

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4018148号
(P4018148)

(45) 発行日 平成19年12月5日(2007.12.5)

(24) 登録日 平成19年9月28日(2007.9.28)

(51) Int. Cl.	F I	
AO 1 N 25/00 (2006.01)	AO 1 N 25/00	I O 1
AO 1 N 25/24 (2006.01)	AO 1 N 25/24	
AO 1 N 37/52 (2006.01)	AO 1 N 37/52	
AO 1 N 43/50 (2006.01)	AO 1 N 43/50	K
AO 1 P 3/00 (2006.01)	AO 1 P 3/00	
請求項の数 10 (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願平10-500427	(73) 特許権者 日本曹達株式会社 東京都千代田区大手町2丁目2番1号
(86) (22) 出願日 平成9年6月6日(1997.6.6)	(74) 代理人 弁理士 大石 治仁
(86) 国際出願番号 PCT/JP1997/001924	(74) 代理人 弁理士 松橋 泰典
(87) 国際公開番号 W01997/046092	(72) 発明者 鈴木 雅博 静岡県榛原郡榛原町坂部62-1 日本曹達株式会社 榛原農業研究所内
(87) 国際公開日 平成9年12月11日(1997.12.11)	(72) 発明者 谷 三千男 静岡県榛原郡榛原町坂部62-1 日本曹達株式会社 榛原農業研究所内
審査請求日 平成16年1月16日(2004.1.16)	
(31) 優先権主張番号 特願平8-166674	
(32) 優先日 平成8年6月7日(1996.6.7)	
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	
	最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐雨性を改良した農薬組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

乳剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンが付加したアルキルエーテル、およびポリオキシエチレンが付加した高級脂肪酸エステルから選ばれる1種または2種以上の乳化剤1~30重量%、ポリオキシエチレンが付加したソルビタン高級脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル等の非イオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテルの硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、および高級アルコールの硫酸エステル塩からなる群から選ばれる1種または2種以上の保護コロイド剤0.1~10重量%、ソルビタントリオレート10~50重量%、並びに溶媒を含有することを特徴とする乳剤。

10

【請求項2】

乳濁剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンが付加したアルキルエーテル、およびポリオキシエチレンが付加した高級脂肪酸エステルから選ばれる1種または2種以上の乳化剤1~30重量%、ポリオキシエチレンが付加したソルビタン高級脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル等の非イオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテルの硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、および高級アルコールの硫酸エステル塩からなる群から選ばれる1種または2種以上の保護コロイド剤0.1~10重量%、ソルビタントリオレート10~

20

50重量%、水、並びに非極性溶媒を含有することを特徴とする乳濁剤。

【請求項3】

水和剤全体に対して、農薬活性成分0.1～70重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の濡れ剤0.1～10重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の分散剤（前記濡れ剤として使用するものを除く。）0.5～20重量%、ソルビタントリオレエート10～30重量%、並びに増量剤を含有することを特徴とする水和剤。

10

【請求項4】

農薬活性成分と濡れ剤、分散剤、増量剤、および吸油能の高い増量剤に吸着させたソルビタントリオレエートを含有し、かつ、農薬活性成分の平均粒径が20μ以下である3項記載の水和剤。

【請求項5】

懸濁剤全体に対して、農薬活性成分0.1～70重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の濡れ剤0.1～10重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の分散剤（前記濡れ剤として使用するものを除く。）0.5～20重量%、ソルビタントリオレエート10～50重量%、並びに水を含有することを特徴とする懸濁剤。

20

【請求項6】

農薬活性成分、濡れ剤、分散剤、ソルビタントリオレエート、および水を含有し、かつ、農薬活性成分の平均粒径を10μ以下として、ソルビタントリオレエートを乳化したことを特徴とする5項記載の懸濁剤。

30

【請求項7】

顆粒水和剤全体に対し、農薬活性成分0.1～70重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の濡れ剤0.1～10重量%、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、およびイソブチレン-無水マレイン酸の共重合体からなる群から選ばれる1種または2種以上の分散剤（前記濡れ剤として使用するものを除く。）0.5～20重量%、ソルビタントリオレエート10～30重量%、並びに増量剤を含有することを特徴とする顆粒状水和剤。

