



(51) МПК
A01N 25/26 (2006.01)
A01N 59/26 (2006.01)
A01P 7/04 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013141530/13, 10.02.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 10.02.2012

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 11.02.2011 US 61/442,003

(43) Дата публикации заявки: 20.03.2015 Бюл. № 8

(45) Опубликовано: 10.10.2016 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: WO 95/23506 A1, 08.09.1995. EP 611253 A1, 17.08.1994. WO 98/45036 A1, 10.1998. RU 2230606 C2, 20.06.2004.

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 11.09.2013

(86) Заявка РСТ:
 US 2012/024597 (10.02.2012)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2012/109513 (16.08.2012)

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

**ВУЗЕК Деннис Г. (US),
 БАУЧЕР Рэймонд Е. (US),
 ЛОГАН Мартин К. (US),
 УИЛСОН Стефен Л. (US),
 ЛИ Мэй (US),
 АУЛИЗА Лоренцо (US)**

(73) Патентообладатель(и):

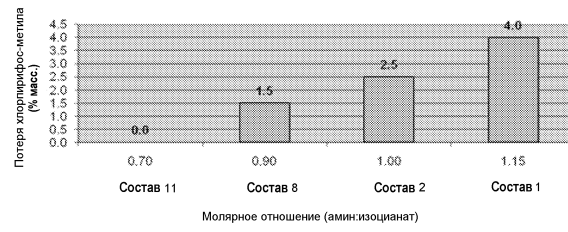
ДАУ АГРОСАЙЕНСИЗ ЭлЭлСи (US)

(54) УЛУЧШЕННЫЕ ИНСЕКТИЦИДНЫЕ СОСТАВЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к сельскому хозяйству, в частности к агрохимическим композициям. Инсектицидный состав содержит водную фазу и диспергированное в ней множество микрокапсул, причем каждая включает по меньшей мере один фосфорорганический инсектицид, например хлорпирифос-метил, по меньшей мере частично окруженный полимерной оболочкой. Полимерная оболочка образована из смеси, содержащей поперечно-сшитый амин и изоцианат, где

молярное отношение аминокрепп в поперечно-сшитом амине к изоцианатным группам в изоцианате находится между 0,3:1 и 0,7:1. Инсектицидные составы могут быть использованы для контроля популяций насекомых путем однократных или периодических применений. Предлагаемые инсектицидные составы имеют улучшенную химическую и физическую стабильность. 6 н. и 23 з.п. ф-лы, 1 ил., 8 табл., 4 пр.



ФИГ. 1

R U 2 5 9 9 5 5 8 C 2

R U 2 5 9 9 5 5 8 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A01N 25/26 (2006.01)
A01N 59/26 (2006.01)
A01P 7/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013141530/13, 10.02.2012

(24) Effective date for property rights:
10.02.2012

Priority:

(30) Convention priority:
11.02.2011 US 61/442,003

(43) Application published: 20.03.2015 Bull. № 8

(45) Date of publication: 10.10.2016 Bull. № 28

(85) Commencement of national phase: 11.09.2013

(86) PCT application:
US 2012/024597 (10.02.2012)(87) PCT publication:
WO 2012/109513 (16.08.2012)

Mail address:

129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, stroenie 3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"

(72) Inventor(s):

VUZEK Dennis G. (US),
BAUCHER Rejmond E. (US),
LOGAN Martin K. (US),
UILSON Stefen L. (US),
LI Mej (US),
AULIZA Lorentso (US)

(73) Proprietor(s):

DAU AGROSAJENSIZ EIEISi (US)

(54) **IMPROVED INSECTICIDE COMPOSITIONS**

(57) Abstract:

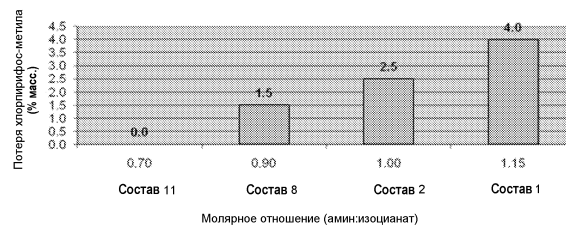
FIELD: agriculture.

SUBSTANCE: invention relates to agriculture, in particular to agrochemical compositions. Insecticidal composition contains an aqueous phase and dispersed therein multiple microcapsules, each contains at least one organophosphate insecticide, for example, chlorpyrifos-methyl, at least partially surrounded by polymer shell. Polymer shell is formed from a mixture containing cross-linked amine and isocyanate, where the molar ratio of amine groups in cross-linked amine to isocyanate groups in isocyanate is between 0.3:1 and 0.7:1. Insecticide compositions may be used for control

of insect population by single or regular applications.

EFFECT: disclosed insecticide compositions have improved chemical and physical stability.

29 cl, 1 dwg, 8 tbl, 4 ex



ФИГ. 1

Приоритетная формула изобретения

Данная заявка испрашивает приоритет предварительной патентной заявки США с серийным номером 61/442003, поданной 11 февраля 2011 года, озаглавленной "IMPROVED INSECTICIDE FORMULATIONS".

5 Область техники, к которой относится изобретение

Различные аспекты и варианты осуществления относятся в основном к составам инсектицидных составов, которые проявляют благоприятные биологические, коммерческие и/или благоприятные по отношению к окружающей среде свойства.

Уровень техники

10 Контролирование популяции насекомых является важным для современного сельского хозяйства, хранения пищи и гигиены. В настоящее время безопасные и эффективные капсулированные инсектицидные составы играют существенную роль в контролировании популяций насекомых. Свойства применимых капсулированных инсектицидных составов включают хорошую эффективность против целевых насекомых, 15 включая высокую начальную токсичность против целевых насекомых, легкость обработки, стабильность, благоприятные периоды присутствия в окружающей среде и, в некоторых примерах, долгий эффективный период инсектицидной активности после их применения на площади, соседней с популяцией насекомых.

К сожалению, большинство инсектицидных составов, особенно составов на жидкой 20 основе, теряют свою эффективность относительно быстро после их применения. Поэтому такие инсектицидные составы должны применяться повторно, чтобы обеспечивать борьбу с насекомыми. Кроме того, составы с коротким периодом активности после применения могут приводить к периодам времени, в течение которых поверхность, примыкающая к популяции насекомых, является восприимчивой к заражению. Это 25 приводит к необходимости периодически применять разные инсектицидные составы для контроля продолжающегося заражения насекомыми-вредителями или предотвращения их появления, повышению количества инсектицидов, которое должно применяться, и повышению стоимости, связанной с их перевозкой, обработкой и применением.

30 Раскрытие изобретения

Варианты осуществления настоящего раскрытия включают инсектицидные составы. Такие инсектицидные составы могут включать полимерную оболочку, составленную из смеси, содержащей поперечно-сшитый амин и гидрофобный изоцианатный мономер, где молярное отношение амина к изоцианатным группам в смеси находится между 35 приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,8:1, и инсектицид, по меньшей мере частично капсулированный полимерной оболочкой.

