



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 152 152** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **A 01 N 25/26, 63/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 95113186/04, 26.07.1995
(24) Дата начала действия патента: 26.07.1995
(30) Приоритет: 27.07.1994 US 08/281,916
13.10.1994 US 08/322679
(46) Дата публикации: 10.07.2000
(56) Ссылки: EP 0250908 A2, 07.01.1988. WO
89/04170 A1, 18.05.1989. EP 0014514 A2,
20.08.1980. WO 92/19102, 12.11.1992. SU
1075948 A, 23.02.1984.
(98) Адрес для переписки:
129010, Москва, ул. Большая Спасская 25,
стр.3, "Городисский и Партнеры", Лебедевой
Н.Г.

(71) Заявитель:
АМЕРИКАН ЦИАНАМИД КОМПАНИ (US)
(72) Изобретатель: Фахруддин Ахмед (US)
(73) Патентообладатель:
АМЕРИКАН ЦИАНАМИД КОМПАНИ (US)

(54) ПЕСТИЦИДНЫЕ АГЕНТЫ С ПОКРЫТИЕМ, СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ И СОДЕРЖАЩИЕ ИХ КОМПОЗИЦИИ

(57)
Описывается способ получения пестицидного агента с покрытием в водной среде, включающий: а) приготовление водной смеси зависящего от рН полимера и пластификатора; б) растворение зависящего от рН полимера путем доведения рН смеси со стадии (а) с помощью основания до величины, превышающей рН солюбилизации этого полимера; в) добавление к раствору со стадии (б) пестицидного агента, ультрафиолетового протектора, необязательно производного стильбена, необязательно дезинтегрирующего агента и необязательно добавки для повышения текучести сухого продукта/уменьшения

липкости, и смешивание для получения гомогенной суспензии, содержащей растворенный рН-зависимый полимер; d) сушку гомогенной суспензии со стадии (с) и необязательно е) измельчение сухого продукта со стадии (d). Зависимый от рН полимер выбирают из группы, состоящей из сополимера метакриловой кислоты и метилметакрилата и их смесей и сополимера малеинового ангидрида и стирола. Технический результат - получение пестицидного агента с покрытием, который сохраняет значительный уровень своей первоначальной активности после воздействия ультрафиолетового излучения. 4 с. и 6 з.п.ф-лы, 7 ил., 9 табл.

RU 2 1 5 2 1 5 2 C 2

RU 2 1 5 2 1 5 2 C 2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 152 152** ⁽¹³⁾ **C2**
 (51) Int. Cl.⁷ **A 01 N 25/26, 63/00**

RUSSIAN AGENCY
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 95113186/04, 26.07.1995
 (24) Effective date for property rights: 26.07.1995
 (30) Priority: 27.07.1994 US 08/281,916
 13.10.1994 US 08/322679
 (46) Date of publication: 10.07.2000
 (98) Mail address:
 129010, Moskva, ul. Bol'shaja Spasskaja 25,
 str.3, "Gorodisskij i Partnery", Lebedevoj N.G.

(71) Applicant:
AMERIKAN TsIANAMID KOMPANI (US)
 (72) Inventor: **Fakhruddin Akhmed (US)**
 (73) Proprietor:
AMERIKAN TsIANAMID KOMPANI (US)

(54) **PESTICIDE AGENTS WITH COVER, METHODS OF THEIR PREPARING AND COMPOSITIONS CONTAINING THEREOF**

(57) Abstract:
 FIELD: agriculture, pesticides.
 SUBSTANCE: invention describes method of preparing pesticide agent with cover in aqueous medium that involves: a) preparing aqueous mixture of pH-dependent polymer and plasticizer; b) dissolution of pH-dependent polymer by bringing about the mixture from the stage (a) with base to pH value above that of solubilization of this polymer; c) addition of pesticide agent from the stage (b), ultraviolet protecting agent being optionally stilbene derivative, optionally disintegrating agent and optionally addition to increase fluidity of dry product/decrease

of stickiness to solution and mixing to obtain homogeneous suspension containing dissolved pH-dependent polymer; d) drying homogeneous suspension from the stage (c) and optionally e) milling dry product from the stage (d). pH-Depending polymer is taken among the group consisting of copolymer of methacrylic acid and methylmethacrylate and their mixtures and copolymer of maleic anhydride and styrene. Obtained pesticide agent with cover retains the significant level of its parent activity after ultraviolet irradiation. EFFECT: improved properties and quality of agents, improved method of preparing. 10 cl, 9 tbl

RU 2 1 5 2 1 5 2 C 2

RU 2 1 5 2 1 5 2 C 2

Некоторые пестицидные агенты инактивируются под действием солнечного ультрафиолетового излучения. Так как пестицидные агенты используют для борьбы с вредителями и паразитами и применяют на участках, где они подвергаются воздействию ультрафиолетового излучения, возникает потребность в создании светостойких композиций, содержащих эти агенты.

Для предупреждения инактивации пестицидных агентов под действием ультрафиолетового излучения готовят композиции, содержащие поглотители и/или отражатели УФ-излучения и пестицидный агент.

В патенте США 3541203 описана защищенная вирусная композиция для борьбы с насекомыми. Предпочтительный ее вариант включает вирус, актиничный (фотохимически активный) светопоглощающий материал и полимерное связующее. Отмечено, что для того, чтобы связать смесь актиничного светопоглощающего материала и вируса совместно с этилцеллюлозным полимерным материалом, эту смесь смешивают с этилцеллюлозой в растворе толуола. Полученную смесь перемешивают, обрабатывают полибутадиеном и выливают в нефтяной дистиллят, что вызывает отверждение этилцеллюлозы с получением мельчайших частиц этилцеллюлозного полимерного материала, который содержит в себе смесь актиничного светопоглощающего материала и вируса в виде включений, однородно и равномерно распределенных внутри этих частиц. Частицы впоследствии промывают несколько раз добавочным количеством нефтяного дистиллята до полного удаления остаточных количеств жидкого полибутадиена. К сожалению, способ, используемый для получения предпочтительных композиций патента США 3541203, не является полностью удовлетворительным, поскольку предусматривает применение токсичных материалов и включает многочисленные стадии промывки с применением огнеопасных растворителей.

В патенте США 4948586 описан микрокапсулированный инсектицидный патоген. Продемонстрированы четыре микрокапсулированные композиции с целью снижения фотоинактивации *Autographa californica* NPV. Однако микрокапсулированные композиции сохраняют лишь от 30,7 до 71,43 процента своей первоначальной активности до воздействия на них солнечного света. Патент раскрывает также многоступенчатый, длительный и трудоемкий способ получения микрокапсулированных инсектицидных патогенов. Очевидно, что ни способ, ни микрокапсулированные инсектицидные патогены, описанные в патенте США 4948586, не удовлетворяют требованиям, предъявляемым к их защите от воздействия ультрафиолетового излучения.

Цель настоящего изобретения состоит в том, чтобы обеспечить пестицидный агент с покрытием, который сохраняет значительный уровень своей первоначальной активности после воздействия ультрафиолетового излучения.

Кроме того, цель настоящего изобретения

состоит в том, чтобы обеспечить простые, легко осуществляемые способы получения пестицидных агентов, содержащих покрытие, которые наиболее удобны для промышленного производства.

5 Еще одна цель настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить смачивающуюся порошкообразную пестицидную композицию, содержащую пестицидный агент с покрытием.

10 В настоящем изобретении описаны пестицидные агенты с покрытием, сохраняющие значительное количество своей первоначальной активности после воздействия ультрафиолетового излучения.

15 Предлагаемые пестицидные агенты с покрытием включают "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, которая содержит от 2 до 25% вес. зависимо от pH полимера, от 0 до 5% вес. пластификатора, от 5 до 45% вес. ультрафиолетового протектора, от 0 до 75% вес. соединения стиблена, от 0 до 10% вес. дезинтегрирующего агента и от 0 до 10% вес. добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости). Кроме того, в настоящем изобретении предлагаются способы получения пестицидных агентов с покрытием и содержащих их смачивающихся порошкообразных композиций.

Краткое описание чертежей

30 Фиг. 1 представляет собой схематическое изображение генома AcMNPV, демонстрирующего местоположение гена *egt*. На фиг. 1А полный геном AcMNPV представлен в единицах карты и в виде рестриктазных карт Eco RI и Hind III. Фиг. 1В иллюстрирует более подробную карту области, расположенную между единицами карты 7,6 и 11,1, и показывает местоположение гена *egt*.

35 Фиг. 2А представляет собой схематическое изображение области гена *egt*, которое демонстрирует ключевые сайты рестрикции между единицами карты 8,3 и 9,8 в геноме AcMNPV. Фиг. 2В представляет собой расположение открытых рамок считывания в виде три вперед (1', 2', 3') и три в противоположную сторону (1'', 2'', 3'') у генома AcMNPV между единицами карты 8, 3 и 9, 8. Большая открытая рамка считывания в рамке генетического кода 2 указывает на положение кодирующей области белка гена *egt*.

