

Дана заявка заявляє пріоритет за попередньою заявкою США, реєстраційний номер 60/277 503, зареєстрованої 21 березня 2001р., яка включена сюди за допомогою посилання.

Даний винахід відноситься до способів контролювання вивільнення сільськогосподарських активних речовин з обробленого насіння рослин, і, конкретніше, до способів контролювання вивільнення сільськогосподарських активних речовин з обробленого насіння рослин за допомогою використання покриття насіння.

Розробка та використання пестицидів збільшили урожай найбільш агрономічно важливих рослин. Пестициди, включаючи гербіциди, інсектициди, нематодциди, акарициди, фунгіциди, бактеріциди і тому подібні, зараз широко застосовують на ґрунтах до, під час або після висіву насіння, або застосовують безпосередньо або опосередковано до рослин, що ростуть, у різний час протягом сезону вирощування.

Однак широко поширене використання пестицидів не обходилося без проблем, зумовлених широким спектром активності і високою токсичністю деяких пестицидів. Такі негативні результати ускладнювалися широким поширенням пестицидів у навколишньому середовищі внаслідок таких векторів, як стоки, знесення вітром, вилугування, діяльність тварин і тому подібне. Цей тип переміщення пестицидів від точки їхнього застосування і цілі активності також вимагає використання вищих рівнів пестицидів, для того щоб гарантувати, що це застосування забезпечує бажану пестицидну активність протягом бажаного періоду часу, що вимагається.

Одним із способів, для якого було виявлено, що він є багатообіцяючим у деяких застосуваннях, є обробка насіння рослин пестицидами. Загальна інформація з цієї теми представлена, наприклад, у [Chemtech, 5:284-287 (травень 1978)]. У ситуаціях, коли обробка насіння є ефективною, це може зменшити кількість пестициду, що потрібна для одержання бажаного рівня активності. Інші переваги безпосередньої передпосівної обробки насіння включають зменшення кількості окремих проходів поля, які повинен зробити фермер, щоб підготуватися до висіву і вирощування культури, і обмеження праймійної початкової зони пестицидної активності насінням і його безпосереднім оточенням. Подальша інформація про покриття насіння була опублікована Barke et al., який описує суміші для покриття насіння, що містять стабілізуючий поліол, у патенті США №4272417. Покриття насіння, що містять комплекси поліелектролітів, розкриті Dannelly у патенті США №4245432. Koupo описав спосіб нанесення на насіння гелевого покриття у патенті США №4808430. У патенті США №4735015 Schmolka описав обгортання насіння у покриття, яке містить певні поліоксіетилен-поліоксibuтиленові блок-співполімери.

Ранні застосування обробки насіння часто проводили, просто наносячи пестицид, наприклад, фунгіцид, безпосередньо на насіння, що супроводжувалося просушуванням обробленого насіння для зберігання і використання. Однак скоро стало очевидним, що ця технологія також мала недоліки, такі як токсичність пестициду для насіння, високий ступінь втрат пестициду під час зберігання, і піддавання робітників, які обробляють і висівають насіння, впливу високих рівнів пестициду. У випадках, коли пестицид був водорозчинним або легко вилугувався з насіння, втрата пестициду із зони насіння могла бути швидкою. Це не лише могло знизити ефективність обробки, але також могло спричинити небажане вивільнення пестициду у навколишнє середовище.

У багатьох випадках бажаним є уповільнити або контролювати вивільнення активної речовини з насіння через міркування безпеки і підвищити ефективність використання активної речовини. Наприклад, якщо вивільнення пестициду може бути контрольоване таким чином, що концентрація пестициду в зоні насіння досягає ефективного рівня і залишається на цьому рівні протягом часу, коли цільовий шкідник є активним, ефективність використання пестициду підвищується більше, ніж можна було б звичайно очікувати, якби пестицид просто вносили б у ґрунт при висіві. Приклади способів контролювання вивільнення активних речовин за допомогою використання покриття насіння були описані, серед інших, Turnblad et al. у патентах США № 5849320 і 5876739, який розкрив інсектицидні покриття, що включають полімерну зв'язувальну речовину, інсектицид і наповнювач, де зв'язувальна речовина утворювала основу для інсектициду і наповнювача. Також були описані нанесення такого покриття на насіння і необов'язкове подальше нанесення захисного полімерного зовнішнього покриття.

Одним із міркувань включення пестициду, такого як інсектицид, у саме покриття насіння є те, що активна речовина присутня по всьому покритті і навіть на зовнішній поверхні покритого насіння. Це дозволяє будь-кому, хто обробляє насіння, безпосередньо контактувати з активною речовиною. Для того, щоб мінімізувати цей контакт, необхідно додати друге, додаткове, покриття до насіння. Це потребує додаткових матеріалів і призводить у результаті до вищої вартості підготовки насіння.

Ще однією проблемою, що перешкождала розробці покриття насіння, яке контролює вивільнення пестицидів, була вимога для покриттів, які ретельно підігнані, забезпечити певний хімічний зв'язок із пестицидом. Наприклад, поєднання пестициду і покриття повинне відповідати певним критеріям швидкості вивільнення, захисту активної речовини, захисту насіння, і тому подібне, у той же час не зв'язуючи пестицид так тісно, щоб повністю запобігати вивільненню. Розробка препаративних форм для покриття, що відповідає цим критеріям, звичайно вимагала значних затрат часу і зусиль, і ці препаративні форми найчастіше обмежені для використання з одним типом пестицидів.

Таким чином, було б корисним розробити спосіб контролювання вивільнення сільськогосподарських активних речовин із насіння, що було оброблене такими активними речовинами, де ці способи є легкими, швидкими та економічними для застосування, і є ефективними у контролюванні вивільнення активної речовини з обробленого насіння. Разом із тим, було б корисним, якби такі способи могли бути використані із широким асортиментом сільськогосподарських активних речовин, і якби вони могли бути здійснені на практиці без незручностей і витрат на необхідність розробки полімерного покриття, що має певну хімічну сумісність між конкретною активною речовиною і полімером.

Стисло, отже, даний винахід спрямований на новий спосіб контролювання швидкості вивільнення сільськогосподарської активної речовини з насіння, обробленого цією активною речовиною, спосіб, що включає етапи: забезпечення насіння, що було оброблене сільськогосподарською активною речовиною, нанесення на оброблене насіння плівки, що містить емульсію полімеру в рідині, в якій як сільськогосподарська активна речовина, так і полімер мають низькі рівні розчинності; та отвердіння плівки з утворенням водонерозчинного полімерного покриття на поверхні обробленого насіння.

Даний винахід також спрямований на нове оброблене насіння, яке покривають за допомогою способу, описаного вище.

Даний винахід також спрямований на новий спосіб захисту насіння, який включає обробку насіння за допомогою способу, описаного вище.

Отже, серед декількох переваг, що, як виявлено, досягаються за допомогою даного винаходу, може бути зазначене забезпечення способу контролювання швидкості вивільнення сільськогосподарської активної речовини з насіння, обробленого цією активною речовиною, де цей спосіб є легким, швидким та економічним для застосування; забезпечення такого способу, який є ефективним у контролюванні вивільнення активної речовини з обробленого насіння; забезпечення такого способу, який може бути використаний з широким асортиментом сільськогосподарських активних речовин; і забезпечення такого способу, який може бути здійснений на практиці без незручностей і витрат на необхідність розробки полімерного покриття, що має певну хімічну сумісність між конкретною активною речовиною і полімером.

Фігура 1 показує вивільнення імідаклоприду, як функцію від часу, з насіння кукурудзи, яке було оброблене імідаклопридом, що не супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття або супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття, відповідно до втілення даного способу, з емульсією, що містить Aquacoat ECD, Surelease Polymer, Stepan NMS Latex із  $T_c=25^{\circ}\text{C}$ , або Stepan NMS Latex із  $T_c=15^{\circ}\text{C}$ ;

Фігура 2 показує вивільнення імідаклоприду, як функцію від часу, з насіння бавовнику, яке було оброблене імідаклопридом, що не супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття або супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття, відповідно до втілення даного способу, з емульсією, що містить Stepan NMS Latex; і

Фігура 3 показує вивільнення тебуконазолу, як функцію від часу, з насіння кукурудзи, яке було оброблене тебуконазолом, що не супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття або супроводжувалося нанесенням зовнішнього покриття, відповідно до втілення даного способу, з емульсією, що містить Stepan NMS Latex із  $T_c = 15^{\circ}\text{C}$ , або Stepan NMS Latex із  $T_c=25^{\circ}\text{C}$ .