Варианты осуществления настоящего раскрытия также включают инсектицидные составы, составленные способом, который включает образование органической (т.е. масляной) фазы, состоящей из гидрофобного мономера, по меньшей мере одной 40 инсектицидной композиции, растворителя и консерванта, объединение органической фазы с водной фазой для образования двухфазной смеси и объединение по меньшей мере одного поперечно-сшитого амина со смесью для образования инсектицидного состава в виде капсулы.

Варианты осуществления настоящего раскрытия дополнительно включают способы 45 получения инсектицидных составов. Способы могут включать образование органической фазы, состоящей из гидрофобного мономера, по меньшей мере одной инсектицидной композиции, растворителя и консерванта, объединение органической фазы с водной фазой для образования смеси и объединение по меньшей мере одного поперечно-сшитого

амин со смесью для образования инсектицидного состава в виде капсулы.

Варианты осуществления настоящего раскрытия дополнительно включают способы увеличения эффективной продолжительности действия инсектицида. Такие способы могут включать объединение инсектицида, поперечно-сшитого амина и по меньшей мере одного изоцианатного мономера, при этом поперечно-сшитый амин и по меньшей мере один изоцианатный мономер присутствуют в концентрациях, таких, что молярное отношение поперечно-сшитого амина к изоцианатным группам, содержащимся в смеси, находится между приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,8:1, и образование полимерной оболочки, которая по меньшей мере частично капсулирует порцию инсектицида.

Варианты осуществления настоящего раскрытия дополнительно включают стабильный водный инсектицидный состав, который содержит а) микрокапсулу, имеющую оболочечную стенку из нерастворимой в воде полимочевины, полученную реакцией межфазной поликонденсации между водорастворимым поперечно-сшитым амином и изоцианатным мономером, растворимым в масле, в которой (i) молярное отношение амина к изоцианатным группам составляет приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,8:1, (ii) оболочка из полимочевины имеет толщину более чем приблизительно 2 нанометра (нм) и менее чем приблизительно 50 нм, (iii) средний размер частиц составляет от приблизительно 1 микрометра (мкм) до приблизительно 30 мкм, и (iv) содержащую внутреннее жидкое ядро, состоящее из инсектицида, по меньшей мере частично капсулированного полимерной оболочкой; и б) непрерывную водную фазу.

Краткое описание чертежей

Фиг. 1 представляет собой диаграмму в виде столбцов, показывающую деградацию хлорпирифос-метила в инсектицидных составах, полученных согласно вариантам осуществления способов настоящего раскрытия.

Способ(-ы) осуществления изобретения

Как используется в настоящем описании, термины “капсулировать”, “заключенный в капсулу” и “капсулирование” означают и включают следующее: окружать, заключать или сохранять в капсуле.

Как используется в настоящем описании, термин “микрокапсула” означает и включает частицу(-ы) инсектицида, заключенного в капсулу внутри полимерного материала, такого как полимочевина.

Как используется в настоящем описании, термины “оболочка”, “стенка” означают и включают область формирования полимерного материала, такого как полимочевина, расположенную на поверхности ядра, включающего инсектицид, или на капсулирующей поверхности ядра, включающего инсектицид. Такие термины не обязательно подразумевают, что данная оболочка, или стенка, является полностью однородной или что она полностью охватывает любые материалы или компоненты, которые локализованы внутри соответствующей микрокапсулы.

Как используется в настоящем описании, термин “хлорпирифос-метил” относится к О,О-диметил-О-3,5,6-трихлор-2-пиримидил тиофосфату.

Варианты осуществления инсектицидных составов включают инсектицид, по меньшей мере частично капсулированный внутри полимочевинной оболочки (т.е. микрокапсула). Инсектицид внутри оболочки может присутствовать в виде стабильной водной суспензии фосфаторганического инсектицида в виде капсулы (например, хлорпирифос-метил). Инсектицидные составы обеспечивают эффективную борьбу с вредителями с улучшенной химической и физической стабильностью. Например, инсектицидные составы могут

эффективно уничтожать или отпугивать насекомых в течение по меньшей мере 14 суток после их применения. Такая повышенная стабильность может быть получена применением поперечно-сшитого амина и изоцианатного мономера для образования полимочевинной оболочки микрокапсулы, где молярное отношение амин:изоцианатные группы составляет менее чем приблизительно 1:1. Также раскрыты способы получения инсектицидных составов и способы борьбы (например, отпугивание, подавление или уничтожение) с вредителями при применении инсектицидных составов.

Инсектицид может включать по меньшей мере один фосфаторганический инсектицид, такой как ацефат, азинфос-метил, хлорфенвинфос, хлорэтоксифос, хлорпирифос, диазинон, диметоат, дисульфотон, этопрофос, фенитротион, фентион, фенамифос, фостиазат, малатион, метамидофос, метидатион, ометоат, оксидеметон-метил, паратион, паратион-метил, фонат, фосмет, профенофос и/или трихлорфон. В качестве неограничивающего примера ингредиент, имеющий инсектицидную активность, может представлять собой хлорпирифос-метил.

Хлорпирифос-метил, который имеет тривиальное название О,О-диметил-О-3,5,6-трихлор-2-пиридил тиофосфат, является хорошо известным инсектицидом, который, как было показано, эффективен против широкого спектра вредителей. Хлорпирифос-метил является кристаллическим фосфаторганическим инсектицидом, который действует в качестве ингибитора ацетилхолинэстеразы, уничтожая насекомых путем вмешательства в функцию нервной системы. Например, инсектицидные композиции, включающие хлорпирифос-метил, продаются на рынке фирмой Dow AgroSciences LLC (Indianapolis, IN) под торговым названием RELDAN®.

Оболочка, которая по меньшей мере частично включает инсектицид, может быть образована реакцией (например, реакцией межфазной поликонденсации) между по меньшей мере одним мономером, который по существу не растворим в воде (т.е. гидрофобный мономер), и по меньшей мере одним мономером, который растворим в воде (т.е. гидрофильный мономер). Примеры гидрофобных мономеров, которые могут быть использованы для образования оболочки микрокапсулы, включают, но без ограничения ими, изоцианаты, диизоцианаты, полиизоцианаты, хлорангидриды дикислот, хлорангидриды поликислот, сульфонилхлориды и хлорформиаты. Термин "изоцианат", как используется в настоящем описании, может включать изоцианаты, диизоцианаты, полиизоцианаты и их смеси. В качестве неограничивающего примера, гидрофобный мономер может быть изоцианатом, таким как полиметилениполифенилизоцианат PAPI® 27, который продается на рынке фирмой Dow Chemical Company (Midland, MI).