40 Фиг. 3 представляет собой схематическое изображение организации и происхождения фрагментов ДНК, используемых для построения вектора переноса NF4 генома AcMNPV V8 (без нагрузки). Фиг. 3А представляет собой метод, по которому фрагменты А - D соединяются, образуя вектор NF4. Фиг. 3В представляет собой схематическое изображение способа, используемого для получения фрагментов С и D. Стрелки над линейной рестриктазной картой фрагмента AcMNPV V8 Eco R1 "I" показывают местоположение и транскрипционную полярность главных открытых рамок считывания (ORFS), расположенных между единицами карты 0,32 и 5,83 в геноме AcMNPV. Символы "Н" и "Е" указывают на местоположение сайтов узнавания (так называемых R-участков) для эндонуклеаз рестрикции (рестриктаз) Hind III и Eco RI соответственно.

Фиг. 4 иллюстрирует подробности построения плазмиды рBS ADK-AaIT, которая содержит гетерологичную генетическую сигнальную последовательность адипокинетического гормона и кодоноптоимизированную последовательность к-ДНК, кодирующую AaIT.

Фиг. 5 иллюстрирует часть модулярного экспрессирующего вектора с сайтами Bsu 361 и Sse 83871 на противоположных концах экспрессирующей кассеты, содержащей модуль промотора, модуль полилинкера и модуль 3' UTR. Модуль полилинкера содержит сайт узнавания Esp 31. Область, связанная наиболее удаленными от середины сайтами Bsu 361 и Sse 83871, определяют как модуль инсерции вируса.

Фиг. 6 иллюстрирует ход полимеразной реакции синтеза цепи (PCR) для амплификации системы генетический сигнал адипокина/кодоноптоимизированный ген AaIT (ADK AaIT) с последующим дигерированием с Bam HI.

Фиг. 7 иллюстрирует схематическое изображение модулярного экспрессирующего вектора (AC0075.1), образованного инсерцией (вставкой) вышеупомянутой системы ADK AaIT в pMEV1.1, который содержит промотор AcMNPV DA26.

В настоящем изобретении описаны способы получения пестицидных агентов с покрытием, позволяющие обойти трудности, присущие известным методам.

Один из способов включает следующие стадии:

a) приготовление смеси рН-зависимого полимера, пестицидного агента, необязательно пластификатора, ультрафиолетового протектора, необязательно соединения стилибена, необязательно дезинтегрирующего агента и необязательно добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости) в органическом растворителе, в частности ацетоне, С₁-С₃ спирте или их комбинации, для получения гомогенной суспензии;

b) сушка гомогенной суспензии со стадии (a); и необязательно

c) измельчение сухого продукта со стадии (b).

Способ обеспечивает эффективный двух-трехступенчатый процесс получения пестицидных агентов с покрытием, позволяющий избежать многочисленных стадий промывки с применением огнеопасных растворителей. Кроме того, в предлагаемом способе предпочтительно используется растворитель в виде смеси ацетон/С₁-С₃ спирт, который заметно не инактивирует такие пестицидные агенты, как инсектицидные патогены. Другие органические растворители, упоминаемые в литературе, не обладают такими свойствами и могут оказывать противоположное действие.

Хотя, как полагают, вышеупомянутый способ обладает значительным преимуществом по сравнению с известными, предлагается также предпочтительный способ, который позволяет избежать применения органических растворителей.

Было установлено, что пестицидные агенты с покрытием могут быть получены в водной среде способом, который включает

следующие стадии:

a) приготовление водной смеси рН-зависимого полимера и необязательно пластификатора;

b) растворение рН-зависимого полимера путем доведения рН смеси со стадии (a) до 8,5-10 с помощью основания;

c) добавление к раствору со стадии (b) пестицидного агента, ультрафиолетового протектора, необязательно производного стилибена, необязательно дезинтегрирующего агента и необязательно добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости) и смешивание для получения гомогенной суспензии;

d) сушка гомогенной суспензии со стадии (c); и необязательно

e) измельчение сухого продукта со стадии (d).

Преимущество водного способа состоит в том, что он не предусматривает использования многократного смешивания и эмульгирования, не требует многочисленных стадий промывки с применением огнеопасных растворителей и, кроме того, не предусматривает использования органических растворителей.

Пестицидные агенты с покрытием предпочтительно имеют размер частиц менее 20 мкм и более предпочтительно 2-10 мкм. Гомогенные суспензии сушат с применением стандартных методик сушки. Предпочтительно суспензии сушат распылением или в естественных условиях.

Предпочтительные пестицидные агенты с покрытием, получаемые описанным выше способом, включают "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, которая содержит от 2 до 25% вес. зависимо от рН полимера, до 5% вес. пластификатора, от 5 до 45% вес. ультрафиолетового протектора, до 75% вес. соединения стилибена, до 10% вес. дезинтегрирующего агента и до 10% вес. добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости).

Соотношение пестицидного агента и матрицы предпочтительно составляет от 1:1 до 1:10; соотношение ацетона и С₁-С₃ спирта предпочтительно составляет от 1:9 до 9:1 и более предпочтительно - от 1:4 до 2:3. Подходящими С₁-С₃ спиртами для применения в органическом (неводном) процессе являются метанол, этанол, изопропанол и н-пропанол, причем изопропанол считается предпочтительным.

Подходящие пестицидные агенты включают химические и биологические инсектициды, акарициды, нематоциды и фунгициды или их смеси, которые инактивируются ультрафиолетовым излучением. К предпочтительным

пестицидным агентам относятся инсектицидные патогены, в частности вирусные патогены, бактериальные патогены и грибковые патогены. Подходящие для использования вирусные патогены включают: NPV дикого шелкопряда; Autographa californica NPV'S, в частности AcMNPV E2, AcMNPV L1, AcMNPV V8, V8vEGTDEL И V8vEGTDEL-AaIT; NPV волнянки псевдотсуговой; NPV пилильщика соснового рыжего и Heliotic zea NPV. К наиболее предпочтительным пестицидным агентам относятся NPV дикого шелкопряда, AcMNPV

E2, AcMNPV L1, AcMNPV V8, V8vEGTDEL и V8vEGTDEL-AaIT и Helioctic zea NPV.

AcMNPV E2 описан в Европейском патенте 621337, опубликованном 26 октября 1994 года.

Подходящие зависимые от pH полимеры включают полимеры, в основном не растворимые в среде с pH ниже 5, например сополимеры метакриловой кислоты и метилметакрилата, сополимеры малеинового ангидрида и стирола и им подобные или их смеси. Предпочтительные pH-зависимые полимеры включают сополимеры метакриловой кислоты и метилметакрилата и их смеси, а также сополимеры малеинового ангидрида и стирола. К наиболее предпочтительным полимерам относятся Eudragit®S (сополимер метакриловой кислоты и метилметакрилата, где соотношение между свободными карбоксильными и сложноэфирными группами составляет 1:2; Roehm Pharma GmbH, Weiterstadt, Germany); Eudragit®L (сополимер метакриловой кислоты и метилметакрилата, где соотношение между свободными карбоксильными и сложноэфирными группами составляет 1:1; Roehm Pharma GmbH) и их смеси.

Подходящие пластификаторы включают любое из известных стандартных веществ, применяемых для этой цели, например полиэтиленгликоли, полипропиленгликоли, диэтилфталат, дибутилфталат, сложные эфиры лимонной кислоты, касторовое масло, триацетин и им подобные, или их смеси, причем полиэтиленгликоли, имеющие молекулярный вес от 300 до 1000, являются предпочтительными.

Ультрафиолетовые протекторы используются в настоящем изобретении для снижения фотоинактивации пестицидного агента. К подходящим УФ-протекторам относятся ультрафиолетовые поглотители и ультрафиолетовые отражатели или их смеси. Ультрафиолетовые поглотители включают различные формы углерода, в частности углеродная сажа, бензофеноны, в частности 2-гидрокси-4-метокси-бензофенон (CYASORB RUV9, Cytec Ind), 2,2'-дигидрокси-4-метокси-бензофенон (CYASORB^{RUV} 24, Cytec Ind), 2-гидрокси-4-акрилоксиэтоксibenзофенон-бензофенон (CYASORB^{RUV} 2098, Cytec Ind), 2-гидрокси-4-н-октоксибензофенон (CYASORB^{RUV} 531, Cytec Ind) и им подобные, и красители, такие как конго красный, малахитовый зеленый, гидрохлорид малахитового зеленого, метиловый оранжевый, метиловый зеленый, бриллиантовый зеленый, акридин желтый, FDC зеленый, FDC желтый, FDC красный и им подобные. Ультрафиолетовые отражатели включают двуокись титана и ей подобные материалы.

