



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105120666 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201480017231. 1

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2014. 02. 20

A01N 43/82(2006. 01)

(30) 优先权数据

A01N 37/22(2006. 01)

13/774, 372 2013. 02. 22 US

A01N 25/24(2006. 01)

A01N 43/78(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 09. 21

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2014/017360 2014. 02. 20

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/130653 EN 2014. 08. 28

(71) 申请人 美商华仑公司

地址 美国加利福尼亚州

申请人 住友化学株式会社

(72) 发明人 凯伦·S·亚瑟 弗兰克·冈萨雷斯

迈克尔·塞茨 小川俊哉

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 巩克栋 杨生平

权利要求书3页 说明书27页

(54) 发明名称

种子处理制剂

(57) 摘要

本发明通常涉及水性种子处理制剂,其包含约 0.2- 约 15.0%的至少一种杀虫剂,约 0.1- 约 0.45%的至少一种接枝共聚物,至少一种聚乙烯醇(PVA),和约 5- 约 30%的至少一种增塑剂。本发明还涉及其中所述杀虫剂为噻虫胺、叶菌唑和甲霜灵的水性种子处理制剂。

1. 一种水性种子处理制剂,其包含(除非另有说明,为以总制剂的重量%计 100%活性物质):

- a) 约 0.2- 约 15.0%的至少一种杀虫剂;
- b) 约 0.1- 约 0.45%的至少一种接枝共聚物;
- c) 至少一种聚乙烯醇 (PVA) ;和
- d) 约 5.0- 约 30%的至少一种增塑剂。

2. 根据权利要求 1 所述的制剂,其中所述杀虫剂是噻虫胺。

3. 根据权利要求 2 所述的制剂,还包含杀虫剂叶菌唑。

4. 根据权利要求 3 所述的制剂,还包含杀虫剂甲霜灵。

5. 根据权利要求 1 所述的制剂,其中所述接枝共聚物为 Tersperse[®] 2500。

6. 根据权利要求 1 所述的制剂,其中所述 PVA 为 Selvol[®] 24-203。

7. 根据权利要求 1 所述的制剂,其中所述至少一种增塑剂为丙二醇和己二醇的混合物。

8. 根据权利要求 1 所述的制剂,还包含至少一种增稠剂、润湿剂、消泡剂、润滑剂、聚合物乳液、防腐剂、阴离子表面活性剂或着色剂。

9. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述增稠剂为黄原胶。

10. 根据权利要求 9 所述的制剂,其中所述增稠剂为 Kelzan[®] CC。

11. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述润湿剂为 Tersperse[®] 4894。

12. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述消泡剂为 Surfynol[®] 104PG-50。

13. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述润滑剂为 Michem Lube[®] ML 156P。

14. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述着色剂为 Sunsperse[®] Red 48:2。

15. 根据权利要求 8 所述的制剂,其中所述聚合物乳液为乙烯-醋酸乙烯酯共聚物。

16. 根据权利要求 15 所述的制剂,其中所述聚合物乳液为 Dur-O-Set[®] E-200。

17. 一种水性农药制剂,其包含(除非另有说明,为以总制剂的重量%计 100%活性物质):

- a) 约 2.0- 约 15.0%的至少一种杀虫剂;
- b) 约 0.1- 约 0.45%的至少一种接枝共聚物;
- c) 约 0.5- 约 2.5%的至少一种聚乙烯醇 (PVA) ;
- d) 约 20.0- 约 30.0%的至少一种增塑剂;
- e) 约 0- 约 0.3%的至少一种防腐剂(正如所提供的);
- f) 约 0- 约 2.0%的至少一种阴离子表面活性剂;
- g) 约 0- 约 0.25%的至少一种增稠剂;
- h) 约 0- 约 0.25%的至少一种润湿剂;
- i) 约 0- 约 0.3%的至少一种消泡剂(正如所提供的);
- j) 约 0- 约 2.0%的至少一种润滑剂;

- k) 约 0- 约 5.0%的至少一种聚合物乳液（正如所提供的）；
- l) 约 0- 约 15.0%的至少一种着色剂（正如所提供的）；和
- m) 所述制剂的余量是水，至总 100 重量%。

18. 根据权利要求 17 所述的水性农药制剂，其包含（除非另有说明，为以总制剂的重量%计 100%活性物质）：

- a) 约 4.25%的至少一种杀虫剂；
- b) 约 0.35%的至少一种接枝共聚物；
- c) 约 1.2%的至少一种 PVA；
- d) 约 25.0%的至少一种增塑剂；
- e) 约 0.14%的至少一种防腐剂（正如所提供的）；
- f) 约 0.4%的至少一种阴离子表面活性剂；
- g) 约 0.14%的至少一种增稠剂；
- h) 约 0.176%的至少一种润湿剂；
- i) 约 0.10%的至少一种消泡剂（正如所提供的）；
- j) 约 0.75%的至少一种润滑剂；
- k) 约 3.00%的至少一种聚合物乳液（正如所提供的）；和
- l) 约 10%的至少一种着色剂（正如所提供的）；和
- m) 所述制剂的余量是水，至总 100 重量%。

19. 一种水性农药制剂，其包含（除非另有说明，为以总制剂的重量%计 100%活性物质）：

- a) 约 1.0- 约 12.0%的噻虫胺；
- b) 约 0.2- 约 4.0%的甲霜灵；
- c) 约 0.1- 约 2.0%的叶菌唑；
- d) 约 0.1- 约 0.45%的至少一种接枝共聚物；
- e) 约 0.5- 约 2.5%的至少一种聚乙烯醇（PVA）；
- f) 约 5.0- 约 30.0%的至少一种增塑剂；
- g) 约 0- 约 0.3%的至少一种防腐剂（正如所提供的）；
- h) 约 0.1- 约 2.0%的至少一种阴离子表面活性剂；
- i) 约 0- 约 0.25%的至少一种增稠剂；
- j) 约 0- 约 0.25%的至少一种润湿剂；
- k) 约 0- 约 0.3%的至少一种消泡剂（正如所提供的）；
- l) 约 0- 约 2.0%的至少一种润滑剂；
- m) 约 0- 约 5.0%的至少一种聚合物乳液（正如所提供的）；
- n) 约 0- 约 15.0%的至少一种着色剂（正如所提供的）；
- o) 所述制剂的余量是水，至总 100 重量%。

20. 根据权利要求 19 所述的水性农药制剂，其包含（除非另有说明，为以总制剂的重量%计 100%活性物质）：

- a) 约 3.01%的工业噻虫胺（97.5%的有效成分）；
- b) 约 0.907%的工业甲霜灵（97.0%的有效成分）；

- c) 约 0.454%的工业叶菌唑 (97.0%的有效成分) ;
- d) 约 0.35%的至少一种接枝共聚物 ;
- e) 约 1.2%的至少一种 PVA ;
- f) 约 25.0%的至少一种增塑剂 ;
- g) 约 0.14%的至少一种防腐剂 (正如所提供的) ;
- h) 约 0.4%的至少一种阴离子表面活性剂 ;
- i) 约 0.14%的至少一种增稠剂 ;
- j) 约 0.176%的至少一种润湿剂 ;
- k) 约 0.10%的至少一种消泡剂 (正如所提供的) ;
- l) 约 0.75%的至少一种润滑剂 ;
- m) 约 3.00%的至少一种聚合物乳液 ;
- n) 约 10.0%的至少一种着色剂 (正如所提供的) ;和
- o) 所述制剂的余量是水,至总 100 重量%。

21. 制备权利要求 20 所述的制剂的方法,其包括

- a) 制备增稠剂预混物 ;
- b) 制备叶菌唑和甲霜灵的混合物 ;
- c) 制备噻虫胺悬浮剂 ;和
- d) 混合所述增稠剂预混物、叶菌唑和甲霜灵的混合物、和噻虫胺悬浮液。

种子处理制剂

[0001] 相关申请

[0002] 本申请要求在 2013 年 2 月 22 号提交的美国专利申请序列号 13/774,372 的权益,该申请要求在 2011 年 12 月 16 号提交的美国专利申请序列号 13/328,643 的权益,该申请要求在 2008 年 12 月 2 号提交的美国专利申请序列号 12/326,309 并在 2012 年 7 月 31 号公开的美国专利号 8,232,229 的权益,该申请要求在 2007 年 12 月 3 号提交的美国临时申请号 60/991,969、2007 年 12 月 3 号提交的美国临时申请号 60/991,976 和 2007 年 12 月 3 号提交的美国临时申请序列号 60/991,985 的权益。上述引用申请的教导通过引用并入本文。