Примеры гидрофильных мономеров, которые могут быть использованы для образования оболочки микрокапсулы, включают, но без ограничения только ими, поперечно-сшитые амины, такие как диамины и полиамины, водорастворимые диолы и водорастворимые полиолы. Реакция образования капсулы может быть выполнена в присутствии поперечно-сшитого амина. Например, полимочевинная оболочка может быть образована путем взаимодействия гидрофобного изоцианатного мономера и поперечно-сшитого амина. Примеры поперечно-сшитых аминов, которые могут быть использованы для образования оболочки микрокапсулы, включают, но без ограничения ими, этилендиамин (EDA), диэтилентриамин (DETA), тетраметиленидиамин, N,N'-диметилпиперазин, N-этилпиперазин, 1,2-циклогексилдиамин, триэтилентетрамин и пиперазин.

В течение полимеризации поперечно-сшитый амин может способствовать образованию оболочки. Не желая быть связанным с какой-либо конкретной теорией, предполагают, что поперечно-сшитый амин может также разлагать фосфаторганический

инсектицид во время реакции образования оболочки. Таким образом, было установлено, что применение поперечно-сшитого амина и гидрофобного изоцианатного мономера, где молярное отношение амин:изоцианатные группы в смеси является меньшим или равным приблизительно 1:1, обеспечивает химически и физически стабильную систему с пониженным разложением фосфаторганического инсектицида. Молярное отношение амин:изоцианатные группы в смеси, использованной для получения инсектицидного состава, может составлять от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 1:1, и более конкретно от приблизительно 0,3:1 до приблизительно 0,8:1. В качестве примера и без ограничения, молярное отношение амин:изоцианатные группы в смеси, использованной для получения инсектицидного состава, может составлять приблизительно 0,7:1.

Инсектицидные составы могут быть получены, например, способом полимеризации эмульсии, который включает объединение водной фазы, которая содержит гидрофильный мономер (например, поперечно-сшитый амин), с органической фазой, которая содержит гидрофобный мономер (например, изоцианат) и инсектицид. Гидрофобный мономер и гидрофильный мономер подвергают взаимодействию для образования полимерной оболочки вокруг ядра инсектицида, диспергированного внутри жидкости. Инсектицидные составы могут быть приготовлены периодическим способом, поточным способом или непрерывным способом или комбинацией двух способов. Такие способы могут быть разработаны, оптимизированы до требуемых конечных параметров и реализованы любым специалистом в данной области.

Например, водная фаза может быть получена растворением одной или нескольких добавок, которые могут содержаться в водной фазе инсектицидных составов. Такие добавки могут включать один или несколько сурфактантов и консервантов. Пример подходящего сурфактанта включает, но без ограничения им, поливиниловый спирт (ПВА), такой как поливиниловый спирт GOHSENOL™ GL03, который коммерчески доступен от Nippon Synthetic Chemical Industry Co. (Osaka, Япония). Пример подходящего консерванта включает, но без ограничения им, консервант PROXEL® GXL (Arch UK Biocides Limited, Англия). Например, поливиниловый спирт GOHSENOL™ GL03 и консервант PROXEL® GXL необязательно может быть добавлен к водной фазе.

Органическая или масляная фаза может быть образована объединением полиметиленаполифенилизоцианата RAPI® 27 с раствором хлорпирифос-метила в растворителе. Растворитель может быть углеводородной жидкостью, такой как SOLVESSO® 150 ND, которая представляет собой смесь ароматических углеводородов с температурным интервалом перегонки от приблизительно 185°C до приблизительно 207°C, которая коммерчески доступна от фирмы Exxon Mobile Chemical Company (Houston, TX). Например, раствор хлорпирифос-метила в растворителе может быть получен с содержанием приблизительно 50% масс. хлорпирифос-метила в SOLVESSO® 150 ND. Коммерчески доступная композиция хлорпирифос-метила может быть также использована в органической фазе. Такие композиции, а именно инсектицид RELDAN®, который продается на рынке фирмой Dow AgroSciences LLC, может включать приблизительно от примерно 10% масс. до примерно 30% масс. хлорпирифос-метила.

Органическая фаза также может включать консервант, такой как 1-нонанал. Ингредиенты органической фазы могут быть перемешаны до получения по существу гомогенной суспензии.

Водная фаза и органическая фаза могут быть объединены для образования смеси, которая включает две несмешивающиеся фазы (т.е. двухфазная смесь). Двухфазная смесь может быть подвергнута общепринятому способу эмульгирования с высоким сдвигом для диспергирования масляной фазы в водной фазе. По мере того как масляная

фаза диспергируется в водной фазе, множество частиц масляной фазы может формироваться внутри водной фазы. Процесс эмульгирования может продолжаться до тех пор, пока не будет достигнут требуемый размер частиц (т.е. объемный средний диаметр частиц). Таким образом, размер частиц может быть проконтролирован регулированием по меньшей мере одного фактора из продолжительности времени или скорости, при которой смесь подвергают эмульгированию. Например, размер частиц может составлять от приблизительно 1 микрона (мкм) до приблизительно 30 мкм, более конкретно, от приблизительно 1 мкм до приблизительно 10 мкм.

Поперечно-сшитый амин, такой как EDA, затем может быть добавлен к эмульсии и может взаимодействовать с изоцианатными группами гидрофобного мономера, такого как полиметилениполифенилизоцианат PAPI® 27, на поверхности раздела между частицами масляной фазы и водной фазы с образованием полимочевинной оболочки микрокапсулы. В качестве неограничивающего примера, молярное отношение амина к изоцианатным группам в смеси может составлять от приблизительно 0,3:1 до приблизительно 0,8:1, более конкретно, от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 0,7:1. После добавления поперечно-сшитого амина, смесь может быть сохранена при температуре от приблизительно 20°C до приблизительно 60°C, и более конкретно, от приблизительно 20°C до приблизительно 30°C.

Полученная инсектицидная препаративная форма в виде капсул представляет собой суспензию микрокапсул, которая включает частицы жидкой масляной фазы, по меньшей мере частично капсулированные оболочкой и суспендированные в водной фазе. Частицы масляной фазы могут называться в настоящем описании как “ядро” микрокапсул. В вариантах осуществления, в которых гидрофобный мономер является изоцианатом и поперечно-сшитый амин является EDA, оболочка микрокапсул может представлять собой полимочевину. Путем регулирования продолжительности периода, в течение которого смесь подвержена эмульгированию и/или скорости смешивания, толщина полимочевинной оболочки может быть изменена. Аналогично, количества изоцианата, перекрестно-сшитых аминов и других ингредиентов могут быть отрегулированы для образования капсул с изменяющимися размерами и толщинами оболочек.