Відповідно до даного винаходу, було виявлено, що швидкість вивільнення сільськогосподарської активної речовини з насіння, яке було оброблене такою активною речовиною, може бути контрольована за допомогою нанесення на оброблене насіння плівки емульсії полімеру в рідині, в якій як сільськогосподарська активна речовина, так і полімер мають низькі рівні розчинності, і потім отвердіння плівки з утворенням водонерозчинного полімерного покриття на поверхні обробленого насіння.

Було виявлено, що цей спосіб є ефективним засобом забезпечення насіння, яке було оброблене, наприклад, пестицидом, що має контрольовану швидкість вивільнення пестициду в середовище, яке оточує оброблене насіння, тим самим підвищуючи ефективність пестициду. Крім того, полімерне покриття є легким та економічним у застосуванні до насіння, і нанесення може бути здійснене на тому ж обладнанні, на якому насіння обробляють пестицидом. На відміну від традиційних способів формування сумішей з контрольованим вивільненням, новий спосіб забезпечує несподівану перевагу, що полімер, який використовують для створення покриття, не обов'язково повинен мати будь-яку особливу хімічну сумісність з активною речовиною. Отже, цей спосіб, як вважають, є особливо корисним для насіння, яке було оброблене двома або більше активними речовинами, що мають хімічні властивості, які суттєво відрізняються одна від одної. Таке поєднання активних речовин могло б звичайно зробити важкою, якщо не неможливою, розробку типової препаративної форми з контрольованим вивільненням, яка мала б бажані характеристики вивільнення для обох активних речовин.

Вважають, що ще однією несподіваною властивістю нового способу є те, що він дає в результаті оброблене насіння, яке має єдине покриття з дуже низькими рівнями активної речовини біля зовнішньої поверхні покриття. Це, як вважають, викликає необхідність нанесення окремого зовнішнього покриття на насіння, у той же час забезпечуючи оброблене насіння, яке є безпечнішим для поводження з ним і забезпечує більший контроль активної речовини, ніж насіння без покриття.

Полімери, які можуть бути використані для формування даного покриття, є такими, що здатні утворювати водонерозчинне покриття при отвердінні. Коли говорять, що покриття є водонерозчинним, мають на увазі, що покриття має розчинність у воді меншу ніж приблизно 1%, і переважно, меншу ніж 0,1%, за масою, при  $25^{\circ}\text{C}$ . Серед переваг, які забезпечує покриття, що має низьку розчинність у воді, є те, що втрата покриття, зумовлена розчиненням у воді в навколишньому середовищі, зменшується. Також краще, якщо полімер є таким, що нетоксичний для насіння, до якого він має бути застосований, тобто якщо він не фітотоксичний.

Полімерами, які придатні для використання за даним способом, можуть бути поліефіри, полікарбонати, співполімери стиролу та їхні суміші. Прикладами переважних полімерів є акрилонітрил-бутадієн-стирольний потрійний співполімер (АБС); АБС модифікований полівінілхлорид; АБС-полікарбонатні суміші; поліакрилати і співполімери: полі(метакрилат), полі(етилметакрилат), полі(метилметакрилат), метилметакрилат або етилметакрилат співполімери з іншими ненасиченими мономерами; казеїн; полімери целюлози: етилцелюлоза, ацетат целюлози, ацетатбутират целюлози; етиленвінілацетатні полімери і співполімери; полі(етиленгліколь); полі(вінілпіролідон); ацетильовані моно-, ди- і тригліцериди; полі(фосфазол); хлорований природний каучук; полібутадієн; поліуретан; полімери і співполімери вініліденхлориду; стирол-бутадієнові співполімери; стирол-акрилові співполімери; полімери і співполімери алкілвінілефіру; ацетатфталати целюлози; епоксидні смоли; співполімери етилену: співполімери етилен-вінілацетат-метакрилової кислоти, етилен-акрилової кислоти; полімери метилпентену; модифіковані феноленоксиди; поліаміди; меламін формальдегіди; фенолформальдегіди; фенол-альдегідні полімери; полі(ортоефіри); полі(ціанакрилати); полідіоксанон; полікарбонати; поліефіри; полістирол; співполімери полістиролу: полі(стирол малеїновий ангідрид); сечовина-формальдегід; уретани; вінілові смоли: співполімери вінілхлориду-вінілацетату, полівінілхлорид і суміші двох або більше з них.

Переважними є полімери, похідні від ненасичених аміних солей, які описані в WO 98/32726, WO 98/32773, WO 00/05950, WO 00/06612 і WO 00/06611, для Stepan Company. Більш переважними є полімери, які комерційно відомі як NMS Latex полімери (Stepan Company).

Полімери, що піддаються біодеградації, є також корисними за даним винаходом. Як вжито тут, полімер

є таким, що піддається біодеградації, якщо він не є водорозчинним, але деградує протягом періоду у декілька тижнів, коли поміщений у середовище застосування. Приклади полімерів, що піддаються біодеградації, які є корисними за даним способом, включають поліефіри, що піддаються біодеградації, суміші крохмаль-поліефір; крохмаль; суміші крохмаль-полікапролактон (ПКЛ); суміші полімолочна кислота (ПМК)-крохмаль; полімолочну кислоту; співполімери полі(молочної кислоти-гліколевої кислоти); полікапролактон; ефіри целюлози; ацетатбутират целюлози; ефіри крохмалю; суміші ефір крохмалю-аліфатичний поліефір; модифікований кукурудзяний крохмаль; полікапролактон; полі(п-амілметакрилат); етилцелюлозу; каніфоль; поліангідриди; полівініловий спирт (ПВОН); полігідроксибутират-валерат (ПГБВ); аліфатичні поліефіри, що піддаються біодеградації; і полігідроксибутират (ПГБ). Переважним є аліфатичний поліефір, що піддається біодеградації, такий як BIONOLLE, від Showa High Polymer, Токіо, Японія.

Полімерна емульсія за даним способом може також включати поверхнево-активну речовину, що не мігрує. Коли говорять, що поверхнево-активна речовина "не мігрує", мають на увазі, що ця поверхнево-активна речовина є по суті нерозчинною у воді, і якщо рідина, використана для формування полімерної емульсії, відрізняється від води, тоді поверхнево-активна речовина є також по суті нерозчинною у цій рідині. Коли говорять, що поверхнево-активна речовина є "по суті нерозчинною", мають на увазі, що вона має розчинність у конкретній рідині при 25°C меншу ніж приблизно 1%, за масою, переважно, меншу ніж приблизно 0,1%, за масою, і більш переважно, меншу ніж приблизно 0,01%, за масою.

Поверхнево-активна речовина, що не мігрує, може також бути молекулою, що зв'язана з полімером, який описаний вище, а не окремою сутністю. Таке зв'язування може бути за своєю природою хімічним зв'язком, або воно може бути за своєю природою йонним притяганням.

Поверхнево-активні речовини, що не мігрують, які є корисними за даним способом, розкриті Guyot, A., у [Current Opinions in Colloid and Surface Science, pp.580-585 (1996); Guyot, A. et al., у Advances in Polymer Science, 11, 43-65, Springer-Verlag, Berlin (1994); і Holmberg, K., у Progress in Organic Coatings, 20:325-331 (1992)]. Переважні поверхнево-активні речовини, що не мігрують, описані у WO 00/05950 і включають діаліламінні неіонні поверхнево-активні речовини (доступні від BASF), похідні лінолевого спирту (доступні від ICI), похідні алілалкілфенолу (доступні від DKS, Японія), похідні акрилату (доступні від PPG), похідні алілового спирту алкеніл янтарного ангідриду (доступні від KAO, Японія), серію Polystep RA (малеїнові похідні, доступні від Stepan Co.), малеїнові похідні (доступні від Rhone Poulenc) і Trem LF-40, похідні алілсульфосукцинату (доступні від Henkel).

Вважають, що використання поверхнево-активної речовини, яка має характеристики, описані вище, забезпечує переваги (1) дозволу контролю проникності покриття, яка регулює швидкість вивільнення активної речовини крізь покриття, і також контролює швидкість проникнення води з ґрунту в насіння; (2) залишення з полімером, поки він знаходиться у формі рідкої емульсії; і (3) поверхнево-активна речовина не втрачається з покриття при контакт з водою після висіву. Проникність покриття пов'язана з температурою переходу в скло суміші полімер/поверхнево-активна речовина ( $T_c$ ), і цей параметр може бути використаний як показник ступеня проникності покриття.