技术领域

[0003] 本发明主要涉及保护植物繁殖材料不受害虫攻击的水性种子处理制剂。

背景技术

[0004] 使用农药制剂处理种子或其它植物繁殖材料的实践是周知的。杀昆虫剂和杀真菌剂被应用至种子以保护它们在土壤中的整个植物发育早期免受害虫。通常使用两种农药制剂:可湿性粉剂和水悬浮剂。

[0005] 商业的种子处理制剂需要专门的设备以适当应用它们或处理大体积的种子。所述种子处理设备(种子处理器)结合可商购的制剂以制备农药悬浮液。种子处理器的实例包括 Gustafson Accu-Treat[®] RH-24、Accu-Coat[®] HC 3000 等。商业的农药制剂通常被配制成悬浮浓缩物。种子处理器也用于将粘着剂、粘结剂、聚合物和/或着色剂添加至农药悬浮液中以提升操作性和安全性。所述添加剂降低喷粉,且所述着色剂使农业工作者警惕该化学处理。

[0006] 可用在种子应用中的每单位种子添加剂的数量和农药的量受限于可用于商业种子处理设备的包衣和干燥技术。各农作物仅可吸附受限量的流体,超过该量种子不能在种子加工设备或种植设备中进行适当的干燥和/或处理。

[0007] 此外,许多现有制剂包含高浓度的低分子量(LMW)表面活性剂。通常添加这些 LMW 表面活性剂以稳定农药的分散并提供稳定的可用泵抽吸的悬浮液以容易被处理器使用。与 LMW 表面活性剂相关的一个问题是已知它们增加在种子上的压力并可减少发芽。

[0008] 此外,已知对于具有相对较高的水溶性和/或较低的熔点的某些杀虫剂不易得到稳定的水性制剂。甲霜灵(熔点 63-72°C 工业级,水溶性 8400ppm)就是这样的一种化学物质。获得稳定的甲霜灵水性悬浮制剂非常具有挑战性,因为没有好的方法来防止该化学物质重新结晶出来,造成储存过程中物理不稳定性。

[0009] 使用特设的农药、聚合物、着色剂和其它添加剂的混合物的另一个问题是对于多个应用需要在种子上沉积和干燥所需量的农药和添加剂。适当的粘附对于多个应用是必要的。

[0010] 除了耗时外,这些应用混合物的安全性往往是未知的和不确定的。通常,需要填

料,例如滑石粉,以降低植物毒性或提升种子干燥和处理性能。结果是,处理变得困难,且种子处理的生物功效降低。

[0011] 在本领域中对于即用型和有效的无植物毒性的包括一切的制剂仍然需要将农药粘附于种子并消除对通过种子处理器进一步添加粘结剂或聚合物至所述应用混合物中的需要。理想地,这样的制剂可在单次应用中在连续流体中加工而无需填料或防堵(anti-blocking)粉末。

发明内容

[0012] 本发明提供一种水性种子处理剂,包括:a)至少一种杀虫剂;b)至少一种接枝共聚物;c)至少一种聚乙烯醇(PVA);和d)至少一种增塑剂。在一个实施方案中,所述杀虫剂包括噻虫胺、叶菌唑和甲霜灵。

[0013] 在一个实施方案中,本发明包括:a)约0.2-约15.0%的至少一种杀虫剂;b)约0.1-约0.45%的至少一种接枝共聚物;c)至少一种聚乙烯醇(PVA);和d)约5.0-约30%的至少一种增塑剂(所有百分比被列为以总制剂的重量%计100%活性物质的%)。

[0014] 在另一个实施方案中,所述接枝共聚物可为Tersperse® 2500(35%水溶液)。

[0015] 在另一个实施方案中,所述PVA可为Selvol® 24-203(24%水溶液)。

[0016] 在另一个实施方案中,所述液体增塑剂可丙二醇或己二醇。在另一个实施方案中,所述增塑剂可为丙二醇和己二醇的混合物。

[0017] 在另一个实施方案中,固体增塑剂可与液体增塑剂相结合使用。合适的固体增塑剂包括三羟甲基丙烷、山梨糖醇、尿素、或它们的任意组合。

[0018] 在进一步的实施方案中,所述制剂可包含额外的成分,例如防腐剂、阴离子表面活性剂、增稠剂、润湿剂、消泡剂、润滑剂、聚合物乳液或着色剂。

[0019] 在一个实施方案中,所述防腐剂可为5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮水溶液,例如Kathon® CG/ICP。

[0020] 在另一个实施方案中,所述阴离子表面活性剂可为十二烷基硫酸钠,例如Stepanol® WA-Extra(30%水溶液)。

[0021] 在另一个实施方案中,所述增稠剂可为黄原胶,例如Kelzan® CC。

[0022] 在另一个实施方案中所述润湿剂可为Tersperse® 4894。

[0023] 在另一个实施方案中,所述消泡剂可为Surfynol® 104PG-50或Dow Corning Antifoam FG-10或两者的组合。在另一个实施方案中,优选Surfynol® 104PG-50。

[0024] 在另一个实施方案中,所述润滑剂可为Michem® Lube 156P或Michem® Lube156PFP(25%水乳剂)。

[0025] 在一个实施方案中,所述着色剂可为Sunsperse® Red 48:2。

[0026] 在一个实施方案中,所述聚合物乳液可为乙烯-醋酸乙烯酯共聚物,例如

Dur-O-Set[®] E-200。

[0027] 在另一个实施方案中,所述水性农药制剂可包含(除非另有说明,为以总制剂的重量%计 100%活性物质):a) 约 2.0-约 15.0%的至少一种杀虫剂;b) 约 0.1-约 0.45%的至少一种接枝共聚物;c) 约 0.5-约 2.5%的至少一种聚乙烯醇(PVA);d) 约 20.0-约 30.0%的至少一种增塑剂;e) 约 0-约 0.3%的至少一种防腐剂(正如所提供的);f) 约 0-约 2.0%的至少一种阴离子表面活性剂;g) 约 0-约 0.25%的至少一种增稠剂;h) 约 0-约 0.25%的至少一种润湿剂;i) 约 0-约 0.3%的至少一种消泡剂(正如所提供的);j) 约 0-约 2.0%的至少一种润滑剂;k) 约 0-约 5.0%的至少一种聚合物乳液(正如所提供的);和 l) 约 0-约 15.0%的至少一种着色剂(正如所提供的)。

[0028] 在另一个实施方案中,所述水性农药制剂可包含(除非另有说明,为以总制剂的重量%计 100%活性物质):a) 约 4.25%的至少一种杀虫剂;b) 约 0.35%的至少一种接枝共聚物;c) 约 1.2%的至少一种 PVA;d) 约 25%的至少一种增塑剂;e) 约 0.14%的至少一种防腐剂(正如所提供的);f) 约 0.40%的至少一种阴离子表面活性剂;g) 约 0.14%的至少一种增稠剂;h) 约 0.176%的至少一种润湿剂;i) 约 0.10%的至少一种消泡剂(正如所提供的);j) 约 0.75%的至少一种润滑剂;k) 约 3.0%的至少一种聚合物乳液(正如所提供的);和 l) 约 10%的至少一种着色剂(正如所提供的)。

[0029] 在另一个实施方案中,所述水性农药制剂可包含(除非另有说明,以总制剂的重量%计 100%活性物质):a) 约 1.0-约 12.0%的噻虫胺;b) 约 0.2-约 4.0%的甲霜灵;c) 约 0.1-约 2.0%的叶菌唑;d) 约 0.1-约 0.45%的至少一种接枝共聚物;e) 约 0.5-约 2.5%的至少一种聚乙烯醇(PVA);f) 约 5.0-约 30.0%的至少一种增塑剂;g) 约 0-约 0.3%的至少一种防腐剂(正如所提供的);h) 约 0-约 2.0%的至少一种阴离子表面活性剂;i) 约 0-约 0.25%的至少一种增稠剂;j) 约 0-约 0.25%的至少一种润湿剂;k) 约 0-约 0.3%的至少一种消泡剂(正如所提供的);l) 约 0-约 2.0%的至少一种润滑剂;m) 约 0-约 5.0%的至少一种聚合物乳液(正如所提供的);和 n) 约 0-约 15.0%的至少一种着色剂(正如所提供的)。