Технологический процесс, использованный для получения инсектицидных составов, может представлять собой комбинацию периодического способа и непрерывного, поточного способа эмульгирования. Органическая и водная фазы могут быть получены, как описано в настоящем документе, и затем могут быть по отдельности дозированы в автоматический роторно-статорный гомогенизатор, или аналогичное устройство, при отношении водного объема к масляному объему от приблизительно 0,75 до приблизительно 1,10. Размер образовавшихся капель масляной эмульсии может быть проконтролирован скоростями подачи в гомогенизатор и ротационной скоростью гомогенизатора. Например, размер частиц может составлять приблизительно от 1 мкм до приблизительно 30 мкм, и более конкретно, от приблизительно 1 мкм до приблизительно 10 мкм. Раствор поперечно-сшитого амина затем может быть добавлен в линию поточного выхода эмульсии из гомогенизатора при использовании другой дозирующей системы, добавляя второй компонент для образования полимочевинной оболочки. Образующийся поток затем может быть собран в конечный сосуд, куда любые конечные средства, описанные в настоящем документе, могут быть добавлены для завершения состава. В альтернативном случае может быть добавлен изоцианат PAPI 27 в качестве отдельного потока к гомогенизатору путем присоединения другой дозирующей системы. Технологический процесс, описанный в настоящем документе, может быть разработан, оптимизирован и выполнен любым специалистом в данной

области.

Расчет количеств компонентов стенки капсулы, необходимых для достижения целевой толщины стенки, основан на геометрической формуле, устанавливающей отношение объема сферы к ее радиусу. Если предположить морфологию ядро-оболочка, с ядром, состоящим из компонентов, не образующих стенку, компонентов, не растворимых в воде (т.е. хлорпирифос-метил и растворитель), и оболочкой, полученной из полимеризуемых материалов (т.е. изоцианат и амин), тогда уравнение (1) характеризует связь отношения объема ядра (V_C) и объема ядра плюс объем оболочки (V_S) к их соответствующим радиусам, где r_s является радиусом капсулы, включая оболочку и l_s является толщиной оболочки.

$$\frac{V_C + V_S}{V_C} = \left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3 \quad (1)$$

Решение уравнения (1) относительно объема оболочки дает:

$$V_S = V_C \left(\left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3 - 1 \right) \quad (2)$$

Замена массами (m_i) и плотностями (d_i) их соответствующих объемов ($m_s/d_s=V_s$ и $m_c/d_c=V_c$, где нижний индекс s или c относится к оболочке или ядру, соответственно) и решение уравнения относительно массы оболочки дает:

$$m_s = m_c \frac{d_s}{d_c} \left(\left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3 - 1 \right) \quad (3)$$

Для упрощения расчета и прямого использования соответствующих масс ядра и компонентов оболочки делают допущение, по которому отношение плотностей d_s/d_c приблизительно равно единице, что приводит к уравнению (4):

$$m_s \approx m_c \left(\left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3 - 1 \right) \quad (4)$$

Проведение замен $m_C = m_O - m_{OSM}$, $m_S = m_O + (f_{WSM/OSM})m_{OSM} - m_C$ и $f_{WSM/OSM} = m_{WSM}/m_{OSM}$ (отношение гидрофильного мономера к гидрофобному мономеру), где m_O является общей массой масляных компонентов (например, хлорпирифос-метил, растворитель и гидрофобный мономер), m_{OSM} является массой гидрофобного мономера, и m_{WSM} является массой гидрофильного мономера, и решение относительно m_{OSM} дает:

$$m_{OSM} = \frac{m_O \left(\left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3 - 1 \right)}{f_{WSM/OSM} + \left(\frac{r_s}{r_s - l_s} \right)^3} \quad (5)$$

Для определения m_{OSM} при расчете использовано общее количество m_{WSM} .

Например, инсектицидные составы могут быть получены так, что оболочка каждой микрокапсулы имеет среднюю толщину от приблизительно 2 нанометров (нм) до приблизительно 50 нм, и более конкретно, приблизительно от 2 нанометров (нм) до приблизительно 20 нм. Например, средняя толщина оболочек может составлять приблизительно 10 нм.

Один или несколько конечных агентов могут быть добавлены в инсектицидный

состав в виде капсул. Такие конечные агенты включают, например, один или несколько сурфактантов, загустителей, консервантов, пеногасителей и буферов. Примеры подходящих сурфактантов включают, но без ограничения ими, графт-сополимер алкилфенолэтоксилата и полиалкиленгликольэфироакрила, такой как полимерный сурфактант, коммерчески доступный от Croda Chemicals Ltd. (Англия) под торговым названием ALTOX™ 4913, диоктилсульфосукцинат натрия (SDS) GEROPON®, который коммерчески доступен от Rhodia Novacare (Canbury, NJ), и поливиниловый спирт GOHSENOLO™ GL03. Подходящие загустители включают, но без ограничения ими, ксантановую камедь (например, ксантановая камедь KELZAN® ASX, которая может быть получена коммерческим путем от CP Kelco U.S., Inc., Atlanta, GA), гель микрокристаллической целлюлозы, а именно AVICEL® CL 611, который коммерчески доступен от фирмы FMC Corporation (Филадельфия, PA), и силикаты (например, алюмосиликат магния VEEGUM®, который может быть получен коммерческим путем от R.T. Vanderbilt Company, Inc., Norwalk, CT). Пример подходящего консерванта включает, но без ограничения им, консервант PROXEL® GXL (Arch UK Biocides Limited, Англия). Например, поливиниловый спирт GOHSENOLO™ GL03, алюмосиликат магния VEEGUM®, KELZAN® ASX ксантановая камедь и консервант PROXEL® GXL необязательно могут быть добавлены в водную фазу после образования инсектицидной суспензии в виде капсул. Пример подходящих пеногасителей включает, но без ограничения ими, пеногасители на основе силикона. Такой пеногаситель на основе силикона доступен от Harcros Chemicals, Inc. (Kansas City, KS) под торговым названием Antifoam 100 IND. Буфер может включать, например, водный раствор слабой кислоты и ее сопряженное основание или слабое основание и его сопряженную кислоту. Буферный раствор может быть составлен для поддержания требуемого pH инсектицидного состава.

Водные инсектицидные составы в виде капсул можно необязательно разбавлять носителем, таким как вода, и можно применять непосредственно на популяцию насекомых или на поверхность, прилегающую к популяции насекомых. Инсектицидные составы могут быть также эффективны против вредителей как некапсулированные составы, но при сравнении, могут проявлять значительно сниженную токсичность для млекопитающих, меньшее влияние на окружающую среду и повышенную стабильность. Кроме того, инсектицидные составы могут сохранять свои инсектицидные свойства в течение значительно увеличенного периода времени по сравнению с некапсулированными составами, особенно составы на основе жидкости.

Следующие примеры служат для того, чтобы раскрыть варианты осуществления настоящего изобретения более конкретно. Данные примеры не должны восприниматься как исчерпывающие или ограничивающие объем настоящего изобретения.