У переважному втіленні винаходу водонерозчинний полімер і поверхнево-активну речовину, що не мігрує, та відповідні кількості кожного вибирають таким чином, що полімерне покриття, яке формується з водонерозчинного полімеру і поверхнево-активної речовини, що не мігрує, має температуру переходу в скло в межах попередньо вибраного діапазону, тим самим забезпечуючи покриття, яке уповільнює швидкість вивільнення сільськогосподарської активної речовини з насіння на бажану величину. Температура переходу в скло полімерного покриття може знаходитися в межах діапазону від приблизно -5°C до приблизно 75°C. Однак краще, якщо температура переходу в скло полімерного покриття знаходиться в межах діапазону від приблизно 10°C до приблизно 50°C, ще краще, якщо температура переходу в скло полімерного покриття знаходиться в межах діапазону від приблизно 15°C до приблизно 40°C, і навіть ще краще, якщо температура переходу в скло полімерного покриття знаходиться в межах діапазону від приблизно 15°C до приблизно 25°C.

Вважають, що даний спосіб може бути використаний на насінні будь-якої рослини. Однак його переважно використовують на насінні рослин тих видів, які є агрономічно важливими. Зокрема, насіння може бути з кукурудзи, арахісу, канолі/ріпаку, сої, гарбуза, бавовнику, рису, сорго, цукрових буряків, пшениці, ячменю, жита, соняшнику, томатів, цукрової тростини, тютюну, вівсу, а також інших овочів і листових культур. Краще, якщо насіння буде насінням кукурудзи, сої або бавовнику, і ще краще, якщо насіння буде насінням кукурудзи.

Насіння, на якому може бути використаний даний винахід, може бути насінням, що не має трансгенної події, або може бути трансгенним насінням.

Хоча даний спосіб може бути застосований до насіння на будь-якій стадії розвитку, краще, якщо спосіб застосовують після того, як був зібраний урожай насіння, і до висіву насіння. Також краще, якщо даний спосіб застосовують до насіння, яке було висушене до рівня вологості, що придатний для стабільного зберігання.

Даний спосіб може бути використаний для контролю вивільнення майже будь-якого типу сільськогосподарської активної речовини, яка була застосована до насіння. Наприклад, активна речовина може бути фактором росту, регулятором росту, пестицидом або тому подібним. Якщо активна речовина є пестицидом, такий пестицид може бути вибраний з гербіцидів, молюскоцидів, інсектицидів, нематодцидів, акарицидів, фунгіцидів, бактеріцидів і тому подібних. Хоча даний спосіб може бути використаний для насіння, яке було оброблене лише однією активною речовиною, він також корисний для насіння, яке було оброблене двома або більше активними речовинами.

Пестициди, придатні для використання за даним винаходом, включають піретрини і синтетичні піретроїди; азоли, похідні оксадіазину; хлорнікотиніли; похідні нітрогуанідину; триазоли; фосфорорганічні сполуки; піроли; піразоли; фенілпіразоли; діацилгідразини; біологічні препарати/продукти ферментації і карбамати. Відомі пестициди всередині цих класів перераховані у The Pesticide Manual, 11th Ed., C. D. S. Tomlin, Ed., British Crop Protection Council, Farnham, Surrey, UK (1997).

Піретроїди, які є корисними у даній суміші, включають піретрини і синтетичні піретроїди. Піретрини, які є переважними для використання за даним способом, включають, без обмеження, 2-аліл-4-гідрокси-3-метил-

2-циклопентен-1-оновий ефір 2,2-диметил-3-(2-метилпропеніл)-циклопропан карбонової кислоти, і/або (2-метил-1-пропеніл)-2-метокси-4-оксо-3-(2-пропеніл)-2-циклопентен-1-іловий ефір і суміші їхніх цис- і транс-ізомерів (реєстраційний номер Хімічної Реферативної Служби (Chemical Abstracts Service Registry Number, "CAS RN") 8003-34-7).

Синтетичні піретроїди, які є переважними для використання за даним винаходом, включають (S)-ціан(3-феноксифеніл)метил-4-хлор-альфа-(1-метилетил)-бензолацетат (фенвалерат, CAS RN 51630-58-1), (S)-ціан(3-феноксифеніл)метил (S)-4-хлор-альфа-(1-метилетил)бензолацетат (есфенвалерат, CAS RN 66230-04-4), (3-феноксифеніл)-метил(+)-цис-транс-3-(2,2-дихлоретеніл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (перметрин, CAS RN 52645-53-1), (±) альфа-ціан(3-феноксифеніл)метил(+)-цис,транс-3-(2,2-дихлоретеніл)-2,2-диметил-циклопропан карбоксилат (циперметрин, CAS RN 52315-07-8), (бета-циперметрин, CAS RN 65731-84 (тета-циперметрин, CAS RN 71697-59-1), S-ціан(3-феноксифеніл)метил(±)-цис/транс-3-(2,2-дихлоретеніл)-2,2-диметилциклопропан карбоксилат (зета-циперметрин, CAS RN 52315-07-8), (S)-альфа-ціан-3-феноксibenзил (1R,3R)-3-(2,2-дибромвініл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (дельтаметрин, CAS RN 52918-63-5), альфа-ціан-3-феноксibenзил-2,2,3,3-тетраметил циклопропанкарбоксилат (фенпропатрин, CAS RN 64257-84-7), (RS)-альфа-ціан-3-феноксibenзил(R)-2-[2-хлор-4-(трифторметил)анілін]-3-метилбутаноат (тау-флувалінат, CAS RN 102851-06-9), (2,3,5,6-тетрафтор-4-метилфеніл)метил-(1-альфа, 3-альфа)-(2)-(±)-3-(2-хлор-3,3,3-трифтор-1-пропеніл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (тефлутрин, CAS RN 79538-32-2), (±)-ціан (S-феноксифеніл)метил (±)-4-(диформетокси)-альфа-(1-метилетил)бензолацетат (флукитринат, CAS RN 70124-77-5), ціан(4-фтор-3-феноксифеніл)метил 3-[2-хлор-2-(4-хлорфеніл)етеніл]-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (флуметрин, CAS RN 69770-45-2), ціан(4-фтор-3-феноксифеніл) метил 3-(2,2-дихлоретеніл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (цифлутрин, CAS RN 68359-37-5), (бета цифлутрин, CAS RN 68359-37-5), (транс-флутрин, CAS RN 118712-89-3), (S)-альфа-ціан-3-феноксibenзил(Z)-(1R-цис)-2,2-диметил-3-[2-(2,2-трифтор-трифторметил-етоксикарбоніл)вініл]циклопропан карбоксилат (акринатрин, CAS RN 101007-06-1), (1R цис) S і (1S цис) R енантіомерна пара ізомерів альфа-ціан-3-феноксibenзил-3-(2,2-дихлорвініл)-2,2-диметилциклопропан карбоксилату (альфа-циперметрин, CAS RN 67375-30-8), [1R,3S]3(1'RS)(1',2',2',2'-тетраброметил)-2,2-диметилцикло-пропанкарбонової кислоти (S)-альфа-ціан-3-феноксibenзиловий ефір (тралометрин, CAS RN 66841-25-6), ціан(3-феноксифеніл)метил-2,2-дихлор-1-(4-етоксифеніл)циклопропан карбоксилат (циклопротрин, CAS RN 63935-38-6), [1α, 3α(Z)]-(±)-ціан(3-феноксифеніл)метил-3-(2-хлор-3,3,3-трифтор-1-пропеніл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (цигалотрин, CAS RN 68085-85-8), [1-альфа(s), 3-альфа(2)]-ціан(3-феноксифеніл)метил-3-(2-хлор-3,3,3-трифтор-1-пропеніл)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат (лямбда цигалотрин, CAS RN 91465-08-6), (2-метил-[1,1'-біфеніл]-3-іл)метил-3-(2-хлор-3,3,3-трифтор-1-пропеніл)-2,2-диметил-циклопропанкарбоксилат (біфентрин, CAS RN 82657-04-3), 5-1-бензил-3-фурилметил-d-цис(1R, 3S, E)-2,2-диметил-3-(2-оксо-2,2,4,5-тетрагідротіофенілден-метил)циклопропанкарбоксилат (кадетрин, RU15525, CAS RN 58769-20-3), [5-(фенілметил)-3-фураніл]-3-фураніл-2,2-диметил-3-(2-метил-1-пропеніл)-циклопропан карбоксилат (ресметрин, CAS RN 10453-86-8), (1R-транс)-[5-(фенілметил)-3-фураніл]метил-2,2-диметил-3-(2-метил-1-пропеніл)циклопропанкарбоксилат (біресметрин, CAS RN 28434-01-7), 3,4,5,6-тетрагідро-фталімідметил-(1RS)-цис-транс-хризантемат (тетраметрин, CAS RN 7696-12-0), 3-феноксibenзил-d,1-цис, транс-2,2-диметил-3-(2-метилпропеніл)циклопропанкарбоксилат (фенотрин, CAS RN 26002-80-2); (емпентрин, CAS RN 54406-48-3); (цифенотрин; CAS RN 39515-40-7), (пралетрин, CAS RN 23031-36-9), (імпротрин, CAS RN 72963-72-5), (RS)-3-аліл-2-метил-4-оксциклопент-2-еніл-(1S,3R; 1R,3S)-2,2-диметил-3-(2-метилпроп-1-еніл)циклопропанкарбоксилат (алетрин, CAS RN 584-79-2), (біоалетрин, CAS RN 584-79-2), і (ZXI8901, CAS RN 160791-64-0). Вважають, що суміші одного або більше вищезазначених синтетичних піретроїдів також можуть бути використані за даним винаходом. Особливо переважними синтетичними піретроїдами є тефлутрин, лямбда цигалотрин, біфентрин, перметрин і цифлутрин. Навіть більш переважними синтетичними піретроїдами є тефлутрин і лямбда цигалотрин, і ще більш переважним є тефлутрин.