[0030] 在另一个实施方案中,所述水性农药制剂可包含(除非另有说明,以总制剂的重量%计 100%活性物质):a) 约 3.01%的工业噻虫胺(97.5%的有效成分);b) 约 0.907%的工业甲霜灵(97.0%的有效成分);c) 约 0.454%的工业叶菌唑(97.0%的有效成分);d) 约 0.35%的至少一种接枝共聚物;e) 约 1.2%的至少一种 PVA;f) 约 25.0%的至少一种增塑剂;g) 约 0.14%的至少一种防腐剂(正如所提供的);h) 约 0.4%的至少一种阴离子表面活性剂;i) 约 0.14%的至少一种增稠剂;j) 约 0.176%的至少一种润湿剂;k) 约 0.10%的至少一种消泡剂(正如所提供的);l) 约 0.75%的至少一种润滑剂;m) 约 3.0%的至少一种聚合物乳液(正如所提供的);和 n) 约 10.0%的至少一种着色剂(正如所提供的)。

[0031] 本发明的全部实施方案包含足以形成所述制剂所需粘度的水。各制剂至所述制剂 100 重量%的余量可为水。

[0032] 在最后的实施方案中,本发明涉及制备制剂的方法,包括制备增稠剂预混物,制备叶菌唑和甲霜灵的混合物,制备噻虫胺悬浮液,然后混合其他成分、所述增稠剂预混物、所述叶菌唑和甲霜灵的混合物和所述噻虫胺悬浮液。另一种制备制剂的方法包括制备增稠剂预混物,制备含噻虫胺、甲霜灵和叶菌唑的悬浮液,然后混合其他成分、所述增稠剂预混物

和所述噻虫胺、甲霜灵和叶菌唑悬浮液。

[0033] 所公开的实施方案是本文公开的本发明构思的简单示例性实施方案,不应被视为限制,除非如此声明。

[0034] 发明详述

[0035] 本发明涉及一种含杀虫剂的制剂,其被配制以提供在储存过程中保持稳定并提供优异种子包衣的即用型农用混合物。所述种子包衣为种子提供了更好的害虫保护。

[0036] 申请人发现本发明的即用型制剂是稳定的和无植物毒性的。本发明的制剂对终端用户是特别方便的,因为它们在应用于种子前不需要稀释。

[0037] 在整个说明书中,术语“植物繁殖材料”和“种子”通常可交换使用。

[0038] 术语“正如所提供的”指由重量指示的所述制剂成分的重量在所要求保护的发明中以制造商提供给消费者的形式存在。这与 100% 纯成分产品不同。

[0039] 本发明的制剂可用于制备杀昆虫剂、杀真菌剂和它们的混合物的悬浮浓缩物。所公开的制剂可“依其本身”使用,或与其他添加剂混合,或用水稀释使用。它们可自身或其他农药或添加剂一同应用于种子。

[0040] 此时,将详细讨论所公开制剂的各种成分。

[0041] 杀虫剂

[0042] 杀虫剂,根据本发明可使用的杀虫剂包括杀昆虫剂;包括但不限于新烟碱类杀昆虫剂如噻虫胺(可向 Sumitomo Chemical Co. 购买)、吡虫啉、噻虫嗪、啉虫脒和噻虫啉;抗生素类杀昆虫剂,如阿维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐和多杀菌素 A 和 B;氨基甲酸酯类杀昆虫剂,如恶虫威、西维因、卡巴呋喃、抗蚜威、异丙威、甲硫威、硫双威;拟除虫菊酯类杀昆虫剂,如氟丙菊酯、溴氰菊酯;苯基吡唑类杀昆虫剂,如乙虫腈、氟虫腈;有机氯类杀昆虫剂,如硫丹;有机磷(organophosphorus)类杀昆虫剂,如蝇毒磷;二酰胺类杀昆虫剂,如氯虫苯甲酰胺、氟虫双酰胺;苯甲酰胺类杀昆虫剂,如双三氟虫脲、氟啶脲(chlofluzuron)、除虫脲、氟环脲、氟铃脲、双苯氟脲、伏虫隆、杀铃脲;昆虫生长调节剂,如稻虱净和杀昆虫剂的相似种类。

[0043] 可根据本发明使用的杀虫剂包括杀真菌剂,包括但不限于抗生素杀真菌剂如抗霉素 A1, 甲氧基丙烯酸酯类杀真菌剂如嘧菌酯、醚菌胺、氟嘧菌酯、醚菌酯, 氨基甲酸酯类杀真菌剂如苯噻菌胺、多菌灵、乙霉威、缢霉威、甲基托布津, 二甲酰亚胺类杀真菌剂如敌菌丹、克菌丹、恶唑菌酮、灭菌丹、异菌脲, 腐霉利、乙烯菌核利, 三唑类杀真菌剂如联苯三唑醇、糠菌唑、环唑醇、苄氯三唑醇、苯醚甲环唑、烯唑醇、氟环唑、腈苯唑、氟唑唑、粉唑醇、己唑醇、亚胺唑、种菌唑、叶菌唑(可向 Kureha 公司购买)、丙硫菌唑、硅氟唑、戊唑醇、三唑酮、唑菌醇、灭菌唑, 酰胺类杀真菌剂如啉酰菌胺、萎锈灵、环丙酰菌胺、双氯氰菌胺(dicyclomet)、噻唑菌胺、甲呋酰胺、环酰菌胺、磺菌胺、氟酰胺、呋吡菌胺、灭锈胺、呋酰胺、恶霜灵、比锈灵、噻呋酰胺、噻酰菌胺、苯酰菌胺, 芳香族杀真菌剂如地茂散、百菌清, 咪唑类杀真菌剂如氰霜唑、咪唑菌酮、咪唑嗪, 脂肪族氮杀真菌剂如霜脲氰, 吗啉类杀真菌剂如烯酰吗啉, 嘧啶类杀真菌剂如氯苯嘧啶醇、嘧菌胺、氟苯嘧啶醇、嘧霉胺, 吡咯类杀真菌剂如拌种咯、咯菌腈, 吡啶类杀真菌剂如氟啶胺、氟吡菌胺; 苯并咪唑类杀真菌剂如呋喃基苯并咪唑、噻苯咪唑; 二硫代氨基甲酸盐类杀真菌剂如代森锰锌、代森锰、福美双、福美锌, 喹啉类杀真菌剂如喹氧灵, 芳香族杀真菌剂如五氯硝基苯, 杂项(未分类的)杀真菌剂如啉菌清、二噻农、戊菌

隆、咯嗉酮、三环唑, 2-[2-(2, 5- 二甲基苯氧甲基) 苯基]-2- 甲氧基 -N- 甲基乙酰胺, 芳香烃: 氯苯基杀真菌剂如甲基立枯磷, 苯基酰胺: 酰基丙氨酸 (acylalanine) 类杀真菌剂如甲霜灵 (可购自 Nufarm Ltd. 或 LG Life Sciences, Ltd.)、甲霜灵 -M、苯霜灵、苯霜灵 -M 和呋霜灵 -M, 和相关类型的杀真菌剂。

[0044] 术语“杀昆虫剂”和“杀真菌剂”广泛使用并旨在覆盖所有积极抵抗昆虫和真菌的化合物。所述化合物可属于宽范围的化合物类别。在根据本发明制备的制剂中使用的杀虫剂可为被选择以通过使用一种制剂控制大量害虫、昆虫和 / 或真菌的杀昆虫剂和杀真菌剂的组合。此外, 可预期根据本发明制备的制剂也可包含不符合本发明提出的要求的辅助杀虫剂, 只要这些辅助杀虫剂与所述制剂相容, 如通过熟悉本领域人员周知的相容性测试所确定的。例如, 水溶性杀虫剂可溶解在所述制剂使用的水载体中而不影响本发明的主题的初始固体杀虫剂的分散。辅助杀虫剂的另一个实例是密封的杀虫剂, 其中水不溶性液体或低熔点杀昆虫剂和 / 或杀真菌剂被实心壳包裹或包裹在固体基质中, 然后添加至本文描述的制剂中。