ПРИМЕРЫ

Пример 1 - Получение инсектицидных составов

Как показано в таблице 1, составы инсектицидов, таких как хлорпирифос-метил, могут быть заключены в микрокапсулы путем получения капсулы в присутствии инертной жидкости, такой как углеводородная жидкость и 1-нонанал. Различные инсектицидные составы получали с различными количествами EDA непрерывным или поточным способом, как описано в настоящем документе.

Таблица 1 Пример инсектицидных составов в виде капсул				
Состав	1	2	8	11
Хлорпирифос-метил	19,4	19,4	19,4	19,4

	Углеводородная жидкость SOLVESSO® 150ND	19,0	19,0	19,0	19,0
	1-Нонанал	0,38	0,38	0,38	0,38
	полиметилениполифенилизоцианат PAPI®27	0,6231	0,6231	0,6231	0,6231
	Этилендиамин (EDA)	0,1604	0,1395	0,1256	0,0977
5	Поливиниловый спирт GOHSENOL™ GL03	1,9886	1,9886	1,9886	1,9886
	GEROPON® SDS	0,2448	0,2448	0,2448	0,2448
	Стабилизатор AVICEL® CL611	0,11	0,11	0,11	0,11
	Ксантановая камедь KELZAN® ASX	0,02	0,02	0,02	0,02
	Консервант PROXEL® GXL	0,05	0,05	0,05	0,05
	Пеногаситель 100 IND	0,0756	0,0756	0,0756	0,0756
10	Деионизированная (DI) вода	34,7	34,7	34,7	34,7
	Конечная вода или необязательный буферный раствор	23,2475	23,2684	23,2823	23,3102
	Молярное отношение амин:изоцианат	1,15	1,0	0,9	0,7
	Всего:	100	100	100	100

Водную фазу получали путем совместного перемешивания продуктов с получением 6,0% масс. раствора поливинилового спирта (GOHSENOL® GL03), содержащего 0,15% 15 масс. Proxel GXL с водой в качестве ингредиента для баланса. Органическую или масляную фазу получали путем совместного перемешивания 49,2% хлорпирифос-метила, 1,0% 1-нонанола, 48,2% Solvesso 150 и 1,6% PAPI 27. Фазу поперечно-сшитого амина готовили растворением EDA, получая 2,0% масс. раствора в воде. Фаза геля Kelzan содержала 1,5% масс. Kelzan ASX, 0,1% масс. Proxel GXL и 98,4% воды, и была 20 приготовлена при применении рекомендованной разработчиком прописи для дисперсии с высоким сдвигом. Фаза геля Avicel содержала 5,0% масс. Avicel CL-611, 0,1% масс. Proxel GXL и 94,9% масс. воды, диспергированные вместе с применением высокоскоростного оборудования для дисперсии. Буферный раствор получали, смешивая 50 мл 0,1М дигидрофосфата калия (KH₂PO₄) и 29,1 мл или 0,1М гидроксида натрия 25 (NaOH) и доводя раствор до конечного объема 100 мл деионизированной водой.

Поточная система для капсулирования состояла из 3 дозирующих насосов. Каждый насос калибровали для обеспечения фиксированной дозы материала: 41,5 граммов в минуту (gpm) масляной фазы, 35,0 gpm водной фазы и 2,9 gpm раствора амина. Насосы для масляной фазы и водной фазы объединяли на вводе к роторно-статорному 30 гомогенизатору IKA DK-25, в котором получали эмульсию. DK-25 имел регулируемую скорость и тахометр для обеспечения контроля размера мелких частиц. Обычно DK-25 вводили в работу при приблизительно 18000 об/мин. Раствор EDA дозировали в поток жидкости при разгрузке гомогенизатора и пропускали через 5 элементный статический миксер и собирали в сосуде. Скорость потока раствора EDA изменяли при 35 необходимости для обеспечения требуемого соотношения для каждого состава. Получение состава завершали перемешиванием в течение по меньшей мере 30 минут, затем добавлением в GEROPON® SDS, пеногасителя Antifoam 100 IND, фазы геля Kelzan и Avicel, необязательного буферного раствора, если используется, и наконец, воды при 40 необходимости. Окончательную короткую гомогенизацию проводили для включения конечных агентов в суспензию капсул.

Регулируя скорость смешивания, возможно получать капсулированные фосфаторганические инсектицидные составы с изменяющимся размером капсул, имеющим широкий интервал в толщинах оболочки. Аналогично, количества каждого 45 изоцианата, поперечно-сшитого амина и тому подобного могут быть отрегулированы для создания микрокапсулированных фосфаторганических инсектицидных составов, имеющих изменяющиеся размеры капсул и толщины оболочек.

Молярные отношения амин:изоцианатные группы в эмульсиях, содержащих EDA и полиизоцианат PAPI® 27, использованные для приготовления составов 1, 2, 8 и 11,

равны, соответственно, 1,15:1, 1,0:1, 0,9:1 и 0,7:1.

Пример 2 - Оценка инсектицидных составов

Свойства инсектицидных составов, полученных из ингредиентов, перечисленных в таблице 1 (т.е. составы 1, 2, 8 и 11), определяли с течением времени. Оцениваемые свойства представляли собой рН, размер частиц, вязкость и синерезис. Такие свойства определяли сразу после образования (“Начальные”). Образцы каждого из составов 1, 2, 8 и 11 хранили при 54°C, 40°C, температуре замерзания (FT, приблизительно 0°C) и комнатной температуре (RT, приблизительно 25°C). Свойства образцов, хранившихся при 54°C, 40°C, FT и RT, определяли через 2 недели, и свойства образцов, хранившихся при 40°C и RT, определяли через 4 недели. Таблицы 1-5 предоставляют данные, показывающие сравнение каждого из свойств составов 1, 2, 8 и 11, наблюдаемых после хранения, каждого из описанных составов.

рН образцов составов 1, 2, 8 и 11, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, определяли, используя общепринятые способы. Сравнения рН составов 1, 2, 8 и 11 начальных составов и образцов, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, показаны в таблице 2. Как показано в таблице 2, изменение в рН в каждом из составов 1, 2, 8 и 11 было в основном постоянным в образцах, хранившихся в основном в тех же самых условиях. Таким образом, молярное отношение амин:изоцианатные группы, использованное для приготовления каждого из составов 1, 2, 8 и 11, не оказывало значительного влияния на уровень рН в составах, так как различия в основном внутри интервала составляли приблизительно 1 в единице рН.