Інсектициди, які є похідними оксадіазину, є корисними за даним способом. Похідні оксадіазину, які є переважними для використання за даним винаходом, є тими, що ідентифіковані у патенті США №5852012. Більш переважними похідними оксадіазину є 5-(2-хлорпірид-5-ілметил)-3-метил-4-нітроімінпергідро-1,3,5-оксадіазин, 5-(2-хлортіазол-5-ілметил)-3-метил-4-нітроімінпергідро-1,3,5-оксадіазин, 3-метил-4-нітроімін-5-(1-оксид-3-піридинметил)пергідро-1,3,5-оксадіазин, 5-(2-хлор-1-оксид-5-піридиніометил)-3-метил-4-нітроімінпергідро-1,3,5-оксадіазин; і 3-метил-5-(2-метилпірид-5-ілметил)-4-нітроімінпергідро-1,3,5-оксадіазин. Ще більш переважним є тіаметоксам (CAS RN 153719-23-4).

Хлорнікотинільні інсектициди є також корисними за даним способом. Хлорнікотиніли, які є переважними для використання у даній суміші, описані у патенті США №5952358, і включають ацетаміпрід ((E)-N-[(6-хлор-3-піридиніл)метил]-N'-ціан-N-метиленимідамід, CAS RN 135410-20-7), імідаклопрід (1-[(6-хлор-3-піридиніл)метил]-N-нітро-2-імідазолідинімін, CAS RN 138261-41-3) і нітенпірам (N-[(6-хлор-3-піридиніл)метил]-N-етил-N'-метил-2-нітро-1,1-етендіамін, CAS RN 120738-89-8).

Нітрогуанідинові інсектициди є корисними за даним способом. Такі нітрогуанідини включають ті, що описані у патентах США №№ 5633375, 5034404 і 5245040, і, зокрема, TI-435 (N-[(2-хлор-5-тіазоліл)метил]-N'-метил-N"-нітро-[C(E)]-(9CI)-гуанідин, який має загальноприйняту назву клотанідин (CAS RN 210880-92-5).

Піроли, піразоли і фенілпіразоли, які є корисними за даним способом, включають ті, що описані у патенті США №5952358. Переважні піразоли включають хлорфенапір (4-бром-2-(4-хлорфеніл)-1-етоксиметил-5-трифтор-метилпірол-3-карбонітрил, CAS RN 122453-73-0), фенпіроксимат ((E)-1,1-диметилетил-4-[[[(1,3-Диметил-5-фенокси-1H-піразол-4-іл)метилен]аміно]окси]-метил]бензоат, CAS RN 111812-58-9), і тебуфенпірад (4-хлор-N[[4-(1,1-диметалетил)феніл]метил]-3-етил-1H-піразол-5-карбоксамід, CAS RN 119168-77-3). Переважним фенілпіразолом є фіпроніл (5-аміно-[2,6-дихлор-4-(трифторметил)феніл]-4-[(1R,S)-(трифторметил)сульфініл]-1H-піразол-3-карбонітрил, CAS RN 120068-37-3).

Діацилгідразини, які є корисними за даним винаходом, включають галофенозид (4-хлорбензоат-2-бензоіл-2-(1,1-диметилетил)-гідразид, CAS RN 112226-61-6), метоксифенозид (RH-2485; N-трет-бутил-N'-(3-метокси-о-толуол)-3,5-ксилогідразид, CAS RN 161050-58-4) і тебуфенозид (3,5-диметилбензойної кислоти 1-(1,1-диметилетил)-2-(4-етилбензоіл)гідразид, CAS RN 112410-23-8).

Триазолі, такі як амітрол (CAS RN 61-82-5) і триазамат, є корисними у способі за даним винаходом. Переважним триазолом є триазамат (етил-[[1-[(диметиламіно)карбоніл]-3-(1,1-диметилетил)-1H-1,2,4-триазол-5-іл]тіо]ацетат, CAS RN 112143-82-5).

Біологічні препарати/продукти ферментації, такі як авермектин (абамектин, CAS RN 71751-41-2) і спіносад (XDE-105, CAS RN 131929-60-7) є корисними за даним способом.

Фосфорорганічні інсектициди є також корисними як один із компонентів даного способу. Переважні фосфорорганічні інсектициди включають ацефат (CAS RN 30560-19-1), хлорпірифос (CAS RN 2921-88-2), хлорпірифос-метил (CAS RN 5598-13-0), діазинон (CAS RN 333-41-5), фенаміфос (CAS RN 22224-92-6) і малатіон (CAS RN 121-75-5).

Крім того, карбаматні інсектициди є корисними за даним способом. Переважними карбаматними інсектицидами є альдикарб (CAS RN 116-06-3), карбарил (CAS RN 63-25-2), карбофуран (CAS RN 1563-66-2), оксаміл (CAS RN 23135-22-0) і тіодикарб (CAS RN 59669-26-0).

Фунгіциди, які є корисними за даним винаходом, включають тебуконазол, сімеконазол, флудіоксоніл, флухіконазол, дифенконазол, 4,5-диметил-N-(2-пропеніл)-2-(триметилсиліл)-3-тіофенкарбоксамід (силтіофам), гексаконазол, етаконазол, пропіконазол, трітіконазол, флутріафол, епоксіконазол, фенбуконазол, бромуконазол, пенконазол, імазаліл, тетраконазол, флузілазол, метконазол, диніконазол, міклобутаніл, триадименол, бітертанол, піреметаніл, ципродиніл, тридеморф, фенпропіморф, крезоксим-метил, азоксистробін, ZEN90160, фенпіклоніл, беналаксил, фуралаксил, металаксил, R-металаксил, орфурак, оксаксидил, карбоксин, прохлораз, трифулмізол, пірифенокс, ацибензолар-S-метил, хлорталоніл, цимоксаніл, диметоморф, фамоксадон, жіноксифен, фенпропідин, спіроксамін, триазоксид, BAS50001F, гімексазол, пенцикурон, фенамідон, гуазатин і ципроконазол.

Коли тут описують пестицид, має бути зрозумілим, що цей опис має на увазі включення сольових форм пестициду, а також будь-якої ізомерної і/або таутомерної форми пестициду, яка виявляє таку ж активність, як форма пестициду, що описується.

Пестициди, які є корисними за даним способом, можуть бути будь-якої якості або чистоти, яка проходить у торгівлі як такий пестицид. Інші матеріали, що супроводжують пестициди у промислових препаративних формах як домішки, можуть допускатися у даних способах і сумішах доти, поки такі інші матеріали не дестабілізують суміш або суттєво не зменшують або не знищують активність будь-якого з пестицидних компонентів проти цільового шкідника (шкідників). Фахівець у галузі виробництва пестицидів може легко ідентифікувати ті домішки, що можуть допускатися, і ті, що не можуть.

Сільськогосподарські активні речовини, які є корисними за даним винаходом, можуть бути представлені у твердій або рідкій формі, і можуть бути представлені як емульсії, дисперсії, розчини, або у формі макрочастинок. Активні речовини можуть бути єдиними або можуть бути поєднані з іншими матеріалами, поки такі інші матеріали не дестабілізують, або суттєво не зменшують або не знищують активність активної речовини.

