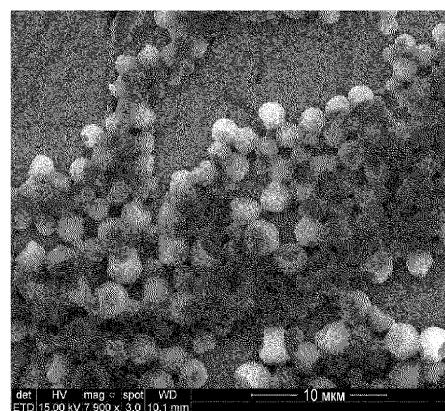


ФИГ. 1В

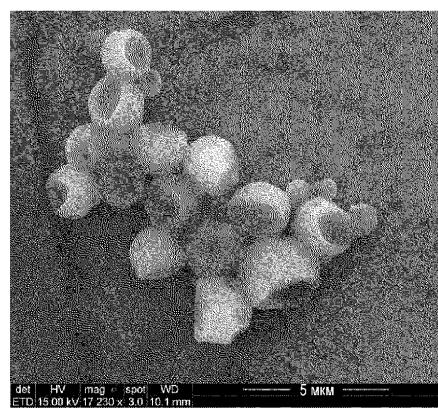


2

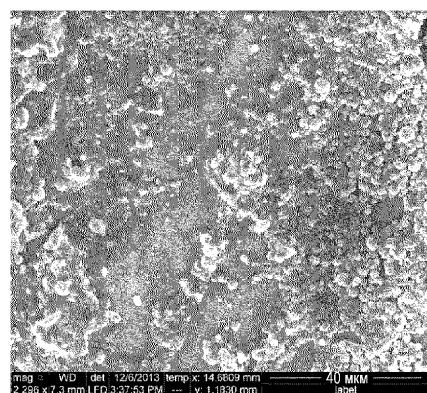
2/9  
ФИГ. 1С



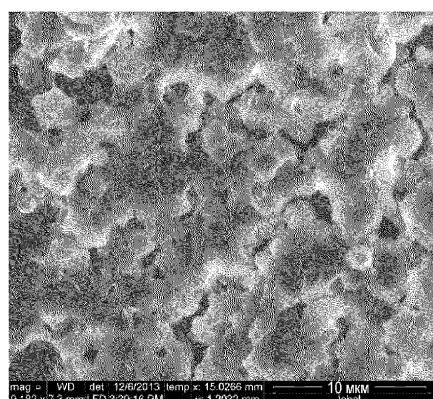
ФИГ. 1Д



3/9  
ФИГ. 1Е

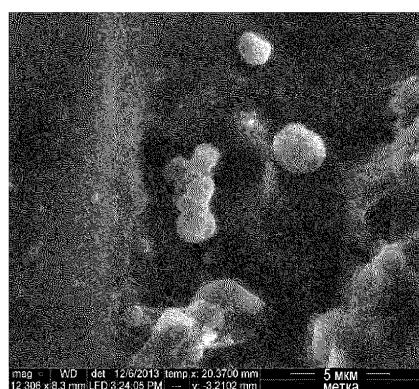


ФИГ. 1F



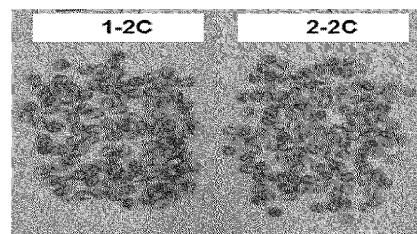
4/9

ФИГ. 1G



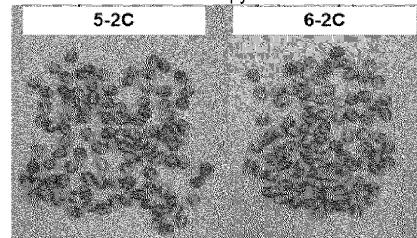
5/9  
ФИГ. 2А

Зерно кукурузы, обработанное формой бифентрина CS с  
большой нагрузкой



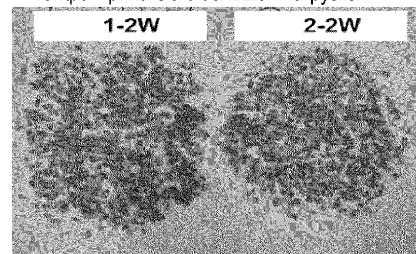
ФИГ. 2В

Зерно кукурузы, обработанное формой бифентрина SC с  
большой нагрузкой



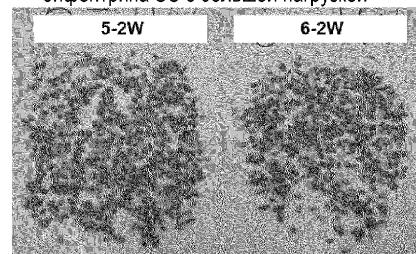
6/9  
ФИГ. ЗА

поверхность после обработки зерен кукурузы формой  