К предпочтительным ультрафиолетовым протекторам относятся углеродная сажа, бензофеноны, красители и двуокись титана, причем углеродная сажа, CYASORB^R UV 9 и CYASORB^{RUV} 24 являются наиболее предпочтительными.

Подходящие основания для использования в водном процессе включают гидроокись аммония, гидроокиси щелочных и щелочноземельных металлов и им подобные, причем гидроокись аммония наиболее

предпочтительна. Некоторые инсектицидные вирусные патогены могут дезактивироваться при pH более 10. Поэтому предпочтительно выбрать такое количество основания, pH которого будет доведено до интервала значений 8,5-10 с тем, чтобы облегчить солюбилизацию и снизить возможность дезактивации.

Производные стильбена используют для усиления пестицидной активности применяемого агента. Подходящие соединения стильбена, полезные для использования в предлагаемом изобретении, описаны в патенте США 5246936.

Предпочтительные продукты представляют собой аналоги 4,4'-диамино-2,2'-стильбендисульфоновой кислоты, а именно Calcofluor White, поставляемый фирмой Sigma Chemical Co. (США), а именно Calcofluor White M2R, Calcofluor White ABT, Calcofluor White LD, Calcofluor White RWP и др.; Blancophor, поставляемый фирмой Mobay Chemicals (США), а именно Blancophor BBH, Blancophor MBBH, Blancophor BHC и др.; INTRAWITE^R (гетероциклическое производное стильбена, поставляемое фирмой Crompton & Knowles Corp., США), а именно INTRAWITE^{RCF}, и др.; Leucophor, поставляемый фирмой Sandoz Chemicals (США), а именно Leucophor BS, Leucophor BSB, Leucophor EKB, Leucophor PAB и др.; Phorwite, поставляемый фирмой Mobay Chemicals, в частности, Phorwite AR, Phorwite BBU, Phorwite BKL, Phorwite CL, Phorwite RKK и т.д. и т.п., при этом Blancophor BBH, Calcofluor White M2R и Phorwite AR являются наиболее предпочтительными производными стильбена.

Дезинтегрирующие агенты используются для снижения времени измельчения и интенсификации процесса уменьшения размера частиц сухого материала. Подходящие дезинтегрирующие агенты включают соли продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, гидрофильные крахмалы (декстран), карбоксиметицеллюлоза, поливинилпирролидон и им подобные, или их смеси. К предпочтительным дезинтегрирующим агентам относятся соли продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, в частности соли продуктов конденсации формальдегида с нафталинсульфонатами, нефтяными сульфонатами и лигнинсульфонатами, причем для этой цели наиболее предпочтительными считается сульфонат натрия нафталинформальдегидных конденсатов, в частности MORWETRD425 (фирма Witco, США), LOMAR^{RPW} (фирма Henkel, США) и DARVAN^{RI} (фирма R.T. Vanderbilt, США).

Добавки, способствующие повышению текучести сухого материала (уменьшению его липкости), используются в предлагаемых процессах для предотвращения сухих пестицидных продуктов с покрытием от слипания друг с другом. Подходящие для этой цели добавки включают тальк, стеараты магния и кальция, сульфат кальция и им подобные материалы, либо их смеси, причем

тальк является предпочтительным.

В матрицу могут быть введены и другие добавки, например консерванты, стабилизаторы (трегалоза), противогрибковые, антибактериальные и предупреждающие плесень агенты. Очевидно, что противогрибковые и антибактериальные агенты не применяют в тех случаях, когда покрытие наносят на грибковые и бактериальные патогены.

К предпочтительным пестицидным агентам с покрытием, предлагаемым в настоящем изобретении, относятся продукты, включающие "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, которая содержит от 2 до 20% вес. зависимо от pH полимера, до 3% вес. пластификатора, от 5 до 35% вес. ультрафиолетового протектора, от 25 до 75% вес. производного стибена, до 10% вес. дезинтегрирующего агента и до 10% вес. добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости).

Изобретение обеспечивает также получение смачивающейся порошкообразной пестицидной композиции, которая включает от 2 до 25% вес. увлажнителя, от 2 до 40% вес. диспергирующего агента; от 10 до 70% вес. наполнителя; от 1 до 10% вес. добавки для повышения текучести; до 20% вес. модификатора pH и от 5 до 75% вес. пестицидного агента с покрытием, который включает "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, которая содержит от 2 до 25% вес. зависимо от pH полимера, до 5% вес. пластификатора, от 5 до 45% вес. ультрафиолетового протектора, до 75% вес. производного стибена, до 10% вес. дезинтегрирующего агента и до 10% вес. добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости).

К предпочтительным смачивающимся порошкообразным пестицидным композициям, предлагаемым в настоящем изобретении, относятся композиции, включающие от 2 до 15% вес. увлажнителя; от 2 до 15% вес. диспергирующего агента; от 10 до 60% вес. наполнителя; от 1 до 5% вес. добавки для повышения текучести; до 20% вес. модификатора pH; и от 5 до 75% вес. пестицидного агента с покрытием, который включает "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, которая содержит от 2 до 25% вес. зависимо от pH полимера, до 5% вес. пластификатора, от 5 до 45% вес. ультрафиолетового протектора, до 75% вес. производного стибена, до 10% вес. дезинтегрирующего агента и до 10% вес. добавки для повышения текучести сухого продукта (уменьшения липкости).

Подходящие увлажнители включают любое из известных стандартных веществ, применяемых для этой цели.

Предпочтительно к ним относятся анионные соединения, например N-метил-N-олеилтаурат натрия, октилфеноксиполиэтоксиэтанол, нонилфеноксиполиэтоксиэтанол, диоктилсульфосукцинат натрия, додецилбензосульфат натрия, лаурилсульфат натрия, алкилнафталинсульфонат натрия, сульфоалкилкарбоксилат натрия и им подобные, либо их смеси. При этом наиболее предпочтительным увлажнителем является смесь алкилнафталинсульфоната натрия и

сульфоалкилкарбоксилата натрия (MORWET[®] EFW).

Диспергирующие агенты, используемые в смачивающихся порошкообразных пестицидных композициях, предлагаемых в настоящем изобретении, включают любое из известных стандартных веществ. К предпочтительным диспергирующим агентам относятся анионные соединения, например соли продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, лигносульфонат натрия и им подобные, либо их смеси, причем сульфонат натрия нафталинформальдегидных конденсатов, например MORWET[®] RD425 (фирма Witco, США), LOMAR[®] RPW (фирма Henkel, США) и DARVAN[®] R1 (фирма R.T. Vanderbilt Co., США) являются наиболее предпочтительными.

Наполнители, подходящие для использования пестицидных композиций, предлагаемых в настоящем изобретении, включают природные и синтетические клеи и силикаты, например природную двуокись кремния (диатомит или кизельгур); силикаты магния (тальки); смешанные силикаты магния и алюминия (атапульгиты и вермикулиты); силикаты алюминия (каолиниты, монтмориллониты и слюда); а также гидратированные силикаты алюминия (каолин). К предпочтительным наполнителям относятся гидратированные силикаты алюминия, силикаты магния и алюминия, а также смешанные силикаты магния и алюминия, причем каолин является наиболее предпочтительным. Добавки для повышения текучести, полезные при приготовлении смачивающихся порошкообразных пестицидных композиций, представляют собой известные вещества, применяемые для этой цели, причем силикаты, например силикаты кальция, являются предпочтительными.

Добавки для изменения pH среды (модификаторы pH) используются для поддержания pH водных смесей, приготовленных из композиций при pH ниже 5. Подходящие для этой цели модификаторы pH включают кислый фталат калия и органические кислоты, причем лимонная кислота является предпочтительной.

Смачивающиеся порошкообразные пестицидные композиции готовят путем смешивания увлажнителя, диспергирующего агента, наполнителя, добавки для повышения текучести и необязательно модификатора pH для получения премикса. Премикс затем смешивают с пестицидным агентом, имеющим покрытие, получая смачивающуюся порошкообразную пестицидную композицию желаемого состава.

Для борьбы с насекомыми приготовленные композиции разбавляют водой для получения готовой формы, которую применяют непосредственно на насекомых, в местах их размножения, питания или среде обитания.

К смачивающимся порошкообразным пестицидным композициям могут быть добавлены другие компоненты, в частности аттрактанты, связующие, пеногасители и другие аналогичные добавки. Однако их, как правило, добавляют в готовую смесь по отдельности. Кроме того, в нее можно добавить адьювант или его смесь с другими

адьювантами.