Даний спосіб може бути застосований до насіння, яке вже було оброблене іншими, такого, як наявне у продажу оброблене насіння, але цей новий спосіб може також включати етап обробки насіння активною речовиною. Коли обробка насіння активною речовиною включена у даний спосіб, краще, якщо обробку проводять таким чином, що рівномірно розподілене покриття пестициду наносять на зовнішню поверхню насіння без втрати пестициду через надмірне стікання рідини з насіння під час або після обробки. Після додавання активної речовини насіння не слід висушувати і перемішувати так довго, що активна речовина витирається з насіння через утворення пилу і стирання.

Кількість активної речовини, яку наносять на насіння, може бути будь-якою кількістю, але краще між приблизно 0,5г активної речовини/100кг насіння і приблизно 1000г/100кг насіння; ще краще між приблизно 25г і приблизно 600г/100кг насіння, і навіть ще краще між приблизно 50г і приблизно 400г/100кг насіння.

Активна речовина може бути нанесена на насіння у будь-якій формі, і придатними є такі форми як мікрокапсульовані суспензії (CS), концентрати емульсій (EC), масляні або водні емульсії (EO і EW), гранули (GR), концентрати суспензій (SC), водорозчинні гранули (SG), водорозчинні концентрати (SL), водорозчинні порошки (SP) і вододисперговані гранули (WG). Краще наносити активну речовину на насіння у формі текучої рідини. Активна речовина може перебувати у рідині у вигляді молекулярного розчину, або вона може бути присутня у вигляді дрібних крапель або частинок з утворенням суспензії, дисперсії або емульсії. Оскільки значна кількість пестицидів має низьку розчинність у воді, краще, якщо, коли рідиною є вода, буде використана водна дисперсія, суспензія або емульсія пестициду, і якщо пестицид буде присутній у цій дисперсії, суспензії або емульсії у формі дрібних частинок або крапель. Як вжито тут, термін "суспензія" буде розглядатися як такий, що включає будь-яку форму рідини, яка містить дрібні частинки, і включає терміни дисперсія і емульсія.

Частинки пестициду у рідкій суспензії можуть бути будь-якого розміру, який дає змогу суспензії бути нанесеній на насіння будь-яким способом, таким як, наприклад, обприскування. Краще, якщо частинки пестициду в суспензії мають середню величину номінального розміру меншу ніж приблизно 10 мікронів, ще краще, меншу ніж приблизно 5 мікронів, навіть ще краще, меншу ніж приблизно 2 мікрони, і навіть ще краще, меншу ніж приблизно 1 мікрон (мають "субмікронний" розмір). Вважають, що використання таких дрібних частинок викликає формування більш стабільної і гомогенної суспензії пестициду - тим самим дозволяючи більш рівномірне розподілення пестициду по поверхні насіння, і що ці дрібні частинки є менш схильними до витирання з обробленого насіння після того, як була застосована обробка пестицидом.

Активна речовина може бути нанесена на насіння на будь-якому типі звичайного обладнання для обробки або покриття насіння. Наприклад, було виявлено, що придатним є застосування в обробці насіння машини, яка має характеристики машини CMS для нанесення покриття на насіння (Vector Corporation, Marion, IA). Один із способів, який виявився успішним для нанесення пестициду, такого як імідаклопрід, на насіння, полягає у подрібненні імідаклоприду до розміру 1-2 мікронів або до субмікронного розміру і подальшому додаванні дрібних частинок імідаклоприду до води з утворенням водної суспензії. Для зменшення розміру може бути використаний млин, який здатний подрібнювати тверді речовини до тонкодисперсних частинок, такий як пневматичний млин Mirco-Jet Pulverizer, доступний від Fluid Energy Processing and Equipment Company, Hatfield, PA.

Концентрація пестициду у суспензії повинна бути достатньо низькою, щоб дозволити легке обходження і нанесення суспензії на насіння, таке як за допомогою обприскування, і ретельне розподілення пестициду серед насіння таким чином, що зовнішня поверхня кожної насінини є в основному покритою. Однак ця концентрація повинна бути достатньо високою, щоб, при використанні у поєднанні з іншими параметрами обробки насіння, запобігти втраті пестициду з насіння шляхом стікання або об'єднання рідкої суспензії для обробки. Придатними для таких суспензій є концентрації пестициду між приблизно 0,1% і приблизно 50%, за масою, кращими є концентрації між приблизно 0,5% і приблизно 15%, за масою, навіть ще кращими є концентрації між приблизно 0,6% і приблизно 5%, і все ж найкращими є концентрації пестициду між приблизно 1% і 3%, за масою суспензії. Прилипальні речовини і барвники також можуть бути додані до суспензії пестициду, щоб сприяти прилипанню суспензії до насіння та ідентифікувати насіння як таке, що було оброблене.

Бажану кількість суспензії пестициду наносять шляхом обприскування на насіння, наприклад, у машині CMS для протруювання насіння, протягом періоду часу, який є достатньо тривалим, щоб дозволити ретельне розподілення суспензії серед насіння, але достатньо коротким, щоб оброблене насіння повністю не висихало. Вважають, що якщо обробленому насінню дати змогу залишатися у нагрітій машині для протруювання насіння доти, поки суспензія повністю не висохне, ризик втрати пестициду шляхом стирання підвищується. Коли на виході температура нагрітого повітря, яке циркулює по машині CMS, утримується на рівні приблизно 95°F (35°C), і водна суспензія містить приблизно 1,6%, за масою, імідаклоприду і 8%, за масою, прилипальної речовини, придатним є час нанесення між приблизно 3 хвилинами і приблизно 20 хвилинами, і кращим є час нанесення між приблизно 5 хвилинами і приблизно 15 хвилинами.

Після того як сільськогосподарська активна речовина була нанесена на насіння, може бути застосоване нове покриття. Краще, якщо полімер даного покриття буде нанесений на насіння у формі плівки рідкої суспензії, дисперсії або емульсії. Як вжито тут, коли описують покриття, має бути зрозумілим, що термін "емульсія" включає всі суспензії, дисперсії та емульсії. Коли рідиною, в якій розподіляється активна речовина, є вода, емульсія може бути названа латексом. Має бути зрозумілим, що коли у цьому описі використовують термін "плівка", він, як правило, відноситься до плівки полімерної емульсії у рідкій формі після нанесення на насіння, якщо тільки контекст не припускає протилежне. Подібним чином, термін "покриття" відноситься до покриття на насінні, яке утворюється при отвердінні плівки. Коли плівку, яка містить активну речовину, наносять на насіння, краще, якщо плівка в основному покриває поверхню насіння. Однак, у той час як воно є бажаним, таке значне покриття не вимагається для того, щоб одержати переваги даного винаходу.

Рідина, в якій суспендують активну речовину, є такою, в якій як активна речовина, так і полімер мають низьку розчинність. Коли говорять, що активна речовина має низьку розчинність у рідині, мають на увазі, що розчинність активної речовини у цій рідині при 20°C менша ніж приблизно 10г/л. Краще, якщо розчинність активної речовини у цій рідині при 20°C менша ніж приблизно 1000мг/л, ще краще, якщо розчинність менша ніж приблизно 200мг/л, навіть ще краще, якщо вона менша ніж приблизно 100мг/л, і найкраще, якщо вона менша ніж приблизно 50мг/л.

Коли говорять, що полімер має низьку розчинність у рідині, мають на увазі, що розчинність полімеру у цій рідині при 25°C менша ніж приблизно 5%, за масою. Краще, якщо розчинність полімеру менша ніж приблизно 2%, за масою, ще краще, якщо вона менша ніж приблизно 1 %, за масою, і навіть ще краще, якщо вона менша ніж приблизно 0,1%, за масою.

Вважають, що використання рідини, в якій як полімер, так і сільськогосподарська активна речовина мають низьку розчинність, забезпечує перевагу цього новітнього способу. Як приклад, коли рідиною є вода, полімер утворює латекс при розподіленні у воді. Плівку латексу наносять на оброблене насіння, і латексна плівка має як гідрофобний, так і гідрофільний характер. Не бажаючи обмежуватися цією або будь-якою іншою теорією, вважають, що ця характеристика переважно регулює розподілення активної речовини по всьому покритті під час висихання та утворення полімерного покриття. Так як активна речовина має низьку розчинність у рідині плівки, вважають, що латекс дозволяє переміщення лише невеликої частки активної речовини у полімерну частину латексного покриття, у той час як вона все ще знаходиться в емульсії, але запобігає втраті активної речовини в рідину. Це, як вважають, запобігає втраті активної речовини з поверхні насіння і утримує основну частину активної речовини на поверхні насіння і вдалині від поверхні контакту покриття з оточуючим середовищем. Вважають, що ці властивості забезпечують бажане уповільнення швидкості вивільнення активної речовини з покритого, обробленого насіння після того, як сформувалося покриття, у той же час забезпечуючи покриття з низьким рівнем активної речовини на зовнішній поверхні.