[0045] 在本发明中优选使用杀昆虫剂和杀真菌剂的混合物。混合物受多种因素影响, 例如农作物、地理区域、害虫频谱 (spectrum) 和压力, 以及抗药性的盛行率。

[0046] 混合物中目前优选的杀虫剂为新烟碱类杀昆虫剂例如噻虫胺, 三唑类杀真菌剂如叶菌唑, 和苯基酰胺: 酰基丙氨酸杀真菌剂如甲霜灵。

[0047] 如前所述, 难以获得含甲霜灵的稳定的水性制剂, 因为甲霜灵形成不需要的晶体。发明人意外地发现本发明的制剂提供本领域中该已知问题的优异的解决方案。

[0048] 聚乙烯醇 (PVA)

[0049] 聚乙烯醇 (PVA) 是一种水溶性合成聚合物。许多不同等级的 PVA 是可商购的。虽然大多数可得到的 PVA 聚合物可用于本发明, 优选的 PVA 等级具有“超低”、“低”和“中等”粘度等级。通常通过 4% PVA 溶液的粘度将它们分类。这些 PVA 等级的粘度在 20℃ 下通常在约 2.5cP (厘泊) 至约 3.2cP (厘泊) 之间。最优选的等级为“超低”和“低”粘度等级。

[0050] 本发明包含的 PVA 平均分子量为约 12,500g/mole- 约 125,000g/mole。各聚合物等级具有分子量分布。重均分子量定义为分子量乘以具有该分子量的分子的重分数, 所述重分数为总计分布中全部分子量, 除以总分子量。此外, 所述 PVA 聚合物可完全 (98-100%)、中等 (90-98%) 或部分 (70-90%) 水解。部分水解的 PVA 聚合物是最优选的。也可使用改性的或特殊等级 PVA 聚合物。在上述公开的粘度范围的 PVA 可被羧化或磺化以引入一些提升粘度和分散粉末的阴离子特性。这些等级的 PVA 简单地具有一些添加至 PVA 链的羧基 (-CO₂X 基团) 或磺酸基 (-SO₃X 基团), 其中 X 可以是 H 或碱金属。

[0051] 在一个优选的实施方案中, PVA 为 **Selvol**[®] 24-203, 其可购自 Sekisui Specialty Chemicals America。

[0052] 接枝共聚物

[0053] 接枝共聚物是具有从聚合物主链上接枝出的一种化学成分的聚合物链的材料, 所述聚合物主链具有不同的化学成分。根据本发明可使用的接枝共聚物包括但不限于丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯或甲基丙烯酸甲酯聚合物, 其具有从丙烯酸酯聚合物主链上伸出的另一种聚合物链, 例如, 聚醚如聚乙二醇。

[0054] 在一个优选的实施方案中, 该接枝共聚物为具有丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸酯、

甲基丙烯酸酯或甲基丙烯酸甲酯聚合物主链和从该主链上伸出的亲水性的聚乙二醇 (PEG) 分支的梳状分支聚合物。在二维表示中, 所述 PEG 分支垂直于丙烯酸酯聚合物主链 (通常是线性的) 绘画并类似于梳子的齿, 引起“梳状分支”的描述。本发明所使用的梳状分支接枝共聚物是专卖材料, 因此, 发明人不知道它们的组成和制备的具体细节。

[0055] 在一个优选的实施方案中, 所述梳状分支接枝共聚物为 Tersperse[®] 2500 (约 35% 接枝共聚物溶液, 来自 Huntsman Corp.)

[0056] PVA- 接枝共聚物组合

[0057] 协同的 PVA 和接枝共聚物的组合是这两种聚合物的混合物。使用 PVA- 接枝共聚物组合有很多优点。

[0058] 首先, 所述聚合物组合包覆在制剂中使用的杀虫剂并提供杀虫剂和种子之间的保护层。该保护层降低了杀虫剂可具有的任何植物毒性。

[0059] 其次, 在本发明制剂中使用的水溶性聚合物材料为杀虫剂进入种子中提供较慢的吸收和转移。现有技术制剂通常使用成分以增强杀虫剂进入种子中的吸收和转移。然而, 快速的吸收可加剧表面活性剂和杀虫剂可能具有的任何毒性, 从而降低发芽。

[0060] 此外, 所述 PVA- 接枝共聚物组合是非常易溶于水的且对种子是安全的。由本发明的制剂形成的用膜包覆的种子可轻易地被土壤水分重新水合。所述膜在水分至种子中的运输中不作为限制因素起作用。种子的正常亲脂层被保留并保持在种子吸收水分中的控制因素。因此, 保持了良好的种子发芽和包衣粘附。

[0061] 再者, 所述 PVA- 接枝共聚物组合与在许多商业聚合物乳液中使用的分散剂体系相容。这种相容性允许在制备时将聚合物乳液直接并入种子处理制剂中而不损失稳定性。

[0062] 增塑剂

[0063] 如本文所用, 术语“增塑剂”是指用于改性由所述制剂产生的膜的物质, 以允许更快的干燥, 并赋予更高的水分敏感性而不需要可损害种子在处理 and 种植设备中的流动性的粘性。

[0064] 根据本发明可使用的液体增塑剂通常为低分子量的烷基乙二醇或多元醇 (二元醇或三元醇), 其中的烷基的长度为 2-6 个碳原子。优选的液体增塑剂包括丙二醇和己二醇。

[0065] 固体增塑剂也可与液体增塑剂相结合使用。合适的固体增塑剂的具体实例包括但不限于三羟甲基丙烷、山梨糖醇、尿素或它们的任意组合。包括液体和固体增塑剂的共混物是目前优选的。这样的共混物可包括丙二醇、己二醇、尿素和三羟甲基丙烷。

[0066] 聚合物乳液

[0067] 当粘附要求高时或当需要高覆盖率时, 可添加基于聚醋酸乙烯酯和 / 或乙烯醋酸乙烯酯共聚物的聚合物乳液 (或乳胶) 以改善粘附和种子外观。

[0068] 本发明制剂的优点是它们是“包括一切的”, 即它们允许在制剂制备时添加聚合物乳液, 而不是在应用部位添加它们。因此, 没有牺牲包裹稳定性且不损害种子水分的吸收。

[0069] 可用在本发明制剂中的聚合物乳液是通过 PVA 稳定的, 并因此是 PVA 相容的。聚合物乳液可添加至制剂中而不造成可导致不需要的粘性 or 胶化增加的“分散剂休克 (shock)”。此外, 由于用于制剂悬浮液和聚合物乳液或乳胶的稳定剂是类似的, 当它们混合

在一起时分散剂不从乳胶颗粒或杀虫剂颗粒上剥落。结果是得到稳定的低粘度混合物。该混合物能够在种子上沉积杀虫剂和聚合物而不需要额外的成分。

[0070] 此外,聚合物乳液可用于防止在种子周围形成不需要的防潮层。通常,含有足够量 PVA 的乳胶分散体的膜在水中是可重新分散的。然而,当 LMW 表面活性剂存在于种子处理制剂中时,它们的胶束吸附 PVA,消耗可用于包裹乳胶、聚合物乳液或杀虫剂颗粒的 PVA。因此,可形成作为防潮层的永久的不可再分散的膜。PVA-接枝聚合物组合在胶乳颗粒周围形成保护层。该保护层然后可形成抑制所述膜形成或使其再分散的膜。因此,不形成永久性的防潮层。因此,本发明的制剂可以消除或减轻在现有技术中存在的 LMW 表面活性剂对分散稳定性和种子发芽的不良反应。

[0071] 在一个优选的实施方案中,可使用 **Dur-O-Set[®]** E-200 (Celanese Ltd.) 聚合物乳液。

[0072] 润湿剂和其它添加剂

[0073] 在一个实施方案中,所述制剂包括润湿剂。多数商购的润湿剂可用于本发明的目的。

[0074] 润湿剂的浓度应是实现良好润湿和成膜所需的最小浓度。当添加合适的润湿剂时,所述制剂应变湿并形成良好的膜。通常,合适的润湿剂在总制剂的 0.2wt% 或更低的量下是功能性的。

[0075] 在一个优选的实施方案中,所述润湿剂是由 Huntsman Corporation 生产的 **Tersperse[®]** 4894 (约 88% 固体)。

[0076] 在另一个实施方案中,本发明的制剂包含在相似制剂中典型的添加剂以改善包裹和处理性能。

[0077] 优选的添加剂包括:

[0078] 有机增稠剂,例如,由 CP Kelco 生产的 **Kelzan[®]** CC (黄原胶);

[0079] 润滑剂、抗粘连剂,例如可购自 Michelman Inc. 的 **Michem[®]** Lube 156P 或 **Michem[®]** Lube 156PFP (蜡乳液)。

[0080] 消泡剂,例如由 Air Products and Chemicals, Inc. 生产的 **Surfynol[®]** 104PG (50% 的四甲基-5-癸炔-4,7-二醇在丙二醇中的溶液)。

[0081] 防腐剂,例如可购自 Rohm and Haas Company 的 **Kathon[®]** CG/ICP (5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮水溶液);和

[0082] 阴离子表面活性剂,例如可购自 Stepan 的 **Stepanol[®]** WA-Extra (十二烷基硫酸钠)。

[0083] 并且,着色剂也可添加至公开的制剂中以标记包裹有农药的种子。在一个优选的实施方案中,使用着色剂 **Sunsperse[®]** Red 48:2 (来自 Sun Chemical)。

[0084] 发明还涉及将所述制剂应用于种子的方法。种子处理应用技术是本领域技术人员周知的,且在本发明的背景下可轻易地使用它们。本发明的组合物也可作为悬浮剂或浸渍

体 (soak) 应用。也可使用膜包衣和包裹。包衣过程是本领域中周知的并使用膜包衣、包裹、浸入等技术。可改变本发明的组合物的应用方法,且本发明旨在包括任何将被本领域技术人员使用的技术。

[0085] 本发明还涉及保护种子免受虫害的方法,其包括将有效量的本发明的制剂应用于种子。

[0086] 制剂的“有效量”的措辞意味着足够量的制剂以提供所需的效果。一般来说,该制剂以不抑制种子繁殖且不引起对种子植物毒性损害的量使用。所述制剂的量可根据特定的农作物和其他因素变化。在本领域普通技术人员内很好确定所述制剂的必要量。

[0087] 两种最普通的应用方法是悬浮剂处理和直接处理。每一种方法都可用专门的种子处理设备。直接处理器直接用仪表计量所述制剂在种子上而无稀释。悬浮剂处理器用仪表剂量由所述种子处理制剂形成的水稀释的悬浮剂。

[0088] 如本文所用,所有涉及量、重量百分数等的数值,被定义为“约 (about)”或“约 (approximately)”各特定值,增减 10%。例如,措辞“至少 5.0wt%”理解为“至少 4.5wt% -5.5wt%”。因此,权利要求的范围包含在所要求保护的值的 10%范围内的量。

[0089] 下面的实施例旨在说明本发明和教导本领域技术人员如何制备和使用本发明。它们不旨在以任何方式限制本发明。

具体实施方式

[0090] 实施例 1

[0091] 制备种子处理制剂

[0092] 使用下面的程序制备种子处理制剂,具有下表 1 中列出的以重量百分数和磅 / 加仑制成品表示的量。

[0093] 表 1

[0094]

成分	在制剂中 wt%	1 磅/加仑制成品
去离子水	46.719	4.0818
Kelzan [®] CC	0.14	0.0122
Michem [®] Lube 156P (25 % 溶液)	3.0	0.2621
Selvol [®] 24-203 (24 %溶液)	5.0	0.4369
丙二醇	5.0	0.4369
Kathon [®] CG/ICP	0.14	0.0122
Stepanol [®] WA-Extra (30 % 溶液)	1.33	0.1162
己二醇	20.0	1.7474
Tersperse [®] 2500 (35%溶液)	1.0	0.0874
Tersperse [®] 4894 (88%溶液)	0.20	0.0175
Surfynol [®] 104PG (50 %溶 液)	0.10	0.00874
甲霜灵 (97.0 %的有效成分)	0.907	0.0792
噻虫胺 (97.5 %的有效成分)	3.01	0.2630
叶菌唑 (97.0 %的有效成分)	0.454	0.0397
Dur-O-Set [®] E 200 (55 %溶 液)	3.0	0.2621
着色剂	10.0	0.8737
总计	100.0	8.737

[0095] 制备 Kelzan[®] CC 预混物

[0096] 首先,通过将去离子水和 Kathon[®] CG/ICP 添加至配备有高剪切混合器的小混合槽中制备 1.5% Kelzan[®] CC 预混物。在以 3000rpm 运行混合器下,添加 Kelzan[®] CC 并混合至少 1h 以确保 Kelzan[®] CC 适当的分散和水合作用。各添加成分的量在下面表 2 中列

出。

[0097] 表 2

[0098]

成分	在预混物中 wt %	在产物中 wt %
去离子水	97.0	9.053
Kelzan [®] CC	1.50	0.140
Kathon [®] CG/ICP	1.50	0.140
总计	100.0	9.333

[0099] 制备甲霜灵 / 叶菌唑溶液

[0100] 然后,制备甲霜灵和叶菌唑溶液。将丙二醇和己二醇添加至配备有混合器的混合槽中。当以足以维持漩涡的速度混合时,添加甲霜灵和叶菌唑。混合所述溶液直至其为澄清的和均匀的。任选地,可加热该溶液至 40℃ 以加快溶解速率,但溶液的温度不应超过 50℃。各添加成分的量在下面表 3 中列出。

[0101] 表 3

[0102]

成分	在预混物中 wt %	在产物中 wt %
甲霜灵 (97.0 % 的有效成分)	3.44 (3.34 % 的有效成分)	0.907
叶菌唑 (97.0 % 的有效成分)	1.72 (1.67 % 的有效成分)	0.454
丙二醇	18.97	5.00
己二醇	75.87	20.00
总计	100.0	26.361

[0103] 制备噻虫胺悬浮剂

[0104] 制备噻虫胺悬浮剂。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的混合槽中。当在保持漩涡的速率下混合时,添加 Tersperse[®] 2500、Tersperse[®] 4894 和 Surfynol[®] 104PG-50。混合所述混合物 10min 或直至其为均相。然后,添加部分 Kelzan[®] 预混物并混合 20min 或直至其为均相。然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡,同时逐渐加入噻虫胺。缓慢的添加噻虫胺速率避免了粉末在表面积聚。混合所述悬浮剂额外 20min 或直至噻

虫胺完全分散。任选地,可通过内嵌的 (in-line) 高速混合器再循环所述悬浮剂以促进分散过程。在下面表 4 中列出了各成分的量。

[0105] 表 4

[0106]

成分	在研磨基料中 wt%	在产物中 wt %
去离子水	48.96	3.28
Tersperse [®] 2500	1.49	0.10
Tersperse [®] 4894	0.30	0.020
Surfynol [®] 104PG-50	0.15	0.010
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	4.18	0.28
噻虫胺	44.92 (43.8 % 的有效成分)	3.01
总计	100.0	6.70

[0107] 然后用配备有 0.8-1.0mm 陶瓷介质的小介质研磨机将噻虫胺悬浮剂研磨至目标中值粒径。例如,可使用硅酸锆或氧化锆。也可使用任何可实现所需粒径的等效的小介质研磨机。

[0108] 制备制成品

[0109] 最后,制备制成品。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的主混合槽中。在设置保持漩涡的速率下,添加 **Selvol[®] 24-203** 并混合直至均相或 15min。完全稀释 **Selvol[®] 24-203** 以防止 PVA 沉淀。当混合时,添加 **Tersperse[®] 2500**、**Tersperse[®] 4893** 和 **Surfynol[®] 104PG-50** 至所述槽中。然后添加 **Michem[®] Lube 156P** 和 **Dur-O-Set[®] E-200** 至所述槽中。

[0110] 然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡。在至少 15min 的时间内缓慢添加噻虫胺悬浮剂至所述槽中。然后,缓慢添加甲霜灵和叶菌唑溶液至所述槽中。在高剪切下搅拌所述混合物至少 15min。

[0111] 在低剪切具有漩涡下运行所述混合器时,添加 **Stepanol[®] WA-Extra** 和 **Sunsperse[®] Red 48:2**。然后混合所述混合物 30min 或直至均相。最后,添加 **Kelzan[®] CC** 预混物并混合直至制剂是均相的。如果需要的话,可添加额外的水以调节粘度。下面表 5 中列出了各添加成分的量。

[0112] 表 5

[0113]