Ниже представлены примеры, предназначенные, с одной стороны, для облегчения понимания сущности заявленного изобретения, и с другой - для более подробной его иллюстрации. Они не должны рассматриваться как какое-либо ограничение объема изобретения, который определяется соответствующей формулой изобретения.

Если не указано особо, стандартные методики молекулярных биологических экспериментов соответствуют методикам, описанным в следующей литературе: Sambrook et al. - Molecular Cloning: A laboratory Manual, 2nd ed., Cold Spring Harbor Press, Cold Spring Harbor, N.Y. (1989). Стандартные методики для роста и производства бакуловируса соответствуют методикам, описанным в литературе: Summers and Smith. - A Manual of Methods for Baculovirus Vectors and Insect Cell Culture Procedures. - Department of Entomology, Texas Agricultural Experimental Station and Texas A & M University, College Station, Texas 77843-2475; Texas Agricultural Experimental Station Bulletin No. 1555 (1987).

Пример 1

Получение полиэдрических включений с покрытием, содержащих V8vEGTDEL (водный способ)

К смеси полимеров Eudragit®S100 (62 г) и PEG 400 (6,2 г, полиэтиленгликоль) со средним молекулярным весом (МВ) 400 в деионизированной воде (551,8 г) прибавляют раствор гидроксида аммония (28% NH₃) до достижения pH около 9,4. Полученную смесь перемешивают в течение 30 минут до полного растворения. К водному раствору с определенным значением pH добавляют полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL (62 г, средний размер частиц 2 мкм, около 10¹¹ включений на грамм), Blancophor BBH (248 г, стильбеновый осветлитель) и УФ-протектор CYASORB^RUV 9 (31 г, средний размер частиц около 2 мкм). Полученную смесь перемешивают в течение 30 мин и сушат на воздухе с меланжированием, достигая образования твердых гранул, которые пропускают через воздушную мельницу с получением полиэдрических включений с покрытием, содержащих V8vEGTDEL (362 г, средний размер частиц около 5 мкм). Полученные полиэдрические включения указаны в таблице II в виде композиции 1.

Используя в основном ту же методику, но с ингредиентами из таблицы I, получают пестицидные агенты с покрытием, которые указаны и в таблице II в виде композиций 2-10.

Пример 2

Получение полиэдрических включений с покрытием, содержащих V8vEGTDEL (неводный способ)

Полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL (43,24 г, средний размер частиц 2 мкм, около 10¹¹ включений на грамм), стильбеновый осветлитель Blancophor BBH (86,44 г) и УФ-протектор CYASORB^RUV 9 (31,93 г) добавляют к раствору полимеров Eudragit®S100 (5,88 г) и PEG 400 (1,51 г) в ацетонизопропанольном растворе 30:70 (195,15 г). Полученную смесь перемешивают в течение нескольких минут и сушат на

воздухе с меланжированием, достигая образования твердых гранул, которые перемалывают, пропуская через сито (60 меш), с получением полиэдрических включений с покрытием, содержащих V8vEGTDEL со средним размером частиц около 10 мкм. Полученные полиэдрические включения указаны в таблице IV в виде композиции 11.

Используя в основном ту же методику, но с ингредиентами из таблицы III, получают пестицидные агенты с покрытием, которые указаны в таблице IV в виде композиций 12-28.

Пример 3

Получение смачивающейся порошкообразной пестицидной композиции

Полиэдрические включения с покрытием, содержащие V8vEGTDEL и указанные в таблице II в виде композиции 1 (362 г), добавляют к премиксу из дезинтегрирующих агентов MORWET^{RE}FW (13,1 г), MORWETRD425 (26,2 г), каолина (91,6 г), синтетического сульфата кальция (6,5 г, MICRO-CEL^{RE}) и лимонной кислоты (0,7 г). Полученную смесь перемешивают, получая смачивающуюся порошковую композицию, идентифицированную в таблице V как композиция 29.

Используя в основном ту же методику, получают смачивающиеся порошковые композиции, которые указаны в таблице V в виде композиций 30-53.

Пример 4

Оценка инсектицидной активности необлученных и облученных смачивающихся порошковых пестицидных композиций против *L. dispar*

Смачивающиеся порошковые инсектицидные патогенные композиции суспендируют в дистиллированной воде и разбавляют таким образом, чтобы концентрация инсектицидных полиэдрических включений с покрытием составляла 2,4 • 10⁵ на мл. Полученную суспензию (0,5 мл) наносят пипеткой на поверхность пшеничного рациона в пластмассовой чашке на 180 мл. Каждую чашку подвергают воздействию УФ-излучения от источника, который представляет собой одну лампу Westinghouse BLB и одну лампу Philips F40, установленные на расстоянии 3 дюймов (около 75 мм) друг от друга и на расстоянии 4 дюймов (около 100 мм) от центра источника излучения до облучаемой поверхности, в течение 0-80 мин. В каждую чашку помещают гусеницу *L. dispar* на возрастной стадии 10 с. Чашки накрывают и выдерживают в темноте при 29°C в условиях 55-60%-ой относительной влажности. Через 13 суток чашки подвергают исследованию и определяют смертность от вирусной инфекции. Результаты суммированы в таблице VI, где эффективность каждой композиции выражены в виде доли в процентах от первоначальной активности, остающейся после УФ-облучения (% OAR, далее ПОА), т.е. определяют величину суммы % смертности, вызываемой облученной композицией, и % смертности, вызываемой необлученной композицией, умноженной на 100. Состав контрольной активной композиции, используемой при оценке, приведен в конце текста перед табл. 6.

Пример 5

Оценка инсектицидной активности смачивающихся порошковых пестицидных композиций против *Helicoverpa zea*

В качестве зон воздействия в настоящем испытании используют пластмассовые биоаналитические пластинки с 32 открытыми лунками (размером 4x4x2,5 см, длина x, ширина x, высота соответственно) на каждую пластинку. 5 мл рациона Стоунвилла (Stoneville) (проросток сои/пшеницы) наливают в каждую из лунок и оставляют для отверждения. Водные суспензии (0,4 мл) смачивающихся порошковых инсектицидных патогенных композиций равномерно наносят на отвержденную поверхность рациона, получая от 4×10^5 до 4×10^7 полиэдрических включений, содержащих V8vEGTDEL, с покрытием или без него, в расчете на одну лунку. После сушки в вытяжном шкафу с ламинарным потоком на поверхность рациона в каждой лунке помещают трехдневную личинку *Helicoverpa zea*. Лунки накрывают клейкой вентилируемой прозрачной пластмассовой пластинкой, выдерживают в условиях постоянного люминесцентного освещения при температуре около 27 °С. Через пять и десять суток после обработки лунки исследуют и определяют смертность личинок.

Результаты суммированы в таблице VII. Характеристика контрольных композиций приведена в конце текста перед табл. 7.

Пример 6

Оценка активности необлученной и облученной смачивающихся порошковых пестицидных композиций против *H. zea* и *H. virescens*

В качестве зон воздействия в настоящем испытании используют пластмассовые биоаналитические пластинки с 32 открытыми лунками (размером 4x4x2,5 см, длина x, ширина x, высота соответственно) на каждую пластинку. 5 мл рациона Стоунвилла (Stoneville) (проросток сои/пшеницы) наливают в каждую из лунок и оставляют для отверждения. Водные суспензии (0,4 мл) смачивающихся порошковых инсектицидных патогенных композиций равномерно наносят на отвержденную поверхность рациона, получая 4×10^6 полиэдрических включений, содержащих V8vEGTDEL, с покрытием или без него, в расчете на одну лунку. Некоторое количество обработанных пластинок затем выдерживают под действием ламп УФ-излучения (две лампы FS4OUVB, установленные над пластинками на высоте 30 см) в течение 1 или 2 часов. На пластинки, отобранные для 2-х часового облучения, дополнительно вносят 0,4 мл деионизированной воды на каждую лунку с часовым интервалом для предотвращения поверхности рациона от высушивания и растрескивания. Все пластинки заражают одной трехдневной личинкой *H. zea* или четырехдневной *H. virescens*. Лунки накрывают клейкой вентилируемой прозрачной пластмассовой пластинкой, выдерживают в условиях постоянного люминесцентного освещения при температуре около 27 °С. Через десять суток после обработки лунки исследуют и определяют смертность личинок. Результаты суммированы в таблице VIII. Характеристика контрольных композиций приведена в конце

текста перед табл. 8.

Пример 7

Оценка совместимости растворителей

Следующую оценку осуществляют для определения действия различных растворителей и их смесей на активность полиэдрических включений с *Autographa californica*. Смесь этих включений в количестве 0,55 г и соответствующий растворитель или смесь растворителей (1,5 мл) выдерживают в конической пробирке в течение 10 или 60 минут. Пробирки подвергают центрифугированию и затем верхний слой декантируют. Твердый остаток сушат под вакуумом в эксикаторе. Высушенный продукт оценивают на действие против *Heliothis virescens* по методике, описанной в примере 6 (в отсутствии облучения).