Хоча кращою є емульсія на основі води, емульсії або дисперсії полімерів за даним способом у неводних розчинниках або у сумішах водних/неводних розчинників також знаходяться в межах сфери дії винаходу.

Полімер додають до рідини за умов, що формується емульсія. Це можна зробити шляхом додавання тонко розмелених частинок активної речовини до рідини, або суміш рідини з активною речовиною може бути піддана інтенсивному перемішуванню з утворенням емульсії. Така технологія формування емульсії добре відома уданій галузі.

Полімер можна додавати до рідини у будь-якій кількості, але концентрація полімеру в емульсії, яку використовують для утворення плівки, має бути достатньо низькою, щоб дозволити легке обходження і нанесення емульсії на насіння, таке як за допомогою обприскування, і ретельне розподілення плівки серед насіння таким чином, що зовнішня поверхня кожної насінини є в основному покритою. Однак концентрація повинна бути достатньо високою, щоб, при використанні у поєднанні з іншими параметрами обробки насіння, запобігти втраті полімеру з насіння шляхом стікання або об'єднання емульсії. Краще, якщо концентрація полімеру в емульсії у той час, коли плівку емульсії наносять на насіння, становить приблизно від приблизно 0,5% до приблизно 50%, за масою, ще краще, якщо концентрація становить від приблизно 0,5% до приблизно 20%, за масою, навіть ще краще, якщо концентрація становить від приблизно 2% до приблизно 20%, за масою, все ж краще, якщо концентрація становить від приблизно 4% до приблизно 15%, за масою, і навіть ще краще, якщо концентрація становить від приблизно 5% до приблизно 11%, за масою.

Якщо це бажано, до рідини можуть бути додані матеріали, які відрізняються від полімеру, для того щоб

служити як пластифікатори, емульгатори, стабілізатори, антиоксиданти, наповнювачі, барвники, поглиначі і тому подібне. Такі матеріали добре відомі в даній галузі.

Полімерна емульсія може бути нанесена на насіння у тому ж типі обладнання для обробки насіння, яке використовують для нанесення активної речовини на насіння. Фактично, краще, якщо емульсію додаватимуть до насіння відразу ж після додавання активної речовини і без видалення насіння з машини для обробки. Краще, якщо між закінченням нанесення активної речовини та початком нанесення плівки емульсії проходить невелика кількість часу - порядку від 30 секунд до 3 хвилин. Цей час дозволяє деякий ступінь видалення рідини з обробленого насіння, але є недостатньо тривалим, щоб дозволити обробленому насінню повністю висохнути.

Кількість полімерної емульсії, яку додають до насіння, є кількістю, що достатня для забезпечення покриття бажаної товщини. Співвідношення маси плівки емульсії, що присутня на кожній насінині після того, як емульсія була нанесена, з масою обробленого насіння переважно знаходиться у діапазоні від приблизно 1:10 до приблизно 1:50, більш переважним є співвідношення від приблизно 1:15 до приблизно 1:25, навіть більш переважним є співвідношення у діапазоні від приблизно 1:16 до приблизно 1:22, і ще більш переважним є співвідношення у діапазоні від приблизно 1:18 до приблизно 1:21.

Не прив'язуючись до цієї або будь-якої іншої теорії, вважають, що поєднання кількості полімерної плівки, яку наносять на насіння, концентрації полімеру в емульсії та часу, необхідного для нанесення емульсії на насіння, є важливим для забезпечення зовнішнього покриття, що утримує в основному всю активну речовину на насінині і забезпечує зовнішню поверхню, яка має дуже низьку концентрацію активної речовини.

Після того як плівка полімерної емульсії була нанесена на насіння, вона твердне з утворенням полімерного покриття. Коли говорять, що плівка "твердне", або коли посилаються на "отвердіння плівки", мають на увазі, що тверде покриття полімеру формується з полімеру у плівці. Отвердіння часто є результатом висихання рідини з плівки, але може також бути проведене шляхом хімічної реакції, адсорбції, секвестрації або інших форм отвердіння полімеру, які відомі у даній галузі.

Дане покриття нерозчинне у воді, як описано вище, і присутнє принаймні на деякій частині зовнішньої поверхні кожної насінини. Краще, якщо покриття повністю покриває зовнішню поверхню кожної насінини. Хоча співвідношення між масою покриття та масою обробленого насіння може варіювати у широкому діапазоні, краще, якщо це співвідношення буде знаходитися в діапазоні від приблизно 1:1 до приблизно 1:1000, більш переважно, в діапазоні від приблизно 1:10 до приблизно 1:600, і навіть більш переважно, в діапазоні від приблизно 1:20 до приблизно 1:400.

Вважають, що дане покриття містить деяку кількість активної речовини, розподілену по всій його товщині. Однак, через те що переважним способом нанесення покриття є нанесення плівки контрольованої кількості конкретної емульсії на поверхню кожної насінини (замість того, щоб занурювати насіння у велику кількість полімеру), вважають, що лише невелика частина активної речовини на насінині дифундує з поверхні насінини у покриття протягом часу, коли плівка висихає і формує тверде покриття. Вважають, що концентрація активної речовини у покритті є найвищою на або біля поверхні насінини і зменшується до низького рівня біля поверхні взаємодії покриття з оточуючим середовищем (зовнішня поверхня покриття).

Хоча покриття є в основному водонерозчинним, воно не повинне повністю запобігати всмоктуванню води насінням, для того, щоб насіння могло прорости. Отже, покриття повинне бути достатньо проникним для води, так що насіння може всмоктувати вологу для проростання, але все ще повинне уповільнювати вивільнення активної речовини. Крім того, покриття повинне бути достатньо проникним для кисню і діоксиду вуглецю, так що нормальне дихання насіння суттєво не погіршується.

Насіння, яке було оброблене за допомогою даного способу, можна зберігати, транспортувати і висівати як будь-яке інше насіння. Можуть бути використані такі ж способи і умови, як ті, що використовують для будь-якого іншого обробленого або необробленого насіння, і може бути використане те ж саме обладнання для обробки і висіву, яке використовують для звичайного насіння.

Хоча дане покриття зменшує експозицію з активною речовиною осіб, які мають справу з обробленим і покритим насінням, слід вжити відповідних запобіжних заходів для захисту такого персоналу.

Наступні приклади описують переважні втілення в межах сфери застосування винаходу. Інші втілення в межах сфери застосування пунктів формули винаходу в цьому документі будуть очевидними для фахівця в даній галузі з аналізу цього детального опису або способу винаходу, як розкрито тут. Мають на увазі, що цей детальний опис, разом із прикладами, буде розглядатися лише як ілюстративний, зі сферою застосування і суттю винаходу, які вказані пунктами формули винаходу, що супроводжує приклади. У прикладах усі відсотки наведені за масою, якщо не вказано інше.

#### Приклад 1

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом.

Суспензію для покриття готували шляхом змішування води (133,6г) при кімнатній температурі з Vinamul 18132 (8,4г, доступний від Vinamul Limited Inc.), Seedkare Luster Kote Plus Red (7,03г, доступний від Sub-Sahara Co.) та імідаклопридом (2,47г, доступний від Gustafson Company). До приготування суспензії розмір частинок імідаклоприду зменшували з більш ніж 100 мікронів до номінального середнього розміру приблизно 1-2 мікрони. Зменшення розміру може бути здійснене шляхом розмелювання протягом часу, достатнього для утворення частинок імідаклоприду, які мають номінальний розмір менший ніж 1-2 мікрони.

Потім інгредієнти змішували разом і суміш перемішували за допомогою механічної мішалки при середній швидкості при кімнатній температурі протягом 20 хвилин. У цей час суспензія для покриття була готова для нанесення на насіння.

Насіння кукурудзи (908,21г, Asgrow RX601, партія LF OZ34982, доступне від Asgrow Seed Company, L.L.C.) попередньо нагрівали з перемішуванням у барабані машини CMS для обробки насіння (модель PSC-0.5; доступна від Vector Corporation, Marion, IA) протягом трьох хвилин при половинному обороті барабана за хвилину. Температури впуску і випуску повітря, що входило і виходило з машини CMS, встановлювали, щоб контролювати при 101°F (38,3°C) і 90°F (32,2°C), відповідно. Фактична температура випуску становила 99°F (37,2°C). Швидкість барабана встановлювали при 20 обертів/хвилину і кут положення барабана був направлений вниз. Швидкість потоку розпилюваного повітря для нанесення суспензії для покриття шляхом

обприскування складала 50 кубічних футів/годину ( $1,4\text{ м}^3/\text{годину}$ ) і розмір труби на помпі був 16. Швидкість помпи була встановлена при 5,5. Протягом періоду 14,5 хвилин суспензію для покриття розпиляли прямо на насіння через форсунку. Використовували режим імпульсного обприскування. Маса насіння після нанесення суспензії для покриття становила 921,94г.