成分	wt %
去离子水	34.386
Selvol® 24-203	5.0
Tersperse® 2500	0.90
Tersperse® 4894	0.18
Surfynol® 104PG-50	0.090
Michem® Lube 156P	3.0
Dur-O-Set® E-200	3.0
噻虫胺悬浮剂	6.70
叶菌唑/甲霜灵溶液	26.361
Stepanol® WA-Extra	1.33
Sunsperse® Red 48:2	10.0
Kelzan® CC 1.5 % 预混物	9.053
总计	100.0

[0114] 实施例 2

[0115] 制备种子处理制剂

[0116] 使用下面的程序制备种子处理制剂,具有下表 6 中列出的以重量百分数和磅 / 加仑制成品表示的量。

[0117] 表 6

[0118]

成分	在制剂中 wt%	1 磅/加仑制成 品
去离子水	59.716	5.2550
Kelzan [®] CC	0.200	0.0176
Michem [®] Lube 156P (25 %溶液)	3.167	0.2787
Selvol [®] 24-203 (24 %溶液)	4.356	0.3833
丙二醇	5.141	0.4524
Kathon [®] CG/ICP	0.205	0.0180
Dow Corning [®] FG-10 消泡剂	0.079	0.0070
己二醇	5.014	0.4412
三羟甲基丙烷	1.110	0.0977
尿素	6.335	0.5575
Tersperse [®] 2500 (35 %溶液)	1.031	0.0907
Tersperse [®] 4894 (88 %溶液)	0.182	0.0160
Surfynol [®] 104PG (50 %溶液)	0.079	0.0070
甲霜灵 (99.0 % 的有效成分)	0.905	0.0796
噻虫胺 (98.8 % 的有效成分)	3.022	0.2659
叶菌唑 (98.7 % 的有效成分)	0.454	0.0400
Dur-O-Set [®] E 200 (55 %溶液)	3.035	0.2671
Sunspers [®] Red 48:2	5.969	0.5253
总计	100	8.80

[0119] 制备 Kelzan[®] CC 预混物

[0120] 首先,通过将去离子水和 Kathon[®] CG/ICP 添加至配备有高剪切混合器的小混合槽中制备 1.5% Kelzan[®] CC 预混物。在以 3000rpm 运行混合器下,添加 Kelzan[®] CC 并混合至少 1h 以确保 Kelzan[®] CC 适当的分散和水合作用。下表 7 中列出了各添加成分的量。

[0121] 表 7

[0122]

成分	预混物中 wt%	产物中 wt %
去离子水	96.96	12.928
Kelzan [®] CC	1.50	0.200
Kathon [®] CG/ICP	1.54	0.205
总计	100	13.333

[0123] 制备噻虫胺 / 甲霜灵 / 叶菌唑悬浮剂

[0124] 制备所述三种活性成分悬浮剂。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的混合槽中。当在保持漩涡的速率下混合时,添加 Tersperse[®] 2500、Tersperse[®] 4894、Dow Corning FG-10 消泡剂和 Surfynol[®] 104PG-50。混合所述混合物 10min 或直至其为均相。然后,添加部分 Kelzan[®] 预混物并混合 20min 或直至其为均相。然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡,同时逐渐加入噻虫胺、甲霜灵和叶菌唑。缓慢的添加所述固体物质速率避免了粉末在表面积聚。混合所述悬浮剂额外 20min 或直至所述固体活性成分完全分散。任选地,可通过内嵌的高速混合器再循环所述悬浮剂以促进分散过程。在下面表 8 中列出了各添加成分的量。

[0125] 表 8

[0126]

成分	在研磨基料中 wt %	在产物中 wt %
去离子水	43.44	3.910
Tersperse [®] 2500	2.00	0.180
Tersperse [®] 4894	0.50	0.045
Surfynol [®] 104PG-50	0.50	0.045
Dow Corning [®] FG-10 消泡剂	0.88	0.079
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	4.00	0.360
Metalaxyl (99.0 % 的有效成	10.06	0.905

[0127]

分)		
Clothianidin (98.8 %的有效成分)	33.58	3.022
Metconazole (98.7 %的有效成分)	5.04	0.454
总计	100	9.000

[0128] 然后用配备有 0.8-1mm 陶瓷介质的小介质研磨机将所述悬浮剂研磨至目标中值粒径。例如,可使用硅酸锆或氧化锆。也可使用任何可实现所需粒径的等效的小介质研磨机。

[0129] 制备制成品

[0130] 最后,制备制成品。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的主混合槽中。在设置保持漩涡的速率下,添加 **Selvol**[®] 24-203 并混合直至均相或 15min。完全稀释 **Selvol**[®] 24-203 以防止 PVA 沉淀。当混合时,添加丙二醇、己二醇、三羟甲基丙烷、尿素和剩余的 **Tersperse**[®] 2500、**Tersperse**[®] 4894 和 **Surfynol**[®] 104PG-50 至所述槽中。然后添加 **Michem**[®] Lube 156P 和 **Dur-O-Set**[®] E-200 至所述槽中。

[0131] 然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡。在至少 15min 的时间内缓慢添加噻虫胺 / 甲霜灵 / 叶菌唑悬浮剂至所述槽中。然后,缓慢添加甲霜灵和叶菌唑溶液至所述槽中。在高剪切下搅拌所述混合物至少 15min。

[0132] 在低剪切具有漩涡下运行所述混合器时,添加 **Sunsperse**[®] Red 48:2。然后混合所述混合物 30min 或直至均相。最后,添加余量的 **Kelzan**[®] CC 预混物并混合直至制剂是均相的。如果需要的话,可添加额外的水以调节粘度。下面表 9 中列出了各添加成分的量。

[0133] 表 9

[0134]

成分	wt%
去离子水	42.878

[0135]

Selvol [®] 24-203	4.356
丙二醇	5.141
己二醇	5.014
三羟甲基丙烷	1.110
尿素	6.335
Tersperse [®] 2500	0.851
Tersperse [®] 4894	0.137
Surfynol [®] 104PG-50	0.034
Michem [®] Lube 156P	3.167
Dur-O-Set [®] E-200	3.035
噻虫胺/甲霜灵/叶菌唑悬浮剂	9.000
Sunsperse [®] Red 48:2	5.969
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	12.973
总计	100

[0136] 实施例 3

[0137] 制备种子处理制剂

[0138] 使用下面的程序制备种子处理制剂,具有下表 10 中列出的以重量百分数和磅/加仑制成品表示的量。

[0139] 表 10

[0140]

成分	在制剂中 wt%	1 磅/加仑制成品
去离子水	66.731	6.0389
Kelzan [®] CC	0.180	0.0163
Michem [®] Lube 156P (25 %溶液)	4.400	0.3982
Selvol [®] 203 (固体)	2.000	0.1810
丙二醇	4.600	0.4163

[0141]

Kathon [®] CG/ICP	0.200	0.0181
三羟甲基丙烷	0.960	0.0869
尿素	4.600	0.4163
Tersperse [®] 2500 (35%溶液)	1.300	0.1176
Tersperse [®] 4894 (88 %溶液)	0.250	0.0226
Surfynol [®] 104PG (50 %溶液)	0.250	0.0226
甲霜灵(99.0 %的有效成分)	1.818	0.1645
噻虫胺(97.5 %的有效成分)	9.590	0.8679
叶菌唑(97.0 %的有效成分)	0.371	0.0336
Dur-O-Set [®] E 200 (55 %溶液)	2.750	0.2489
总计	100	9.05

[0142] 制备 Selvol[®] 20320%溶液

[0143] 首先,制备 20% Selvol[®] 203 水溶液。将去离子水添加至能够将其容纳物加热至至少 100℃的小混合槽中。当以保持漩涡的速率混合时,添加固体 Selvol[®] 203 至所述槽中。然后在连续混合下将所述混合物加热至 90℃直至 Selvol[®] 203 完全溶解。将所述混合物冷却至环境温度。下表 11 中列出了各添加成分的量。

[0144] 表 11

[0145]

成分	在预混物中 wt %	在产品中 wt %
去离子水	80.00	8.00
Selvol [®] 203	20.00	2.00
总计	100	10.00

[0146] 制备 Kelzan[®] CC 预混物

[0147] 然后,通过将去离子水和 Kathon[®] CG/ICP 添加至配备有高剪切混合器的小混合槽中制备 1.5% Kelzan[®] CC 预混物。在以 3000rpm 运行混合器下,添加 Kelzan[®] CC 并混合至少 1h 以确保 Kelzan[®] CC 适当的分散和水合作用。下表 12 中列出了各添加成分的量。