Таблица 2
Определение рН инсектицидных составов в виде капсул

Время	Температура	Состав			
		1	2	8	11
Начало	RT	7,3	7,1	6,7	6,1
2 недели	54°C	4,2	3,9	4,1	4,2
2 недели	40°C	6,4	6,2	6,0	5,6
2 недели	FT	7,0	6,8	6,5	5,9
2 недели	RT	7,1	7,0	6,6	6,1
4 недели	40°C	5,6	5,5	5,4	5,2
4 недели	RT	7,0	6,8	6,5	5,9

FT - температура замерзания
RT - комнатная температура

Распределения размеров частиц микрокапсул в образцах составов 1, 2, 8 и 11, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, определяли, используя анализатор размера частиц со светорассеянием Malvern Mastersizer 2000, снабженный небольшим устройством для определения объема образца, и с применением программного обеспечения версии 5.12. Перед измерением образцы встряхивали или перемешивали для обеспечения гомогенности. Сравнение измерений размера частиц (мкм, среднее/90%) начальных составов и образцов, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, показаны в таблице 3. Как показано в таблице 3, изменение в размерах частиц в каждом из составов 1, 2, 8 и 11 было в основном постоянным в образцах, хранившихся в основном в тех же самых условиях. Таким образом, молярное отношение амин:изоцианатные группы, использованное для получения каждого из составов 1, 2, 8 и 11, по-видимому, отрицательно не влияет на размер частиц.

Таблица 3

Определение размера частиц инсектицидных составов в виде капсул					
		Состав			
Время	Температура	1	2	8	11
Начало	RT	1,06	1,06	1,06	1,06
2 недели	54°C	3,5/6,3	3,7/6,7	3,8/6,9	3,4/6,1
2 недели	40°C	4,2/8	5,3/10,7	5,5/11,1	3,9/7,2
2 недели	FT	3,6/6,4	3,7/6,6	3,8/6,9	3,6/6,5
4 недели	40°C	3,5/6,3	3,6/6,5	3,8/6,9	3,5/6,1
4 недели	RT	3,8/6,6	4/7,2	3,9/7,1	3,7/6,6

Вязкости определяли для образцов составов 1, 2, 8 и 11, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, используя вискозиметр AR1000 от фирмы TA Instruments (New Castle, DE). Сравнение вязкостей в мПа·с (верх/низ при 100 с⁻¹) и синерезиса (измеренного в виде процента просветления верхней части) начальных составов и образцов, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель, показаны в таблицах 4 и 5.

Таблица 4 Определение вязкости инсектицидных составов в виде капсул					
		Состав			
Время	Температура	1	2	8	11
Начало	RT	64/57	65/60	79/67	94/79
2 недели	54°C	72/65	73/65	77/64	74/58
2 недели	40°C	64/57	72/59	74/65	91/74
2 недели	FT	135/97	110/90	100/87	82/72
2 недели	RT	64/58	65/59	82/69	97/77
4 недели	40°C	70/64	71/59	72/62	83/69
4 недели	RT	64/56	63/57	78/66	93/78

Как показано в таблице 4, вязкость состава 11 сохранялась после хранения при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель по сравнению с вязкостью составов 1, 2 и 8.

Таблица 5 Определение синерезиса инсектицидных составов в виде капсул					
		Состав			
Время	Температура	1	2	8	11
2 недели	54°C	28,6	17,0	18,9	12,0
2 недели	40°C	27,7	16,0	9,8	5,9
2 недели	FT	0,0	0,0	-	8,8
2 недели	RT	30,0	14,5	3,6	8,8
4 недели	40°C	28,3	22,0	17,0	10,6
4 недели	RT	29,4	21,6	7,4	3,9

Как показано в таблице 5, состав 11 показал в основном улучшенный синерезис после хранения при разных температурах в течение 2 недель и 4 недель по сравнению с количеством синерезиса, наблюдаемого для составов 1, 2 и 8.

Пример 3 - Дегградация хлорпирифос-метила как функция молярного отношения амин:изоцианатные группы в эмульсии поперечно-сшитого амина и мономера изоцианата, использованной для приготовления инсектицидных составов в виде капсул

Определяли дегградацию хлорпирифос-метила как функцию молярного отношения амин:изоцианатные группы в эмульсии поперечно-сшитого амина (EDA) и мономера изоцианата (PAPI® 27), использованной для приготовления инсектицидных составов в виде капсул. В каждом из составов 1, 2, 8 и 11, определяли количество хлорпирифос-метила (в % масс.) в образцах, хранившихся при 54°C, 40°C, температуре замерзания (FT, приблизительно 0°C) и комнатной температуре (RT, приблизительно 25°C).

Количество хлорпирифос-метила в каждом из составов определяли сразу после получения образца (“начальное”). Кроме того, определяли количество хлорпирифос-метила в образцах, хранившихся при 54°C, 40°C, FT и RT, через 2 недели и определяли количество хлорпирифос-метила в образцах, хранившихся при 40°C и RT, через 4 недели.

5 Таблица 6 показывает количества (в % масс.) хлорпирифос-метила в каждом из образцов, хранившихся в течение описанных периодов времени и при описанных температурах.

На фиг.1 представлена диаграмма в виде столбцов, показывающая потерю (в % масс.) хлорпирифос-метила в составах 1, 2, 8 и 11 как функцию молярного отношения амин:изоциантные группы в эмульсии поперечно-сшитого амина (EDA) и мономера изоцианата (РАPI® 27), использованной для приготовления инсектицидных составов в виде капсул после двух недель хранения при 54°C. Состав 1 (молярное отношение амин:изоцианатные группы равно приблизительно 1,15) показал потерю хлорпирифос-метила на приблизительно 4% масс. Состав 2 (молярное отношение амин:изоцианатные группы равно приблизительно 1) показал потерю хлорпирифос-метила на приблизительно 2,5% масс. Состав 8 (молярное отношение амин:изоцианатные группы равно приблизительно 0,9) показал потерю хлорпирифос-метила на приблизительно 1,5% масс. Состав 11 (молярное отношение амин:изоцианатные групп равно приблизительно 0,7) показал потерю хлорпирифос-метила на приблизительно 0% масс. Таким образом, снижение молярного отношения амин:изоцианатные группы в эмульсии поперечно-сшитого амина (EDA) и мономера изоцианата (РАPI® 27), использованной для приготовления инсектицидных составов в виде капсул, приводит к значительному снижению в потере хлорпирифос-метила.

25 Таблица 6
Определение хлорпирифос-метила (% масс.) в инсектицидных составах в виде капсул после хранения при разных температурах

Время	Температура	Состав			
		1	2	8	11
Начало	RT	20,2	20,3	20,3	20,1
2 недели	54°C	19,4	19,8	20,0	20,2
2 недели	40°C	20,1	20,2	20,1	20,2
2 недели	FT	19,2	20,1	20,0	19,9
2 недели	RT	20,2	20,2	20,3	20,1
4 недели	40°C	19,8	20,1	20,2	20,3
4 недели	RT	20,3	20,3	20,1	20,0

30 RT - комнатная температура
FT - температура заморозания

35 Пример 4 - Деградация хлорпирифос-метила как функция толщины стенки капсулы с одновременным сохранением молярного отношения амин:изоцианатные группы в эмульсии поперечно-сшитого амина и мономера изоцианата, использованной для приготовления инсектицидных составов в виде капсул при приблизительно 0,5:1

Составы хлорпирифос-метила (составы А, В, С и D) получали, используя в основном те же способы, которые описаны в примере 1. Составы А, В, С и D включали инсектицид RELDAN® в качестве источника хлорпирифос-метила. Составы готовили, используя молярное отношение амин:изоцианат в эмульсии, используемой для приготовления микрокапсул, приблизительно при 0,5:1. Микрокапсулы каждого из составов А, В, С и D имели размер частиц приблизительно 3 мкм и соответственно имели толщину стенки приблизительно 5 нм, приблизительно 10 нм, приблизительно 20 нм и приблизительно 100 нм.