#### Приклад 2

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом і подальше покриття полімерним латексом, що має температуру переходу в скло  $15^\circ\text{C}$ .

Насіння кукурудзи (908,13г) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), імідаклоприд (2,48г; розмелений як описано у прикладі 1), Vinamul 18132 (8,39г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,03г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння кукурудзи як описано у порівняльному прикладі 1, за винятком того, що час нанесення суспензії становив приблизно 8 хвилин.

Після нанесення суспензії для покриття на насіння кукурудзи, і в той час як оброблене насіння все ще знаходилося в барабані машини CMS, на насіння наносили водну емульсію полімерного латексу. Емульсію полімерного латексу готували шляхом змішування води (38,1г) при кімнатній температурі з полімерним латексом (11,7г, NMS-7 полімерний латекс, що має вміст сухої речовини 45,8%, за масою; і має температуру переходу в скло ( $T_c$ )  $15^\circ\text{C}$ , доступний від Stepan Company, Northfield, IL). Умови для CMS машини для обробки під час процесу нанесення зовнішнього покриття були такими: температура впуску була встановлена  $106^\circ\text{F}$  ( $41,1^\circ\text{C}$ ); температура випуску (встановлена)  $90^\circ\text{F}$  ( $32,2^\circ\text{C}$ ); температура випуску (фактична)  $99^\circ\text{F}$  ( $37,2^\circ\text{C}$ ); температура насіння під час нанесення зовнішнього покриття становила  $34,2^\circ\text{F}$  ( $1,2^\circ\text{C}$ ); швидкість барабана 20 обертів/хвилину, кут барабана був направлений вниз, тиск розпилюваного повітря становив 50 фунтів/дюйм<sup>2</sup> (35,2кПа); розмір труби на помпі був 16; швидкість помпи становила 5; і час для нанесення емульсії для зовнішнього покриття становив 2 хвилини 45 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 929,49г.

#### Приклад 3

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом і подальше покриття полімерним латексом, що має температуру переходу в скло  $25^\circ\text{C}$ .

Насіння кукурудзи (908,24г) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), імідаклоприд (2,47г), Vinamul 18132 (8,39г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,02г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння кукурудзи, як описано у прикладі 2.

Після нанесення суспензії для покриття на насіння кукурудзи, на насіння наносили водну емульсію полімерного латексу, як описано у прикладі 2. Емульсію полімерного латексу готували шляхом змішування води (33,1г) при кімнатній температурі з полімерним латексом (12,7г, NMS-7 полімерний латекс, що має вміст сухої речовини 39,6%, за масою; і має температуру переходу в скло ( $T_c$ )  $25^\circ\text{C}$ , доступний від Stepan Company, Northfield, IL). Умови для CMS машини для обробки під час процесу нанесення зовнішнього покриття були такими ж, як у прикладі 2, і час для нанесення емульсії для зовнішнього покриття становив 3 хвилини 10 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 929,31г.

#### Приклад 4

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом і подальше покриття водною дисперсією етилцелюлози.

Насіння кукурудзи (908,14г) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), імідаклоприд (2,47г), Vinamul 18132 (8,38г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,02г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння кукурудзи, як описано у прикладі 2.

Після нанесення суспензії для покриття на насіння кукурудзи, на насіння наносили водну дисперсію етилцелюлози, як описано у прикладі 2. Дисперсію етилцелюлози готували шляхом змішування води (30г) при кімнатній температурі з етилцелюлозою (20,16г, Surelease полімер, партія E-7-19010; жовтувата мутна рідка дисперсія, що має вміст сухої речовини 24%-26% етилцелюлози 20 cP, і також містить гідроксид амонію, середньоланцюгові тригліцериди та олеїнову кислоту у невеликих кількостях; доступна від Cologoon Company). Умови для CMS машини для обробки під час процесу нанесення зовнішнього покриття були такими ж, як у прикладі 2, і час для нанесення емульсії для зовнішнього покриття становив 3 хвилини 30 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 929,07г.

#### Приклад 5

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом і подальше покриття препаративною формою етилцелюлози Aquacoat Type ECD.

Насіння кукурудзи (908,48г) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), імідаклоприд (2,47г), Vinamul 18132 (8,38г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,05г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння кукурудзи, як описано у прикладі 2.

Після нанесення суспензії для покриття на насіння кукурудзи, на насіння наносили водну дисперсію етилцелюлози Aquacoat Type ECD-30, як описано у прикладі 2. Водну дисперсію етилцелюлози готували шляхом змішування води (33,2г) при кімнатній температурі з Aquacoat Type ECD-30 (16,8г білої рідкої дисперсії, що має 27% за масою етилцелюлози; дисперсія має загальний вміст сухої речовини 30%, і містить цетиловий спирт та лаурилсульфат натрію. Доступна від FMC Corporation). Умови для CMS машини для обробки під час процесу нанесення зовнішнього покриття були такими ж, як у прикладі 2, і час для нанесення емульсії для зовнішнього покриття становив 3 хвилини 40 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 927,7г.

#### Приклад 6

Цей приклад ілюструє обробку насіння кукурудзи імідаклопридом і подальше покриття вінілацетат-етиленовим співполімером.

Насіння кукурудзи (908,14г) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), імідаклоприд (2,47г), Vinamul 18132 (8,37г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,03г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння кукурудзи, як описано у прикладі 2.

Після нанесення суспензії для покриття на насіння кукурудзи, на насіння наносили водну дисперсію Airflex 500, як описано у прикладі 2. Дисперсію Airflex 500 готували шляхом змішування води (45,38г) при кімнатній температурі з Airflex 500 (4,62г; Airflex 500 є водною дисперсією з тонкодисперсними частинками



вінілацетат-етиленового співполімеру; цю емульсію використовують як основу для фарб для внутрішнього і зовнішнього використання та інших гнучких покриттів. Вміст сухої речовини в емульсії становить 55% за масою, і середній розмір частинок становить 0,17 мікронів. Доступні від Air Products Company). Умови для CMS машини для обробки під час процесу нанесення зовнішнього покриття були такими ж, як у прикладі 2, і час для нанесення емульсії для зовнішнього покриття становив 5 хвилин 10 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 924,23г.

#### Приклад 7

Цей приклад ілюструє профілі вивільнення імідаклоприду у воду з обробленого насіння кукурудзи з полімерним зовнішнім покриттям і без нього, і показує ефект уповільнення вивільнення певних полімерних зовнішніх покриттів.

Оброблене насіння кукурудзи з прикладів 1-5 досліджували на швидкість вивільнення імідаклоприду у надлишок води. Оброблене насіння поміщали у кількість води, достатню для того, щоб при 100% вивільненні активної речовини з обробленого насіння загальна кількість активної речовини, присутня у воді, була меншою ніж приблизно одна третина рівня розчинності у воді активної речовини. Воду, яка містить насіння, далі перемішували шляхом струшування. Через певні проміжки відбирали аліквоту і фільтрували для відділення активної речовини, яка розчинена у воді, від активної речовини, що залишається на насінні, або залишається у формі матриці з контрольованим вивільненням. Відфільтровану аліквоту далі аналізують на присутність активної речовини.

Криві вивільнення показують відсоток загальної активної речовини, яка була початково присутня на насінні, що вивільнився у воду, як функцію від часу занурення.

У типовому прикладі, оброблене насіння, яке містить приблизно 45мг імідаклоприду, поміщали у колбу місткістю 16 унцій ( $\approx$ 500мл) разом з 450мл води. Було розраховано, що загальна кількість імідаклоприду в колбі становить приблизно 100ppm, що менше ніж одна третина межі розчинності імідаклоприду у воді при кімнатній температурі (приблизно 510ppm). Колбу, яка містить воду і насіння, потім перевертали приблизно 100 разів і відбирали аліквоту рідини та записували час відбору. Колбу потім поміщали на платформний апарат для струшування і перемішували, доки не підійде час для відбору наступної проби. Аліквоту фільтрували на політетрафторетиленовому (ПТФЕ) фільтрі з розміром пор 0,45 мікронів, і відфільтровану аліквоту аналізували на вміст імідаклоприду методом ВЕРХ. Обернено-фазову колонку Alltech Alltime C18 (розмір частинок 5 мікронів із розмірами колонки 250 $\times$ 4,5мм) використовували зі швидкістю рухомої фази 1,2мл/хвилину і об'ємом, що вводиться, 20 мікролітрів. Рухома фаза містила 30% ацетонітрилу і 70% води. УФ-детектор (Varian 9050) був виставлений на довжину хвилі 220nm, і час утримування імідаклоприду становив від 6 до 7 хвилин. Для наступних моментів часу на кривій вивільнення використовували методику, описану вище, для визначення концентрації активної речовини у воді.