40

【請求項8】

農薬活性成分、濡れ剤、分散剤、増量剤、およびソルビタントリオレエートを含有し、かつ、農薬活性成分の平均粒径を20μ以下として、スプレードライヤー法で製造した7項記載の顆粒状水和剤。

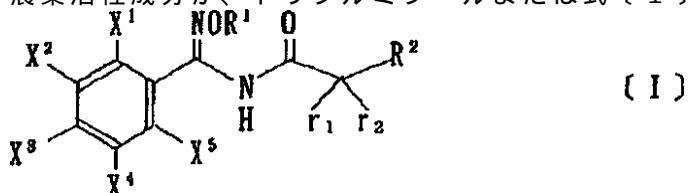
【請求項9】

50

農薬活性成分、濡れ剤、分散剤、増量剤、および吸油能の高い増量剤に吸着させたソルビタントリオレエートを混合し、かつ、農薬活性成分の平均粒径を20 μ以下として、攪拌造粒法もしくは押し出し造粒法で製造した7項記載の顆粒状水和剤。

【請求項10】

農薬活性成分が、トリフルミゾールまたは式〔I〕



〔式中、R¹は、置換されてもよいC₁-C₄アルキル基、置換されてもよいC₂-C₄アルケニル基または置換されてもよいC₂-C₄アルキニル基を示し、R²は、置換基を有していてもよいフェニル基または置換基を有していてもよいヘテロ環基を示し、X¹は、C₁-C₄ハロアルキル基を示し、X²、X³、X⁴、X⁵は、互いに独立して、水素原子、ハロゲン原子、C₁-C₄アルキル基、C₁-C₄ハロアルキル基、C₁-C₄アルコキシ基、C₁-C₄ハロアルコキシ基、C₁-C₄アルキルチオ基、C₁-C₄アルキルスルフィニル基、C₁-C₄アルキルスルホニル基、ニトロ基、アミノ基またはC₁-C₄アルキルカルボニルアミノ基を示し、r₁、r₂は、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子、C₁-C₄アルキル基、C₁-C₄ハロアルキル基、C₁-C₄アルコキシ基、C₁-C₄アルキルチオ基またはアミノ基を表し、また、r₁、r₂は、一緒になってカルボニル基を形成してもよい。〕

で示されるベンズアミドキシム化合物である、1～9項のいずれかに記載の組成物

【発明の詳細な説明】

技術分野：

本発明は、ソルビタントリオレエートを農薬活性成分に配合してなる耐雨性の著しく改良された農薬組成物に関する。

背景技術：

殺虫剤、殺菌剤等の農薬活性成分は、その物性や目的により乳剤、乳濁剤、水和剤、懸濁剤、顆粒状水和剤等に加工され、実用化されている。農薬活性成分の残効性低下の原因として、植物の成長による植物葉面上での農薬活性成分の希釈、葉面上での農薬活性成分の光分解、降雨による葉面上からの農薬活性成分の流出等があり、病気、害虫による被害を最小にし、作物の品位を保つために、農作物に対して過剰な農薬の散布が行われている。農薬の過剰散布は、散布者に多大の労力及び経済的負担を強いるだけでなく、環境汚染をも引き起こしている。

この為、農薬の使用量を少しでも減らすために様々な手段が近年研究されている。前記の薬剤の効力が降雨により低下することを防ぐ方法としては、例えば、特開昭54-80423号公報には、澱粉を含有することにより、耐雨性良好な農薬塗布剤に関する記載があり、特開昭59-172401号公報には、粉末状樹脂を配合することにより耐雨性を改良した水和剤、特開平2-40301号公報には、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース等を配合することにより固着性を高め耐雨性を改良した顆粒状水和剤の記載がある。

また、特開平1-190610号公報には、ソルビタントリオレエートを1重量%～10重量%含有させた農薬組成物が記載されている。しかしながら、製剤に耐雨性を付与する目的で、製剤中にソルビタントリオレエートを10重量%～50重量%という高含有させた農薬組成物については、何ら記載はない。