[0148] 表 12

[0149]

成分	在预混物中 wt %	在产品中 wt %
去离子水	96.833	12.392
Kelzan [®] CC	1.500	0.180
Kathon [®] CG/ICP	1.667	0.200
总计	100	12.772

[0150] 制备噻虫胺 / 甲霜灵 / 叶菌唑悬浮剂

[0151] 制备所述三种活性成分悬浮剂。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的混合槽中。当在保持漩涡的速率下混合时,添加 Tersperse[®] 2500、Tersperse[®] 4894 和 Surfynol[®] 104PG-50。混合所述混合物 10min 或直至其为均相。然后,添加部分 Kelzan[®] 预混物并混合 20min 或直至其为均相。然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡,同时逐渐加入噻虫胺、甲霜灵和叶菌唑。缓慢的添加所述固体物质速率避免了粉末在表面积聚。混合所述悬浮剂额外 20min 或直至所述固体活性成分完全分散。任选地,可通过内嵌的高速混合器再循环所述悬浮剂以促进分散过程。在下面表 13 中列出了各添加成分的量。

[0152] 表 13

[0153]

Ingredients	在研磨基料中 wt %	在产物中 wt %
去离子水	43.921	10.541
Tersperse [®] 2500	2.000	0.480
Tersperse [®] 4894	0.500	0.120
Surfynol [®] 104PG-50	0.500	0.120
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	4.000	0.960
噻虫胺(97.5 % 的有效成分)	39.958	9.590
甲霜灵(99.0 % 的有效成分)	7.575	1.818
叶菌唑(97.0 % 的有效成分)	1.546	0.371

[0154]

总计	100	24.000
-----------	------------	---------------

[0155] 然后用配备有 0.8-1mm 陶瓷介质的小介质研磨机将所述悬浮剂研磨至目标中值粒径。例如,可使用硅酸锆或氧化锆。也可使用任何可实现所需粒径的等效的小介质研磨机。

[0156] 制备制成品

[0157] 最后,制备制成品。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的主混合槽中。在设置保持漩涡的速率下,添加 20% Selvol[®] 203 溶液并混合直至均相或 15min。完全稀释 Selvol[®] 24-203 溶液以防止 PVA 沉淀。当混合时,添加丙二醇、三羟甲基丙烷、尿素和余量的 Tersperse[®] 2500、Tersperse[®] 4894 和 Surfynol[®] 104PG-50 至所述槽中。然后添加 Michem[®] Lube 156P 和 Dur-O-Set[®] E-200 至所述槽中。

[0158] 然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡。在至少 15min 的时间内缓慢添加噻虫胺 / 甲霜灵 / 叶菌唑悬浮剂至所述槽中。在高剪切下搅拌所述混合物至少 15min。

[0159] 在低剪切具有漩涡下运行所述混合器时,添加余量的 Kelzan[®] CC 预混物并混合直至制剂是均相的。如果需要的话,可添加额外的水以调节粘度。下面表 14 中列出了各添加成分的量。

[0160] 表 14

[0161]

成分	wt%
去离子水	35.798
Selvol [®] 203 20% 溶液	10.000
丙二醇	4.600
三羟甲基丙烷	0.960
尿素	4.600
Tersperse [®] 2500	0.820
Tersperse [®] 4894	0.130
Surfynol [®] 104PG-50	0.130
Michem [®] Lube 156P	4.400

[0162]

Dur-O-Set [®] E-200	2.750
噻虫胺/甲霜灵/叶菌唑悬浮剂	24.000
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	11.812
总计	100

[0163] 实施例 4

[0164] 制备种子处理制剂

[0165] 使用下面的程序制备种子处理制剂,具有下表 15 中列出的以重量百分数和磅 / 加

仑制成品表示的量。

[0166] 表 15

[0167]

成分	在制剂中 wt%	1 磅/加仑制成品
去离子水	68.204	5.8443
Kelzan [®] CC	0.250	0.0214
Michem [®] Lube 156P (25 %溶液)	4.400	0.3770
Selvol [®] 203 (固体)	1.500	0.1285
丙二醇	5.000	0.4284
乙二醇	10.000	0.8569
Kathon [®] CG/ICP	0.200	0.0171
Tersperse [®] 2500 (35%溶液)	1.000	0.0857
Tersperse [®] 4894 (88 %溶液)	0.200	0.0171
Surfynol [®] 104PG (50 %溶液)	0.100	0.0086
甲霜灵(99.0 %的有效成分)	0.586	0.0502
噻虫胺(97.5 %的有效成分)	3.405	0.2918
叶菌唑(97.0 %的有效成分)	0.155	0.0133
Sunsperse [®] Red 48:2	5.000	0.4284
总计	100	8.57

[0168] 制备 Selvol[®] 20320%溶液

[0169] 首先,制备 20% Selvol[®] 203 水溶液。将去离子水添加至能够将其容纳物加热至至少 100℃的小混合槽中。当以保持漩涡的速率混合时,添加固体 Selvol[®] 203 至所述槽中。然后在连续混合下将所述混合物加热至 90℃直至 Selvol[®] 203 完全溶解。将所述混合物冷却至环境温度。下表 16 中列出了各添加成分的量。

[0170] 表 16

[0171]

成分	在预混物中 wt %	在产物中 wt %
去离子水	80.00	6.00
Selvol [®] 203	20.00	1.50
总计	100	7.50

[0172] 制备Kelzan[®] CC 预混物

[0173] 然后,通过将去离子水和 Kathon[®] CG/ICP 添加至配备有高剪切混合器的小混合槽中制备 1.5% Kelzan[®] CC 预混物。在以 3000rpm 运行混合器下,添加 Kelzan[®] CC 并混合至少 1h 以确保 Kelzan[®] CC 适当的分散和水合作用。下表 17 中列出了各添加成分的量。

[0174] 表 17

[0175]

成分	在预混物中 wt %	在产物中 wt %
去离子水	97.300	17.129
Kelzan [®] CC	1.500	0.250
Kathon [®] CG/ICP	1.200	0.200
总计	100	17.579

[0176] 制备甲霜灵 / 叶菌唑溶液

[0177] 制备甲霜灵和叶菌唑溶液。将丙二醇和己二醇添加至配备有混合器的混合槽中。当以足以维持漩涡的速度混合时,添加甲霜灵和叶菌唑。混合所述溶液直至其为澄清的和均匀的。任选地,可加热该溶液至 40℃ 以加快溶解速率,但溶液的温度不应超过 50℃。下表 18 中列出了各添加成分的量。

[0178] 表 18

[0179]

成分	在预混物中 wt%	在产物中 wt%
甲霜灵(99.0 %的活性成分)	3.723	0.586
叶菌唑(97.0 %的活性成分)	0.985	0.155
丙二醇	31.764	5.000
己二醇	63.528	10.000
总计	100	15.741

[0180] 制备噻虫胺悬浮剂

[0181] 制备噻虫胺悬浮剂。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的混合槽中。当在保持漩涡的速率下混合时,添加 Tersperse[®] 2500、Tersperse[®] 4894 和 Surfynol[®] 104PG-50。混合所述混合物 10min 或直至其为均相。然后,添加部分 Kelzan[®] 预混物并混合 20min 或直至其为均相。然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡,同时逐渐加入噻虫胺。缓慢的添加固体物质速率避免了粉末在表面积聚。混合所述悬浮剂额外 20min 或直至噻虫胺完全分散。任选地,可通过内嵌的高速混合器再循环所述悬浮剂以促进分散过程。在下面表 19 中列出了各成分的量。

[0182] 表 19

[0183]

成分	在研磨基料中 wt%	在产物中 wt%
去离子水	44.357	3.105
Tersperse [®] 2500	2.000	0.140
Tersperse [®] 4894	0.500	0.035
Surfynol [®] 104PG-50	0.500	0.035
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	4.000	0.280
噻虫胺(97.5 % 的有效成分)	48.643	3.405

[0184]

总计	100	7.000
-----------	------------	--------------

[0185] 然后用配备有 0.8-1mm 陶瓷介质的小介质研磨机将所述悬浮剂研磨至目标中值粒径。例如,可使用硅酸锆或氧化锆。也可使用任何可实现所需粒径的等效的小介质研磨