рН и потерю содержания хлорпирифос-метила в составах А, В, С и D определяли с течением времени. Свойства определяли сразу после образования (“начальные”). Образцы каждого из составов А, В, С и D хранили при 54°C и комнатной температуре

(RT, приблизительно 25°C). Свойства образцов определяли после 2 недель хранения, после 4 недель хранения и после 6 недель хранения. Таблицы 7 и 8 предоставляют данные, показывающие сравнение каждого из свойств в составах А, В, С и D, наблюдаемых после хранения каждого из составов, как описано.

5 рН образцов составов А, В, С и D, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель, 4 недель и 6 недель, определяли, используя общепринятые способы. Сравнение рН составов начальных составов и образцов, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель, 4 недель и 6 недель, показаны в таблице 7.

10

Состав (толщина стенки)	рН			
	Начальный	6 недель при RT	2 недели при 54°C	4 недели при 54°C
А (5 нм)	6,0	5,2	2,5	2,30
В (10 нм)	6,9	6,0	2,5	2,12
С (20 нм)	7,4	6,8	2,9	2,08
15 D (100 нм)	-	6,4	6,0	5,9

Как показано в таблице 7, рН составов А, В и С, хранившихся при 54°C, в основном снижался после 4 недель, и рН состава D был в основном постоянным в образцах, хранившихся по существу в аналогичных условиях. Таким образом, уменьшение размера частиц микрокапсул в составах А, В и С может отрицательно влиять на уровень рН.

20 Потерю содержания хлорпирифос-метила в образцах А, В, С и D, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель, 4 недель и 6 недель, определяли, используя общепринятые способы. Сравнение потери содержания хлорпирифос-метила в образцах составов А, В, С и D начальных составов и образцах, хранившихся при разных температурах в течение 2 недель, 4 недель и 6 недель, показаны в таблице 8.

25

Состав (толщина стенки)	Содержание хлорпирифос-метила (г/л)				
	Начальный	2 недели при 54°C		4 недели при 54°C	
		г/л	% потери	г/л	% потери
30 А (5 нм)	201,8	196,5	2,6	189,0	6,3
В (10 нм)	203,0	194,5	4,2	187,0	7,9
С (20 нм)	202,1	188,3	6,8	179,8	11,0
D (100 нм)	196,2	196,2	0	-	-

35 Как показано в таблице 8, потеря содержания хлорпирифос-метила в составах А, В и С, хранившихся при 54°C, была в основном выше, чем для образца D по прошествии времени в образцах, хранившихся в основном в аналогичных условиях. Таким образом, уменьшение толщины стенок микрокапсул в каждом из составов А, В и С может повышать потерю содержания хлорпирифос-метила в этих образцах.

40 Хотя настоящее изобретение было описано в отношении некоторых вариантов осуществления, настоящее изобретение может быть дополнительно модифицировано в пределах сущности и объема данного раскрытия. Данная заявка, таким образом, предназначена для охвата любых изменений, применений или адаптаций изобретения с использованием его общих принципов. Кроме того, данная заявка предназначена для охвата таких отклонений от настоящего раскрытия, которые осуществляют в пределах известной или обычной практики в данной области, к которой относится данное изобретение и которые находятся в пределах приложенной формулой изобретения.

Формула изобретения

1. Инсектицидный состав, содержащий:

полимерную оболочку, образованную из смеси, содержащей поперечно-сшитый амин и изоцианат, где молярное отношение аминогрупп в поперечно-сшитом аmine к изоцианатным группам в изоцианате находится между приблизительно 0,3:1 и

5 приблизительно 0,7:1;

инсектицид, по меньшей мере, частично капсулированный полимерной оболочкой;

и

непрерывную водную фазу.

10 2. Инсектицидный состав по п. 1, в котором поперечно-сшитый амин представляет собой этилендиамин, тетраметилендиамин или 1,2-циклогексилдиамин.

3. Инсектицидный состав по п. 1, в котором инсектицид представляет собой органический фосфат, выбранный из группы, состоящей из: ацефата, азинфос-метила, хлорфенвинфоса, хлорэтоксифоса, хлорпирифос-метила, диазинона, диметоата, дисульфотона, этопрофоса, фенитротрион, фентиона, фенамифоса, фостиазата,

15 малатиона, метамидофоса, метидатиона, ометоата, оксидеметон-метила, паратиона, паратион-метила, фората, фосмета, профенофоса и трихлорфона.

4. Инсектицидный состав по п. 1, в котором инсектицид представляет собой хлорпирифос-метил.

5. Инсектицидный состав по п. 1, в котором молярное отношение аминогрупп в

20 поперечно-сшитом аmine к изоцианатным группам в изоцианатном мономере находится между приблизительно 0,5:1 и приблизительно 0,7:1.

6. Инсектицидный состав по п. 1, в котором полимерная оболочка имеет толщину от приблизительно 2 нм до приблизительно 20 нм.

7. Способ получения инсектицидного состава, включающий:

25 объединение водной фазы и масляной фазы, содержащей изоцианатный мономер и по меньшей мере один инсектицид;

эмульгирование масляной фазы и водной фазы для образования смеси;

добавление поперечно-сшитого амина к смеси, причем смесь содержит молярное отношение аминогрупп в поперечно-сшитом аmine к изоцианатным группам в

30 изоцианатном мономере между приблизительно от 0,3 до 1 и приблизительно от 0,7 до 1; и

взаимодействие изоцианатного мономера с поперечно-сшитым амином для образования инсектицидного состава.

8. Способ по п. 7, дополнительно включающий растворение одного или нескольких

35 сурфактантов и консерванта в воде для образования водной фазы.

9. Способ по п. 8, в котором растворение одного или нескольких сурфактантов и консерванта в воде для образования водной фазы включает растворение поливинилового спирта и консерванта в воде.

10. Способ по п. 7, дополнительно включающий объединение изоцианатного

40 мономера, 1-нонанала и раствора, содержащего хлорпирифос-метил, в растворителе для образования органической фазы.

11. Способ по п. 10, в котором изоцианатный мономер представляет собой полиметилениполифенилизоцианат.

12. Способ по п. 7, в котором эмульгирование масляной фазы и водной фазы для

45 образования смеси включает эмульгирование масляной фазы и водной фазы для образования множества частиц масляной фазы внутри водной фазы.