Результаты суммированы в таблице IX. Как видно из таблицы, полиэдрические включения с *Autographa californica*, смешанные с метилхлоридом на время 10 и 60 минут, значительно менее активны против *Heliothis virescens*, чем эти же включения, смешанные с ацетоном, изопропанолом и ацетоно-изопропанольной смесью в соотношении 30:70.

Формула изобретения:

1. Способ получения пестицидного агента с покрытием в водной среде, включающий: а) приготовление водной смеси зависящего от рН полимера и пластификатора; б) растворение зависящего от рН полимера доведением рН смеси со стадии (а) с помощью основания до величины, превышающей рН солюбилизации этого полимера; в) добавление к раствору со стадии (б) пестицидного агента, ультрафиолетового протектора, необязательно производного стибена, необязательно дезинтегрирующего агента и необязательно добавки для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости и смешивание до получения гомогенной суспензии, содержащей растворенный рН-зависимый полимер; г) сушка гомогенной суспензии со стадии (в) и необязательно е) измельчение сухого продукта со стадии (г), причем указанный рН-зависимый полимер выбирают из группы, состоящей из сополимеров метакриловой кислоты и метилметакрилата, сополимеров малеинового ангидрида и стирола, их смесей.

2. Способ по п.1, где пластификатор выбирают из группы, состоящей из полиэтиленгликоля, полипропиленгликоля, диэтилфталата, дибутилфталата, сложного эфира лимонной кислоты, касторового масла и триацетина, основание выбирают из группы, состоящей из гидроксида аммония, гидроксида щелочного и щелочноземельного металла; пестицидный агент представляет собой инсектицидный патоген; ультрафиолетовый протектор выбирают из группы, состоящей из углеродной сажи, бензофенона, красителя и диоксида титана; величину рН на стадии (в) доводят до 8,5 - 10; дезинтегрирующий агент выбирают из группы, состоящей из: а) солей продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, б) гидрофильного крахмала (декстрана), в) карбоксиметилцеллюлозы и г) д)

поливинилпирролидона; и добавку для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости выбирают из группы, состоящей из талька, стеаратов магния и кальция и сульфата кальция.

3. Способ по п.2, где пластификатор представляет собой полиэтиленгликоль, имеющий молекулярный вес от 300 до 1000; основание представляет собой гидроксид аммония; инсектицидный патоген представляет собой вирус, выбираемый из группы, состоящей из NPV дикого шелкопряда, AcMNPV E2, AcMNPV L1, AcMNPV V8, V8vEGTDEL и V8vEGTDEL-AaIT и Heliothis zeaNPV; дезинтегрирующий агент представляет собой сульфонат натрия и нафталинформальдегидного конденсата и добавка для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости представляет собой тальк, и где пестицидный агент с покрытием имеет размер частиц менее 20 мкм.

4. Способ получения пестицидного агента с покрытием, включающий: а) приготовление смеси из pH-зависимого полимера, пестицидного агента, пластификатора, ультрафиолетового протектора, необязательно производного стильбена, необязательно дезинтегрирующего агента и необязательно добавки для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости в органическом растворителе, выбираемом из группы, состоящей из ацетона, C₁-C₃ спирта и их смесей; б) сушку гомогенной суспензии со стадии (а) и необязательно в) измельчение сухого продукта со стадии (б), причем указанный pH-зависимый полимер выбирают из группы, состоящей из сополимеров метакриловой кислоты и метилметакрилата, сополимеров малеинового ангидрида и стирола и их смесей.

5. Способ по п.4, где органический растворитель представляет собой смесь ацетона и C₁-C₃ спирта в интервале соотношений по весу от 1 : 9 до 9 : 1.

6. Способ по п.4, где пестицидный агент представляет собой инсектицидный патоген; пластификатор выбирают из группы, состоящей из полиэтиленгликоля, полипропиленгликоля, диэтилфталата, дибутилфталата, сложного эфира лимонной кислоты, касторового масла и триацетина; ультрафиолетовый протектор выбирают из группы, состоящей из углеродной сажи, бензофенона, красителя и диоксида титана; дезинтегрирующий агент выбирают из группы, состоящей из: а) солей продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, б) гидрофильного крахмала, с) карбоксиметилцеллюлозы и d) поливинилпирролидона; добавку для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости выбирают из группы, состоящей из талька, стеаратов

магния и кальция и сульфата кальция, и C₁-C₃ спирт представляет собой изопропанол.

7. Пестицидный агент с покрытием, который включает "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, содержащей от 2 до 25 вес.% pH-зависимого полимера, выбираемого из группы, состоящей из сополимеров метакриловой кислоты и метилметакрилата сополимеров малеинового ангидрида и стирола, их смесей, до 5 вес.% пластификатора, от 5 до 45 вес.% ультрафиолетового протектора, от 0 до 75 вес.% производного стильбена, от 0 до 10 вес.% дезинтегрирующего агента и от 0 до 10 вес.% добавки для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости.

8. Пестицидный агент с покрытием по п.7, содержащий пестицидный агент и матрицу в весовом соотношении от 1 : 1 до 1 : 10.

9. Пестицидный агент с покрытием по п.7, содержащий в качестве пестицидного инсектицидный патоген, пластификатор, выбираемый из группы, состоящей из полиэтиленгликоля, полипропиленгликоля, диэтилфталата, дибутилфталата, сложного эфира лимонной кислоты, касторового масла и триацетина; ультрафиолетовый протектор, выбираемый из группы, состоящей из углеродной сажи, бензофенона, красителя и диоксида титана; в качестве дезинтегрирующего агента агент из группы, состоящей из: а) солей продуктов конденсации формальдегида с продуктами сульфирования полициклических ароматических соединений, б) гидрофильного крахмала (декстрана), с) карбоксиметилцеллюлозы и d) поливинилпирролидона; и добавку для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости, выбираемую из группы, состоящей из талька, стеаратов магния и кальция и сульфата кальция.

10. Смачивающаяся порошкообразная пестицидная композиция, которая включает от 2 до 25 вес.% увлажнителя; от 2 до 40 вес.% диспергирующего агента; от 10 до 70 вес.% наполнителя; от 1 до 10 вес.% добавки для повышения текучести; от 0 до 20 вес.% модификатора pH и от 5 до 75 вес.% пестицидного агента с покрытием, который включает "пестицидную" сердцевину, окруженную матрицей, содержащей от 2 до 25 вес.% pH-зависимого полимера, выбираемого из группы, состоящей из сополимеров метакриловой кислоты и метилметакрилата сополимеров малеинового ангидрида и стирола, их смесей, до 5 вес.% пластификатора, от 5 до 45 вес.% ультрафиолетового протектора, от 0 до 75 вес.% производного стильбена, от 0 до 10 вес.% дезинтегрирующего агента и от 0 до 10 вес.% добавки для повышения текучести сухого продукта/уменьшения липкости.

Приоритет по пунктам:

27.07.94 по п.3;

13.10.94 по пп.1, 2, 4 -10.

60

ТАБЛИЦА I

Пестицидный агент

- a. Полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL
- b. *Heliothis zea* NPV
- c. АсМNPV
- d. Смесь *Heliothis zea* NPV и АсМNPV в соотношении 1:1

pH-зависимый полимер

- e. Eudragit®S100

Пластификатор

- f. PEG 400

УФ - протектор

- g. CYASORB[®]UV 9
- h. Древесный уголь

Производное стильбена

- i. Blancophor ВВН

Добавка для уменьшения липкости

- j. Тальк

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

Таблица 11

Композиции, содержащие пестицидный агент с покрытием
полученные водным способом

Номер композиции	Пестицидный агент	рН-зависимый полимер	Ингредиент, %вес.			Добавка для уменьшения липкости
			Пластификатор	УФ-протектор	Стильбена	
1	a/15.15	e/15.15	f/1.52	g/7.58	i/60.61	-
2	a/24.69	e/12.35	f/1.23	g/12.35	i/49.38	-
3	a/21.74	e/21.74	f/2.17	g/10.87	i/43.48	-
4	a/19.80	e/9.90	f/0.99	g/9.90	i/49.41	-
5	a/17.86	e/17.86	f/1.79	g/8.93	i/53.57	-
6	a/16.53	e/8.26	f/0.83	g/8.26	i/66.12	-
7	b/4.81	e/11.75	f/1.18	g/11.75	i/70.51	-
8	c/21.36	e/9.71	f/0.97	g/9.71	i/58.25	-
9	d/8.41	e/11.98	f/1.20	g/11.43	i/66.98	-
10	a/16.09	e/3.17	f/0.32	h/32.17	i/32.17	j/8.04