机。

[0186] 制备制成品

[0187] 最后,制备制成品。将去离子水添加至配备有高剪切混合器的主混合槽中。在设置保持漩涡的速率下,添加 20% **Selvol**[®] 203 溶液并混合直至均相或 15min。完全稀释 **Selvol**[®] 24-203 溶液以防止 PVA 沉淀。当混合时,添加 **Tersperse**[®] 2500、**Tersperse**[®] 4894 和 **Surfynol**[®] 104PG-50 至所述槽中。然后添加 **Michem**[®] Lube 156P 至所述槽中。

[0188] 然后增加混合器速率以提供高剪切和漩涡。在至少 15min 的时间内缓慢添加噻虫胺悬浮剂至所述槽中。然后,缓慢添加甲霜灵和叶菌唑溶液至所述槽中。在高剪切下搅拌所述混合物至少 15min。

[0189] 然后添加 **Sunsperse**[®] Red 48:2。最后,添加余量的 **Kelzan**[®] CC 预混物并混合直至制剂是均相的。如果需要的话,可添加额外的水以调节粘度。下面表 20 中列出了各添加成分的量。

[0190] 表 20

[0191]

成分	wt%
水	41.970
Selvol [®] 203 (20%溶液)	7.500
Tersperse [®] 2500	0.860
Tersperse [®] 4894	0.165
Surfynol [®] 104PG-50	0.065
Michem [®] Lube 156P	4.400
噻虫胺悬浮剂	7.000

[0192]

甲霜灵/叶菌唑溶液	15.741
Sunsperse [®] Red 48:2	5.000
Kelzan [®] CC 1.5 % 预混物	17.299
总计	100

[0193] 实施例 5

[0194] 对本发明的制剂进行种子安全性和功效测试。本发明的制剂提供了优异的种子安全性和抗种子和幼苗病害和昆虫的有效保护。此外,所述种子处理减少活性成分和惰性物质从所处理的种子中灰尘去除 (dust-off)。功效与未处理的种子和熟悉种子产业的人员周

知的商业种子处理标准相比较。

[0195] 种子安全性

[0196] 利用在种子产业中使用的标准方法实施已处理小麦种子的冷、温和冷发芽试验以验证本发明的制剂对种子是安全的。在处理 6 个月测量发芽,结果在下表 21 中显示。三个试验的结果显示实施例 2 的制剂不降低发芽,但得到等于未经处理的种子的发芽值。

[0197] 表 21

[0198]

处理	总克数 A.I./100 KG 种子	冷试验 (% 发芽)	温试验 (% 发芽)	冷试验 (% 发芽)
未处理	-	99.5	98.5	94.0
实施例 2 的制剂	14.5	99.0	99.0	96.75
实施例 2 的制剂	21.75	99.5	98.5	94.0

[0199] 冬小麦发芽研究

[0200] 用相同种子处理方法处理的小麦和大麦种子在处理 3 年后储存 3 年。温发芽试验显示,实施例 2 的制剂在 3 年的储存内是种子安全的且与未处理的种子相似。在发芽测试中没有观察到负面影响。

[0201] 表 22

[0202]

处理	总克数 A.I./100 KG 种子	大麦温试验 (%发芽)	小麦温试验 (%发芽)
未处理	-	100	90.5
实施例 2 制剂	14.5	99.5	86
实施例 2 制剂	21.75	100	90.5

[0203] 抗种子 / 幼苗病害功效

[0204] 实验 1

[0205] 在旨在评估实施例 2 的制剂抗小麦冠腐病菌 (*Fusarium pseudograminearum*) 的现场性能和幼苗保护的现场研究中,在种植时病原体的接种体放置在具有小麦种子的播种沟中。在具有和不具有接种体的情况下种植未处理的种子以评估在林分建成 (stand establishment)、幼苗活力 (高度和植物健康率) 和产量上的病害影响。研究显示实施例 2 的制剂相对于未处理的接种的处理具有显著的林分改善,且以两种比率应用的产物具有与未处理的未接种的处理相同的林分建立。实施例 2 的制剂的植物高度和活力等级也显著好于未处理的接种的处理并等于未处理的未接种的处理。处理的最终产量评估证明了在实施例 2 的制剂中提供的杀真菌剂保护在控制小麦冠腐病菌的功效,相对于未处理的接种的处理具有 11.4 - 11.7 Bu/A 的增加。

[0206] 表 23

[0207]

处理	总克数 A.I./100 KG 种子	# 植物 /平方英尺	植物高度 (cm)	植物活力 (0-5) @ 46 DAP	产量(Bu/A)
未处理的未 接种的	-	32	72	4.33	68.7
未处理的接 种的	-	24	68	3.16	58.3
实施例 2 的 制剂	14.5	31	76	4.66	69.7

[0208]

实施例 2 的 制剂	21.75	34	76	4.83	70.0
---------------	-------	----	----	------	------

[0209] 用小麦冠腐病菌接种的春小麦试验

[0210] 试验 2

[0211] 在现场试验中实施例 2 的制剂提供了抗由病原体、麦散黑粉菌引起的大麦散黑穗病的优异活性。处理中的林分建立没有显示显著差异。来自研究的产量数据显示实施例 2 的制剂相对于未处理的大麦提供了 3.16-5.33Bu/A 的数值增加。

[0212] 表 24

[0213]

处理	总克数 A.I./100 KG 种子	林分计数/米 行	患黑穗病头/ 20 英尺行	产量(Bu/A)
未处理	-	24.5	21.25	62.00
实施例 2 的制 剂	14.5	24.3	1.50	67.33
实施例 2 的制 剂	21.75	30.5	0.75	65.16

[0214] 春大麦散黑穗病（麦散黑粉菌）试验

[0215] 抗种子 / 幼苗昆虫功效

[0216] 金针虫居住在田间土壤中以种子和发芽的幼苗为食,导致造成农作物田间林分建立损失的植物损害。在实施的其中在田间已发现金针虫的春小麦试验中,未经处理的小麦林分显著次于所有杀真菌剂、杀昆虫剂或杀真菌剂和杀昆虫剂的结合的处理。当用甲霜灵或叶菌唑处理种子时,每 0.25m²显著增加 1 株植物。单独的噻虫胺处理比未处理的多 2.7 株植物。所测试的两种比率的实施例 2 的制剂提供了所用被评估的处理中最好的林分建立,相对于未处理给出了显著的 5.2 株植物的增加并显著好于单独的杀真菌剂或单独的噻虫胺。

[0217] 表 25

[0218]

处理	总克数 A.I./100 KG 种子	植物林分 #植物/ 0.25 m ²
未处理	-	12.8
甲霜灵	3	13.8
叶菌唑	1.5	13.5
噻虫胺	10	15.5
实施例 2 的制剂	14.5	18.0
实施例 2 的制剂	21.75	18.0

[0219] 春小麦试验。在种植时田间土壤自然大批滋生金针虫。

[0220] 减少处理种子的活性成分 / 惰性物质的灰尘去除

[0221] 用 Heubach 量尘器实施了在处理种子上的灰尘保留测量。这样的方法允许制剂在种皮保留活性成分方面的评估,消除操作过程中环境中的灰尘。实施例 2 的制剂灰尘值等于或小于未处理的种子。

[0222] 表 26

[0223]

处理	应用的总克数 A.I. /100 KG 种子	从处理的种子中回收 的平均灰尘 (g/100 KG 种子)
未处理的对照	0	0.63
甲霜灵+叶菌唑预混物	4.5	0.47
甲霜灵+叶菌唑预混物+噻虫胺	35.75	0.63
实施例 2 的制剂	14.5	0.53
实施例 2 的制剂	21.75	0.63

[0224] 处理的 Jagger 小麦的 Heubach 量尘器测量。

[0225] 产量性能研究

[0226] 下表提供了在冬小麦试验中的产量性能。蚜虫类被认为是田间试验的害虫。实施例 1 的制剂通过有效控制所述害虫提供了增加了的产量。

[0227] 表 27

[0228]

处理	应用的总克数 A.I. /100 KG 种子	产量 (Bu/A)
未处理	-	58.2
实施例 1 的制剂	14.5	60.1
实施例 1 的制剂	21.75	67.1

[0229] 冬小麦研究。蚜虫类视为田间试验害虫。