発明の開示：

本発明は、農薬活性成分の残効性向上が要求される場合、葉面上での農薬活性成分の耐雨性改良により、残効性に優れた農薬組成物を提供することを目的とする。

本発明者らは、かかる課題を達成すべく鋭意検討した結果、ソルビタントリオレエートを農薬活性成分に10重量%～50重量%配合して得た、例えば乳剤、乳濁剤、水和剤、懸濁剤、顆粒状水和剤などの製剤形態の農薬組成物が、優れた耐雨性を有することを見いだ

10

20

30

40

50

し、本発明を完成した。

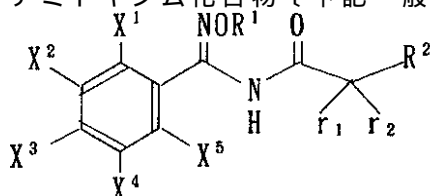
以下、本発明を詳細に説明する

本発明は、(1)組成物全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、およびソルビタントリオレエート10~50重量%を含有することを特徴とする農薬組成物、(2)乳剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、乳化剤1~30重量%、ソルビタントリオレエート10~50重量%、および溶媒を含有することを特徴とする乳剤、(3)乳濁剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、乳化剤1~30重量%、ソルビタントリオレエート10~30重量%、水および非極性溶媒を含有することを特徴とする乳濁剤、(4)水和剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、濡れ剤0.1~10重量%、分散剤0.5~20重量%、ソルビタントリオレエート10~50重量%、および増量剤を含有することを特徴とする水和剤、(5)懸濁剤全体に対して、農薬活性成分0.1~70重量%、濡れ剤0.1~10重量%、分散剤0.5~20重量%、ソルビタントリオレエート10~50重量%、および水を含有することを特徴とする懸濁剤、および(6)顆粒水和剤全体に対し、農薬活性成分0.1~70重量%、濡れ剤0.1~10重量%、分散剤0.5~20重量%、ソルビタントリオレエート10~30重量%、および増量剤を含有することを特徴とする顆粒状水和剤である。

10

本発明に用いる農薬活性成分は、各種剤型に適した物理化学的な性質を有するものであれば特に制限はない。乳剤及び乳濁剤では溶媒に可溶性農薬活性成分、例えば、トリフルミゾール(triflumizole)、フルアジナム(fluzazinam)、ペフラゾエート(pefurazoate)、プロクロラズ(prochloraz)、プロピコナゾール(propiconazole)、ミクロブタニル(myclobutanil)、トリアジメフォン(triadimefon)、ピテルタノール(bitertanol)、イマザリル(imazalil)、フェナリモル(fenarimol)、チアベンダゾール(thiabendazole)や、本出願人らにより開示されているWO96/19442号公報に記載のベンズアミドキシム化合物〔下記一般式(I)に示す化合物〕等が挙げられる。

20



〔 I 〕

〔式中、R¹は、置換されてもよいC1 - C4アルキル基、置換されてもよいC2 - C4アルケニル基または置換されてもよいC2 - C4アルキニル基を示し、R²は、置換基を有していてもよいフェニル基または置換基を有していてもよいヘテロ環を示し、

30

X¹は、C1 - C4ハロアルキル基を示し、

X²、X³、X⁴、X⁵は、互いに独立して、水素原子、ハロゲン原子、C1 - C4アルキル基、C1 - C4ハロアルキル基、C1 - C4アルコキシ基、C1 - C4ハロアルコキシ基、C1 - C4アルキルチオ基、C1 - C4アルキルスルフィニル基、C1 - C4アルキルスルホニル基、ニトロ基、アミノ基またはC1 - C4アルキルカルボニルアミノ基を示し、

r₁、r₂は、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子、C1 - C4アルキル基、C1 - C4ハロアルキル基、C1 - C4アルコキシ基、C1 - C4アルキルチオ基またはアミノ基を表し、また、r₁、r₂は、一緒になってカルボニル基を形成してもよい。〕