ТАБЛИЦА III

Пестицидный агент

а. Полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL

б. NPV дикого шелкопряда

pH-зависимый полимер

с. Eudragit®S100

д. Cypress[®]48 (сополимер малеинового ангидрида и стирола)

Пластификатор

е. PEG 400

УФ - протектор

ф. CYASORB[®]UV 9

г. Древесный уголь

h. TiO₂

Производное стильбена

и. Blancophor ВВН

Дезинтегрирующий агент

j. MORWET[®]D425

Стабилизатор

к. Трегалоза

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

Таблица IV

Композиции, содержащие пестицидный агент с покрытием
полученные неводным способом

Номер композиции	Инсектицидный пагоген	pH-зависимый полимер	Ингредиент, %вс.			Производное стильбена	Дезинтегрирующий агент	Стабилизатор
			Пластификатор	УФ-протектор	УФ-протектор			
11	a/23.76	c/3.24	e/0.83	f/17.55	i/47.50	j/7.12	-	
12	a/70.18	c/3.51	e/1.75	f/17.54	-	j/7.02	-	
13	a/35.09	c/3.86	e/1.75	f/17.54	i/34.74	j/7.02	-	
14	a/23.40	c/4.91	e/1.75	f/17.52	i/45.39	j/7.02	-	
15	b/77.19	c/3.51	e/1.75	f/17.54	-	-	-	
16	b/62.86	c/5.71	e/2.86	f/28.57	-	-	-	
17	b/40.00	c/3.64	e/1.82	f/18.18	-	-	k/36.36	
18	b/77.19	c/3.51	e/1.75	g/17.54	-	-	-	
19	b/62.86	c/5.71	e/2.86	g/28.57	-	-	-	
20	b/77.19	c/3.51	e/1.75	h/17.54	-	-	-	

Таблица IV (продолжение)

Композиции, содержащие пестицидный агент с покрытием
полученные неводным способом

Ингредиент, %вес.

Номер композиции	Инсектицидный патоген	pH-зависимый полимер	Ингредиент, %вес.		УФ-протектор	Производное Дезинтегрирующий стильбена агент		Стабилизатор
			Пластификатор	УФ-протектор		стильбена	агент	
21	b/62.86	c/5.71	e/2.86	h/28.57	-	-	-	-
22	b/26.83	c/4.05	e/2.02	g/13.42	-	-	k/53.67	-
23	b/44.74	c/2.24	e/1.12	f/11.22	i/40.67	-	-	-
24	b/23.16	c/2.11	e/1.05	f/10.53	i/63.16	-	-	-
25	b/40.00	c/3.64	e/1.82	g/18.18	i/36.36	-	-	-
26	b/20.37	c/3.70	e/1.85	h/18.52	i/55.56	-	-	-
27	b/48.89	c/4.44	e/2.22	f/22.22	-	j/22.22	-	-
28	b/23.66	c/3.57	e/1.79	g/11.83	-	j/11.83	k/47.33	-

Таблица V

Смачивающиеся порошковые пестицидные композиции

Ингредиент, %вес.

Номер композиции	Пестицидный агент с покрытием ¹	Ингредиент, %вес.									
		MORWET® EFW	MORWET® D425	Каолин	MICRO-CEL® E	Лимонная кислота	Сахар	MIRA-SPERSE®2			
29	1/72.40	2.62	5.24	18.32	1.30	0.14	-	-	-	-	-
30	2/38.83	5.80	11.60	40.58	2.90	0.29	-	-	-	-	-
31	3/37.50	5.92	11.85	41.47	2.96	0.30	-	-	-	-	-
32	4/41.67	5.53	11.06	38.70	2.76	0.28	-	-	-	-	-
33	5/33.33	6.32	12.64	44.23	3.16	0.32	-	-	-	-	-
34	6/35.09	6.15	12.31	43.07	3.08	0.31	-	-	-	-	-
35	7/38.25	5.85	11.71	40.97	2.93	0.29	-	-	-	-	-
36	8/43.25	5.38	10.76	37.65	2.69	0.27	-	-	-	-	-
37	9/39.50	5.73	11.47	40.14	2.87	0.29	-	-	-	-	-
38	11/29.08	6.76	13.51	47.27	3.38	-	-	-	-	-	-
39	15/13.36	13.21	4.40	29.39	4.40	-	-	17.62	17.62	-	-
40	16/13.78	13.15	4.38	29.24	4.38	-	-	17.53	17.53	-	-

¹Пестицидный агент с покрытием идентифицируют номером композиции из Таблицы II или IV

²MIRA-SPERSE®2 представляет собой крахмал 2-гидроксипропилового эфира, полученного от A.E.Staley Manufacturing Co.

Таблица V (продолжение)

Смачивающиеся порошковые пестицидные композиции

Ингредиент, % вес.

Номер композиции	Пестицидный агент с покрытием ¹	Ингредиент, % вес.						Сахар	Лимонная кислота	MIRA-SPERSE® 2
		MORWET® EFW	MORWET® D425	Каолин	MICRO-CEL® E	Лимонная кислота	Сахар			
41	17/23.62	11.65	3.88	25.90	3.88	-	15.52	15.52	15.52	
42	18/13.01	13.27	4.42	29.50	4.42	-	17.68	17.68	17.68	
43	19/15.97	12.81	4.27	28.50	4.27	-	17.08	17.08	17.08	
44	20/13.52	13.19	4.39	29.34	4.39	-	17.58	17.58	17.58	
45	21/16.70	12.69	4.23	28.24	4.23	-	16.94	16.94	16.94	
46	22/22.61	11.80	3.93	26.21	3.93	-	15.78	15.78	15.78	
47	23/21.95	11.90	3.96	26.47	3.96	-	15.87	15.87	15.87	
48	24/43.78	8.57	2.86	19.07	2.86	-	11.42	11.42	11.42	
49	25/29.99	10.68	3.56	23.79	3.56	-	14.23	14.23	14.23	
50	26/48.56	7.84	2.61	17.45	2.61	-	10.46	10.46	10.46	
51	27/27.64	11.03	3.67	24.57	3.67	-	14.74	14.74	14.74	
52	28/18.85	12.37	4.12	27.53	4.12	-	16.49	16.49	16.49	
53	10/30.45	6.59	13.19	46.16	3.30	0.33				

Контрольная композиция	Ингредиент	% вес.
А	Полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL (без покрытия)	10.00
	MORWET®EFW	8.53
	MORWET®D425	17.06
	Kaolin Clay	59.71
	MICRO-CEL®E	4.27
	Лимонная кислота	0.43
В	Полиэдрические включения, содержащие V8vEGTDEL (без покрытия)	8.69
	MORWET®EFW	8.71
	MORWET®D425	17.40
	Каолин	60.86
	MICRO-CEL®E	4.35

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

Таблица VII

Оценка инсектицидной активности против *Helicoverpa zea*

Номер композиции ¹	Концентрация включений/ячейку	Смертность, %	
		5 суток	10 суток
Контрольная А	4 x 10 ⁷	49	91
	4 x 10 ⁶	47	93
	4 x 10 ⁵	29	63
Контрольная В	4 x 10 ⁷	33	75
	4 x 10 ⁶	35	70
	4 x 10 ⁵	18	47
29	4 x 10 ⁷	77	100
	4 x 10 ⁶	58	100
	4 x 10 ⁵	35	77
38	4 x 10 ⁷	43	95
	4 x 10 ⁶	45	80
	4 x 10 ⁵	25	56

¹Номер композиции взят из Таблицы V

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

Контрольная композиция

<u>Ингредиент</u>	<u>% вес.</u>
Полиэдрические включения, содержащие V8VEGTDEL (без покрытия)	4.93
MORWET® EFW	9.01
MORWET® D425	18.02
Каолин	63.09
MICRO-CEL® E	4.51
Лимонная кислота	0.45

Таблица VIII

Оценка активности необлученной и облученной смачивающихся порошковых пестицидных композиций против *H. zea* и *H. virescens*

<u>Номер композиции</u>	<u>Время облучения, ч</u>	<u>Средняя смертность личинок, %</u>	
		<u><i>H. zea</i></u>	<u><i>H. virescens</i></u>
Контрольная	0	59	77
	1	46	56
	2	40	36
53 ¹	0	91	89
	1	90	87
	2	83	56

¹Номер композиции взят из Таблицы V

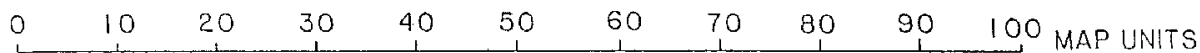
RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