Коли насіння було оброблене, наприклад, тебуконазолом, для визначення швидкості вивільнення використовували цю ж методику, за винятком того, що відповідні кількості обробленого насіння і води були скориговані, щоб підтримувати максимальний рівень активної речовини, менший ніж одна третина її рівня розчинності.

Результати дослідження швидкості вивільнення показані на Фігурі 1, де відсоток вивільнення загальної кількості імідаклоприду із зерна показаний як функція від часу для кожного з обробленого і покритого насіння та для обробленого і непокритого насіння. Можна побачити, що імідаклоприд втрачався з насіння без покриття швидше, ніж з будь-якого насіння, що мало полімерне покриття. Однак швидкість вивільнення суттєво варіювало відповідно до типу полімеру і температури переходу в скло полімеру. Насіння, оброблене двома латексними полімерами Stepan NMS-7, забезпечувало найбільше зниження швидкості вивільнення і показувало, що швидкість вивільнення можна було б варіювати, змінюючи температуру переходу в скло полімерного покриття. У цьому прикладі було показано, що полімер, який має нижчу  $T_g$ , забезпечував нижчу швидкість вивільнення. Однак вважають, що вплив  $T_g$  на швидкість вивільнення може бути протилежним для полімерів, що мають різні структури. Вважають, що це показує, що з даним полімером швидкість вивільнення активної речовини може бути контрольована шляхом вибору полімеру, який має  $T_g$ , що буде забезпечувати бажану швидкість.

#### Приклад 8

Цей приклад ілюструє обробку насіння бавовнику імідаклопридом і показує вплив на швидкість вивільнення імідаклоприду з зовнішнього покриття обробленого насіння бавовнику з полімерним покриттям, похідним від водного латексу.

Насіння бавовнику (908г, яке було одержане від Deltapine Company (насіння бавовнику Bollgard із технологією Roundup Ready<sup>®</sup>; партія 458 BR-S-9299-2, код обробки 2) обробляли суспензією для покриття, яка містила воду (133,6г), Vinamul 18132 (8,46г), Seedkare Lusterkote Plus Red (7,04г) та імідаклоприд (2,47г). Суспензію для покриття готували і наносили на насіння у спосіб, описаний у прикладі 2, за винятком того, що насіння кукурудзи замінювали насінням бавовнику.

Після того як насіння було оброблене суспензією імідаклоприду, частину обробленого насіння видаляли з машини CMS, і залишок насіння залишали у машині. Водну емульсію полімерного латексу (12,7г NMS-7, полімерного латексу, що має  $T_g$  25°C, доступний від Stepan Company, розведеного у 38,1г води) наносили на насіння, як описано у прикладі 2.

Проби обробленого насіння бавовнику з полімерним зовнішнім покриттям і без нього були досліджені за допомогою тієї ж методики, як описана у прикладі 7, для визначення профілів вивільнення імідаклоприду у надлишок води.

Профілі вивільнення імідаклоприду з обробленого насіння бавовнику з новим покриттям і без нього показані на Фігурі 2. Можна побачити, що насіння без покриття втрачає більше 90% за масою імідаклоприду, який був осаджений на обробленому насінні, протягом 5 годин. Однак, насіння бавовнику, яке має покриття, втратило лише 30% або менше за цей самий час. Це показує, що нове покриття могло б бути застосоване до обробленого насіння бавовнику так само, як до насіння кукурудзи, і що це покриття забезпечувало таке ж корисне уповільнення швидкості вивільнення імідаклоприду, як те, що показане для покриттів, нанесених на насіння кукурудзи.

#### Приклад 9

Цей приклад ілюструє вплив зовнішнього покриття насіння кукурудзи, обробленого тебуконазолом, полімерами, що мають різні температури переходу в скло.

Три окремі партії насіння кукурудзи (908г) обробляли у машині CMS для обробки насіння тебуконазолом (постачається як RAXIL® у рідкій суміші, що містить 6% за масою тебуконазолу, RAXIL® доступний від Bayer Corporation). Суспензію RAXIL® (15,2мл) готували шляхом змішування її з Vinamul 18132 (8,32г) і Seedkare Lusterkote Plus Red (7,0г) у воді (133,6г). Суспензію наносили на насіння кукурудзи за допомогою способів, описаних у прикладі 2.

Одну партію насіння кукурудзи, обробленого тебуконазолом, залишили без подальшої обробки.

Для інших двох партій обробленого насіння кукурудзи після того, як на насіння нанесли суспензію для покриття тебуконазолом, була нанесена полімерна латексна емульсія за допомогою способів, описаних у прикладі 2. Насіння однієї партії було покрите латексною емульсією, приготованою шляхом змішування води (38,1г) при кімнатній температурі з полімерним латексом (11,1г полімерного латексу Stepan NMS-7, що має вміст сухої речовини 45,8% за масою, і має  $T_g=15^\circ\text{C}$ , доступного від Stepan Co., Northfield, IL). Емульсію наносили на насіння в межах періоду 4 хвилини 20 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 933,1г.

На останню партію насіння кукурудзи, обробленого тебуконазолом, наносили зовнішнє покриття, як описано вище, за винятком того, що латексну емульсію готували шляхом змішування води (33,1г) при кімнатній температурі з полімерним латексом (12,7г полімерного латексу Stepan NMS-7, що має вміст сухої речовини 39,6% за масою, і має  $T_g=25^\circ\text{C}$ , доступного від Stepan Co., Northfield, IL). Емульсію наносили на насіння в межах періоду 4 хвилини 50 секунд. Маса насіння після обробки і нанесення зовнішнього покриття становила 931,58г.

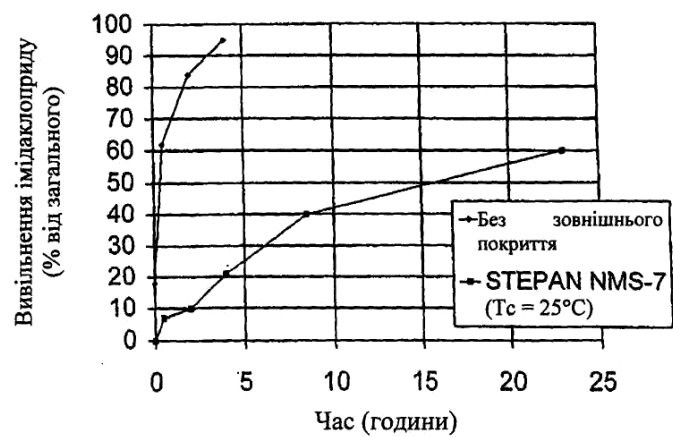
Швидкість вивільнення тебуконазолу з трьох партій обробленого насіння кукурудзи була визначена, як описано у прикладі 7, за винятком того, що аналіз був проведений для тебуконазолу, а не для імідаклоприду. Профілі швидкості вивільнення для тебуконазолу у воду показані на Фігурі 3 і вказують на те, що покриття з будь-яким полімером забезпечує контрольовану швидкість вивільнення тебуконазолу по відношенню до насіння, яке не має зовнішнього покриття. Невелика різниця у швидкості вивільнення була відмічена як функція  $T_g$  полімерів у цьому дослідженні.

Усі посилання, наведені у цьому детальному описі, включаючи без обмеження всі документи, наукові роботи, публікації, презентації, тексти, звіти, рукописи, брошури, розсилання в мережі Інтернет, журнальні статті, періодичні видання і тому подібне, включені сюди за допомогою посилання. Цитування і/або обговорення тут посилань має на меті просто підсумувати твердження, зроблені їх авторами, і не зроблено жодного визнання того, що будь-яке посилання складає прототип. Заявники залишають за собою право заперечувати вірність і релевантність наведених посилань.

Беручи до уваги вищевикладене, буде очевидним, що досягнуті декілька переваг даного винаходу і одержані інші корисні результати.

Оскільки у вищезазначених способах і сумішах могли бути зроблені різні зміни без відходу від обсягу винаходу, мається на увазі, що весь матеріал, який міститься у вищенаведеному описі і показаний на супровідних малюнках, потрібно інтерпретувати як ілюстративний, і не в обмежувачому розумінні.





Фіг. 2