40

式(I)に示す化合物の具体例を第1表に示す。

第 1 表

(r ₁ , r ₂ =H)						
No.	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	R ₁	R ₂
1	H	H	F	F	CH ₂ -	Ph
2	H	H	Cl	F	CH ₂ -	Ph
3	H	H	F	Cl	CH ₂ -	Ph
4	H	H	Cl	Cl	CH ₂ -	Ph
5	H	H	F	F	CH ₂ -	2-F-Ph
6	H	H	Cl	F	CH ₂ -	2-F-Ph
7	H	H	F	Cl	CH ₂ -	2-F-Ph
8	H	H	Cl	Cl	CH ₂ -	2-F-Ph
9	H	H	F	F	CH ₂ -	2-F-5-Me-Ph
10	H	H	Cl	F	CH ₂ -	2-F-5-Me-Ph
11	H	H	F	Cl	CH ₂ -	2-F-5-Me-Ph
12	H	H	Cl	Cl	CH ₂ -	2-F-5-Me-Ph
13	H	H	F	F	CH ₂ CH ₂ Cl	Ph
14	H	H	Cl	F	CH ₂ CH ₂ Cl	Ph

10

20

30

40

No.	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	R ₁	R ₂
15	H	H	F	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	Ph
16	H	H	Cl	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	Ph
17	H	H	F	F	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-Ph
18	H	H	Cl	F	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-Ph
19	H	H	F	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-Ph
20	H	H	Cl	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-Ph
21	H	H	F	F	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-5-Me-Ph
22	H	H	Cl	F	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-5-Me-Ph
23	H	H	F	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-5-Me-Ph
24	H	H	Cl	Cl	CH ₂ CH ₂ Cl	2-F-5-Me-Ph

これらの農薬活性成分の添加量に対しては特に制限はないが、-10 程度の保存で結晶が析出しない量以下が好ましい。

水和剤及び懸濁剤では、融点が高い農薬活性成分、例えば、トリフルミゾール、フルアジナム、プロピコナゾール、ヘキシチアゾクス (hexythiazox)、オキシロニック酸 (oxolinic acid)、チオファネートメチル (thiophanate-methyl)、チウラム (thiuram) および本出願人らにより開示されている WO 96 / 19442 号公報に記載のベンズアミドキシム化合物 (前記一般式 (I) に示され、第 1 表に例示した化合物) 等が挙げられる。添加量に対しては特に制限はないが、好ましくは 70 重量%以下である。

顆粒状水和剤では、スプレードライヤー法では、チオファネートメチルのように融点が 120 以上の農薬活性成分が好ましく、攪拌造粒法及び押し出し造粒法では、常温で固体の農薬活性成分、例えば、トリフルミゾール、フルアジナム、プロピコナゾール、ヘキシチアゾクス、オキシロニック酸、チオファネートメチル、チウラムおよび本出願人らにより開示されている WO 96 / 19442 号公報に記載のベンズアミドキシム化合物 (前記一般式 (I) に示され、第 1 表に例示した化合物) 等が挙げられる。添加量に対しては特に制限はないが、好ましくは 70 重量%以下である。

本発明では様々な形で界面活性剤が用いられる。乳剤、乳濁剤では乳化剤として用いられ、例えば、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンが付加したアルキルエーテル、ポリオキシエチレンが付加した高級脂肪酸エステル等があり、これらの 1 種又は 2 種以上の混合物でも使用することができる。

また、乳剤、乳濁剤ではエマルジョンを安定化させるために保護コロイド剤を 0.1 ~ 10 重量%添加することもできる。例えば、ポリオキシエチレンが付加したソルビタン高級脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル等の非イ

10

20

30

40

50

オン性界面活性剤、ポリオキシエチレンが付加したアルキルフェニルエーテルの硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、高級アルコールの硫酸エステル塩等があり、これらの1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。

水和剤、懸濁剤、顆粒状水和剤では、濡れ剤と分散剤として用いられ、例えば、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル、ポリカルボン酸塩、リグニンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルムアルデヒド縮合物、イソブチレン-無水マレイン酸の共重合体等があり、これらの1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。