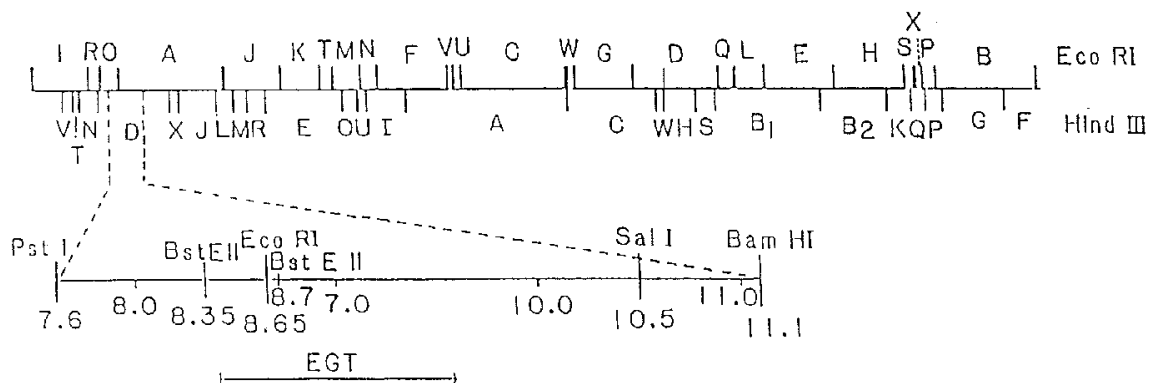
Таблица IX

Оценка совместимости растворителей

Растворитель	Время выдержки мин	Концентрация включений/ячейку	Смертность, %
Ацетон	10	4×10^2	19
	60	4×10^2	25
	10	4×10^4	100
	60	4×10^4	100
Изопропанол	10	4×10^2	31
	60	4×10^2	13
	10	4×10^4	100
	60	4×10^4	100
Ацетон/изопропанол (30:70)	10	4×10^2	34
	60	4×10^2	19
	10	4×10^4	100
	60	4×10^4	100
Метиленхлорид	10	4×10^2	9
	60	4×10^2	6
	10	4×10^4	84
	60	4×10^4	19



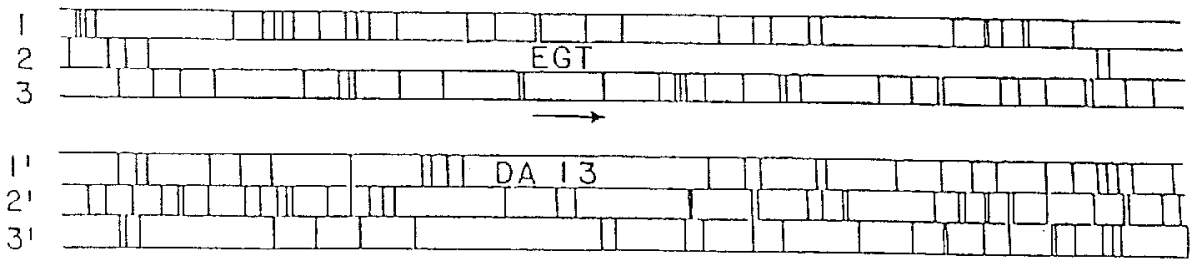
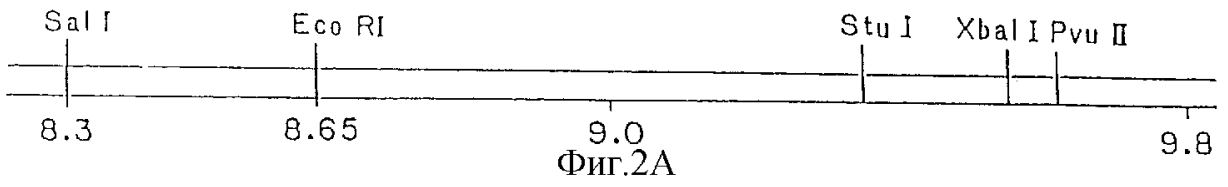
Фиг.1А



Фиг.1В

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2



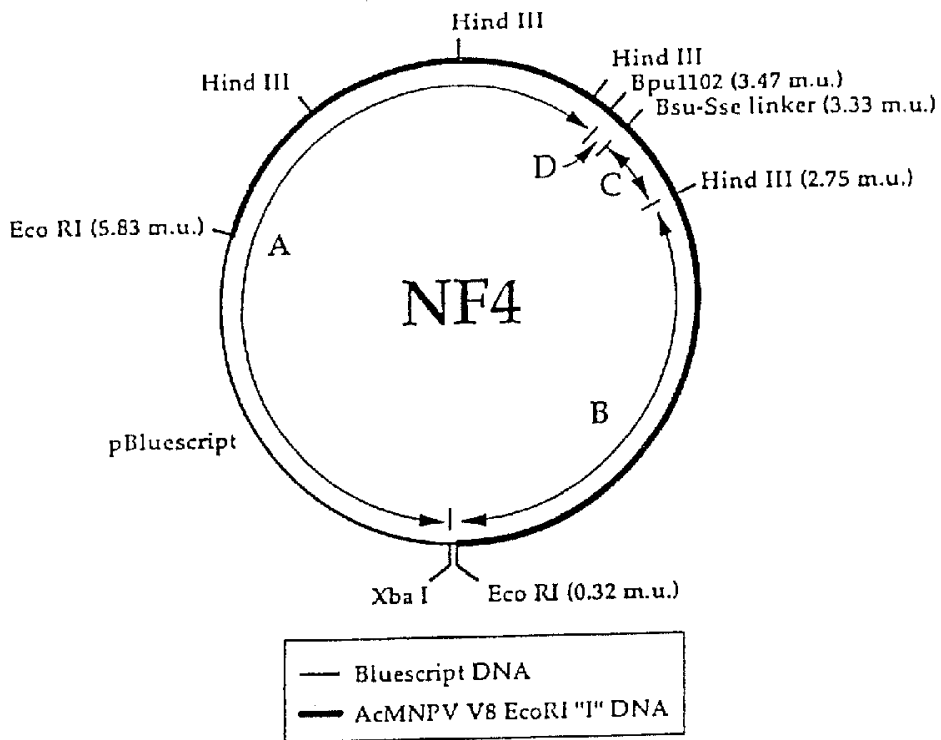
100 bp

Фиг.2В

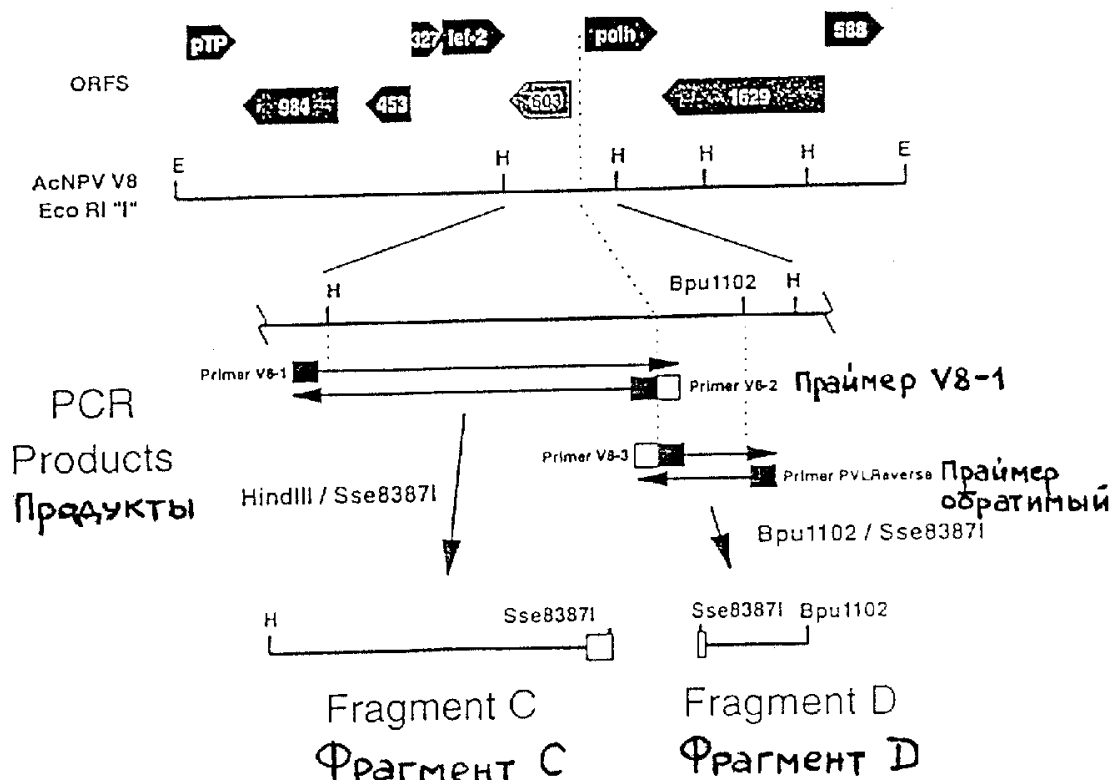
Фиг.2

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2



Фиг.3А



Фиг.3В

Фиг.3

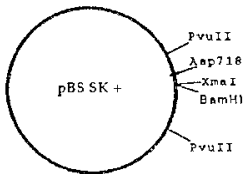
RU 2152152 C2

RU 2152152 C2

CCCCCGGATGCATGTACAAACTGA...35nt...GCTGAGGCCAAGAAGAACGGCTAC
 TTTTTTTTTTTTTTTT
 TTCTTCTTGGCCGATG...29nt...ACGGA

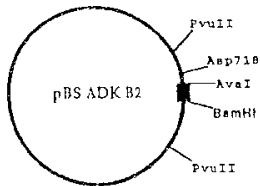
Гибридизация общего олигонуклеотида с олигонуклеотидом, специфичным для сигнальной последовательности ADK
 Заполнить единичные скрученные участки секвензой 2.0