бифентрина CS с большой нагрузкой

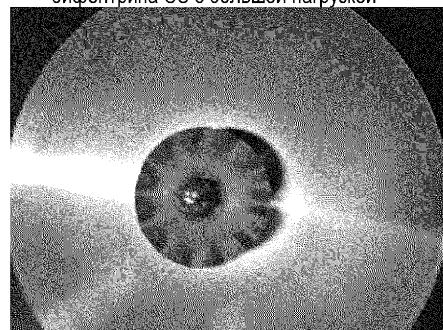


ФИГ. ЗВ

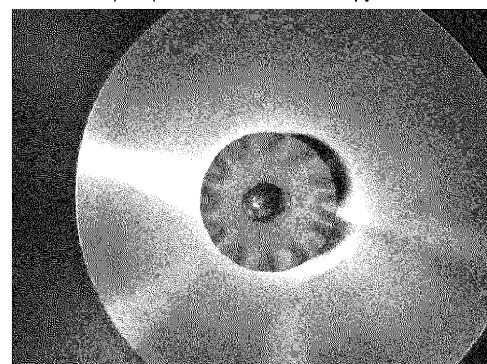
поверхность после обработки зерен кукурузы формой  
бифентрина SC с большой нагрузкой



7/9  
ФИГ. 4А  
поверхность после обработки зерен кукурузы формой  
бифентрина CS с большой нагрузкой

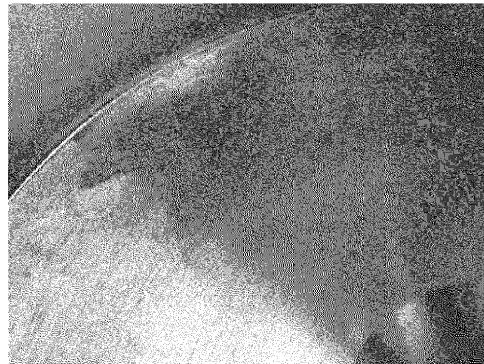


ФИГ. 4В  
поверхность после обработки зерен кукурузы формой  
бифентрина SC с большой нагрузкой



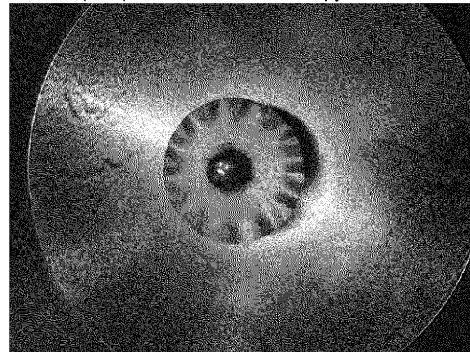
8/9  
ФИГ. 5А

поверхность после обработки зерен кукурузы формой бифентрина SC с большой нагрузкой



ФИГ. 5В

поверхность после обработки зерен кукурузы формой бифентрина SC с большой нагрузкой



6/6