13. Способ по п. 7, в котором добавление поперечно-сшитого амина в смесь включает образование реакционной смеси для получения молярного отношения аминогрупп в

поперечно-сшитом амине к изоцианатным группам в изоцианатном мономере в пределах между приблизительно 0,5:1 и приблизительно 0,7:1.

14. Способ по п. 7, в котором взаимодействие гидрофобного изоцианатного мономера с поперечно-сшитым амином для образования инсектицидного состава включает экспозицию гидрофобного мономера и поперечно-сшитого амина при температуре приблизительно от 20°C до приблизительно 60°C.

15. Способ получения инсектицидного состава, включающий:

образование масляной фазы, состоящей из гидрофобного изоцианатного мономера, по меньшей мере одной инсектицидной композиции, растворителя и консерванта;

объединение масляной фазы с водной фазой для образования смеси; и

объединение по меньшей мере одного поперечно-сшитого амина с данной смесью для образования инсектицидного состава, где в инсектицидном составе молярное отношение аминокрупп в поперечно-сшитом амине к изоцианатным группам в гидрофобном изоцианатном мономере находится между приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,7:1.

16. Способ по п. 15, в котором образование масляной фазы, состоящей из гидрофобного изоцианатного мономера, по меньшей мере одной инсектицидной композиции, растворителя и консерванта, включает образование органической фазы, состоящей из изоцианатного мономера, хлорпирифос-метила, растворителя и 1-нонанала.

17. Способ по п. 15, дополнительно включающий выбор полиметиленаполифенилизоцианата в качестве изоцианата.

18. Способ по п. 15, в котором объединение органической фазы с водной фазой для образования смеси включает эмульгирование масляной фазы и водной фазы для образования множества частиц масляной фазы внутри водной фазы.

19. Способ по п. 18, в котором эмульгирование масляной фазы и водной фазы для образования множества частиц масляной фазы внутри водной фазы включает эмульгирование масляной фазы и водной фазы для образования множества частиц, имеющих средний диаметр от приблизительно 1 мкм до приблизительно 30 мкм.

20. Способ по п. 15, в котором объединение по меньшей мере одного поперечно-сшитого амина со смесью для образования инсектицидного состава включает выбор такого количества по меньшей мере одного поперечно-сшитого амина, что молярное отношение аминокрупп в поперечно-сшитом амине к изоцианатным группам в гидрофобном изоцианатном мономере находится между приблизительно 0,5:1 и приблизительно 0,7:1.

21. Способ увеличения эффективного периода действия инсектицида в полевых условиях, включающий:

объединение инсектицида, поперечно-сшитого амина и по меньшей мере одного изоцианатного мономера, где молярное отношение аминокрупп в поперечно-сшитом амине к изоцианатным группам в гидрофобном изоцианатном мономере находится между приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,7:1, и

образование полимерной оболочки, которая по меньшей мере частично капсулирует порцию инсектицида.

22. Способ по п. 21, в котором объединение инсектицида, поперечно-сшитого амина и по меньшей мере одного изоцианатного мономера включает объединение органического фосфата, поперечно-сшитого амина и по меньшей мере одного изоцианатного мономера.

23. Способ по п. 21, в котором инсектицид представляет собой хлорпирифос-метил.

24. Способ по п. 21, в котором образование полимерной оболочки, которая по

меньшей мере частично капсулирует порцию инсектицида, включает:

образование масляной фазы, содержащей инсектицид и по меньшей мере один изоцианатный мономер;

объединение масляной фазы с водной фазой для образования смеси; и

5 объединение поперечно-сшитого амина с данной смесью для образования микрокапсулированного инсектицидного состава.

25. Способ по п. 24, в котором образование масляной фазы, содержащей инсектицид и по меньшей мере один изоцианатный мономер, включает образование масляной фазы, состоящей из инсектицида, по меньшей мере одного изоцианатного мономера и

10 растворителя.

26. Способ по п. 24, в котором объединение масляной фазы с водной фазой для образования смеси включает объединение масляной фазы с водной фазой, содержащей воду и сурфактант для образования смеси.

27. Способ контролирования популяции насекомых, включающий:

15 получение инсектицидного состава, включающее:

объединение водной фазы и масляной фазы, содержащих гидрофобный изоцианатный мономер и по меньшей мере один инсектицид, для образования смеси;

добавление поперечно-сшитого амина в реакционную смесь, причем реакционная смесь имеет молярное отношение аминогрупп в поперечно-сшитом амине к

20 изоцианатным группам в гидрофобном изоцианатном мономере между приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,7:1; и

взаимодействие гидрофобного изоцианатного мономера с поперечно-сшитым амином для образования инсектицидного состава; и

25 применение инсектицидного состава на площади, содержащей популяцию насекомых, или соседней с популяцией насекомых.

28. Стабильный водный инсектицидный состав, содержащий:

а) микрокапсулу, имеющую оболочечную стенку из нерастворимой в воде полимочевины, полученную реакцией межфазной поликонденсации между водорастворимым поперечно-сшитым амином и растворимым в масле изоцианатным

30 мономером, в которой

(i) молярное отношение аминогрупп к изоцианатным группам находится между приблизительно 0,3:1 и приблизительно 0,7:1,

(ii) оболочка из полимочевины имеет толщину более чем приблизительно 2 нанометра (нм) и менее чем приблизительно 50 нм,

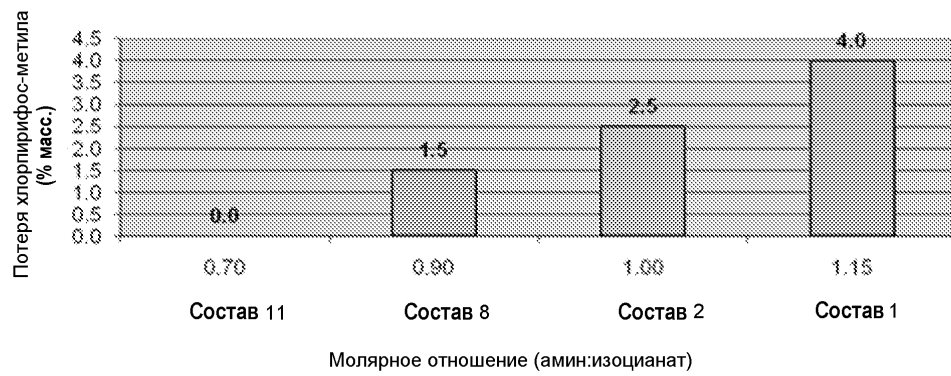
35 (iii) средний размер частиц равен от приблизительно 1 микрометра (мкм) до приблизительно 30 мкм, и

(iv) содержащую внутреннее жидкое ядро, состоящее из инсектицида, по меньшей мере частично капсулированного полимерной оболочкой; и

б) непрерывную водную фазу.

40 29. Инсектицидный состав по п. 28, дополнительно содержащий сурфактант.

1/1



ФИГ. 1