BamHI
 CCCCCCGGAT CCATGTACAA ACTGACCGTC TTCCTGATGT TCATCCGCTT
 GGGGGGGCTA GGTACATCTT TGACTGGCAG AAGGACTACA AGTACCGGAA
 CTTCTTATTC GCTGAGGCCA AGAAGAACGG CTAGGCAATC GACTCATCCG
 GCACTAATAG CGACTCCGAT TCTTCTTCCC GATSCGTCAG CTAGTAGGC
AvaI
 GAAAGGCCCC CGACTCCGCT
 CTTTTCGGGC GCTACCGCA



Fragment "B2"
Фрагмент "B2"

Дигерировать с **Bam HI** и **Ava I** и
 сшить в **pBluescript SK**, разрезать с
 помощью **Bam HI** и **Xma I**



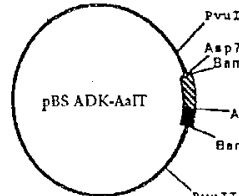
AGCCCCCGAGTGCCTG...65nt...CTGTCTGCTATTGCTTC
 TTTTTTTTTTTTTT
 AGGACGATAACGGAAG...75nt...CTAGGCCATCGATGC

Гибридизация олигонуклеотидов E1 и E2 для фрагмента A
 Заполнить единичные скрученные участки секвензой 2.0

AvaI
 AGCCCCCGAG TCCCTGCTCT CGAATATTG CAACAATGAA TGCACGAAGG
 TCGGGGGCTC ACGGACGAGA GCTTGATAAC GTTGTACTT ACGTGGTTCC
 TGACATACCC TGACAAGGGC TACTGTGCCC TTCTGTCTCC CTATTGCTTC
 ACCTCATCCC ACTGTTCGCG ATGACAACGG AAGACAGCAC GATAACGAAG
 GGTCTCAACG ACGACAAGAA AGTCTCGGAA ATCTCTGATA CTCGCCAAGC
 CCAGAGTTCC TGCTGTCTTT TCAAGACCTT TAGAGACTAT GAGCGTTCTC
BamHI Asp718
 CTACTGTGAC ACCACCATCA TTAACTAAGG ATCCGATACC TACAG
 GATGACACTG TGGTGGTAGT AATTGATCCC TAGGCCATCG ATGTC

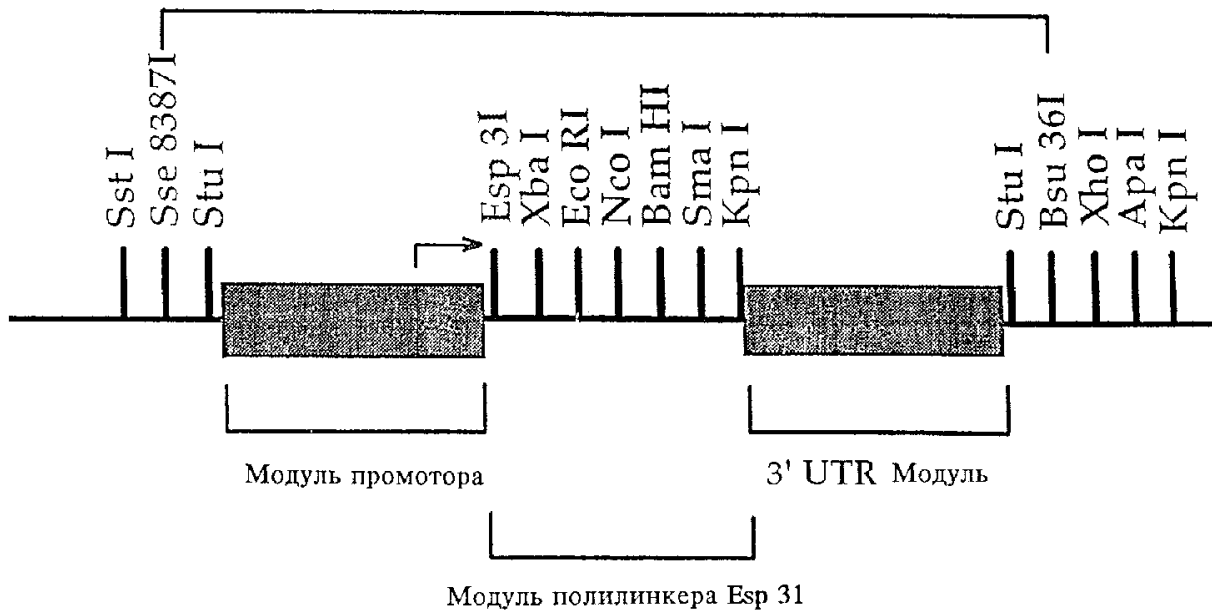
Fragment "A"
Фрагмент "A"

Дигерировать с **Ava I** и **Asp 718** и
 сшить в **pBS Cuticle B7**, разрезать с
 помощью **Ava I** и **Asp 718**



Фиг.4

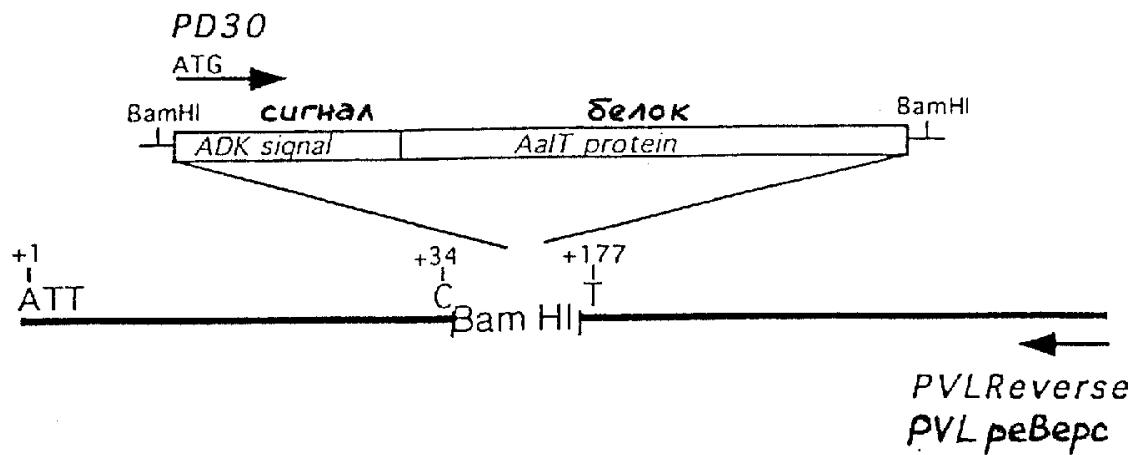
Модуль инсерции вируса



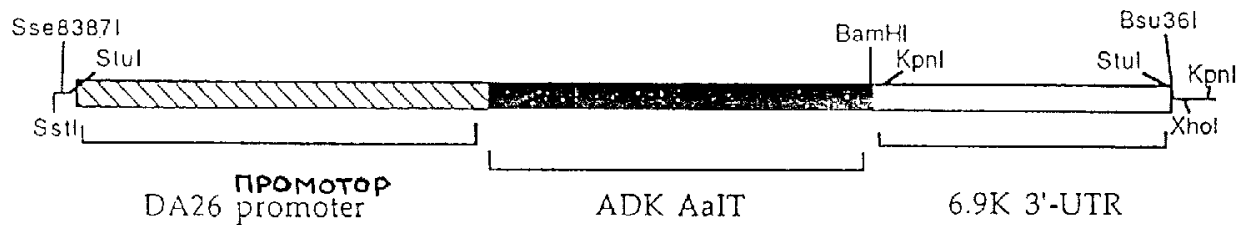
Фиг.5

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2



Фиг.6
AC0075.1



Фиг.7

RU 2152152 C2

RU 2152152 C2