本発明に用いられる溶媒としては、例えば、アイソパーL、アイソパーV、エクゾールD-100（エクソン化学株式会社製）などの石油系直鎖炭化水素、ソルベッソ100、ソルベッソ150、ソルベッソ200（エクソン化学株式会社製）などの石油系芳香族炭化水素、エキセパールMC、エキセパールL-OL（花王株式会社製）などの植物由来のオイル及びこれら加水分解物のエステル類等の非極性溶媒と、シクロヘキサノン、N-メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒などを挙げることで、これらの1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。

本発明に用いる増量剤とは、例えば、塩化カリウム、炭酸カリウム、リン酸塩、リン酸水素塩、硫酸アンモニウム、尿素などの無機塩、クニライト201、クニライトB-106（クニミネ工業株式会社製）などの珪藻土、SA-Mクレー（関東ペントナイト株式会社製）などのパイロフィライト系あるいは、ジークライトAT（ジークライト株式会社製）などのカオリナイト系クレー等で1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。吸油性の高い増量剤とは、ソルビタントリオレートを吸着しうる物質をいい、例えば、珪藻土、酸化珪素等を挙げることで、これら1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。

本発明の製剤には、寒冷地仕様として凍結防止剤を添加することもできる。凍結防止剤として、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン等が挙げられ、これらの1種又は2種以上の混合物でも使用することができる。

また、乳濁剤、懸濁剤の農薬活性成分の粒子の沈降・分離及びソルビタントリオレートの乳化粒子の分離を防止するため、アルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース、カルボキシメチルセルロース及びその金属塩、ポリビニルアルコール、天然ガム類等の増粘剤を添加することも可能である。

本発明の農薬製剤において、使用される各成分の量は、農薬活性成分の種類等により異なるが、乳剤では農薬活性成分は0.1~70重量%、好ましくは0.1~30重量%、乳化剤、保護コロイド剤は1~30重量%、好ましくは5~15重量%、溶媒は20~80重量%、好ましくは30~70重量%、ソルビタントリオレートは10~50重量%、好ましくは10~20重量%である。乳濁剤では、農薬活性成分は0.1~70重量%、好ましくは0.1~30重量%、乳化剤、保護コロイド剤は1~30重量%、好ましくは5~15重量%、溶媒は60重量%以下、好ましくは30重量%以下、ソルビタントリオレートは10~50重量%、好ましくは10~20重量%、水は20~80重量%、好ましくは50~80重量%である。

水和剤では農薬活性成分は0.1~70重量%、好ましくは0.1~50重量%、濡れ剤、分散剤は0.6~30重量%、好ましくは5~15重量%、増量剤は20~80重量%、好ましくは30~70重量%、ソルビタントリオレートは10~30重量%、好ましくは10~20重量%である。懸濁剤では農薬活性成分は0.1~70重量%、好ましくは0.1~30重量%、濡れ剤、分散剤は0.6~30重量%、好ましくは5~15重量%、ソルビタントリオレートは10~50重量%、好ましくは10~20重量%、水は20~80重量%、好ましくは50~80重量%である。顆粒状水和剤では農薬活性成分は0.1~70重量%、好ましくは0.1~50重量%、濡れ剤、分散剤は0.6~30重量%、好ましくは5~15重量%、増量剤は20~80重量%、好ましくは30~70重量%、ソルビタントリオレートは10~30重量%、好ましくは10~20重量%である。

10

20

30

40

50

(製剤の製造)

本発明の農薬製剤としては、乳剤、乳濁剤、水和剤、懸濁剤、顆粒水和剤などがある。乳剤は農薬活性成分と乳化剤、必要に応じて保護コロイド剤、ソルビタントリオレエートを溶媒に溶かすことによって製造する。乳濁剤は農薬活性成分と乳化剤、必要に応じて保護コロイド剤、ソルビタントリオレエートを溶媒に溶かしたものを水に加え、乳化機で乳化粒子を生成することによって製造する。また、水には必要に応じて凍結防止剤を添加することができる。水和剤はソルビタントリオレエートを吸油能の高い増量剤に吸着させ、農薬活性成分、濡れ剤、分散剤、増量剤を混合し、乾式粉碎により農薬活性成分及び増量剤を平均粒径が20 μ以下に微細化することによって製造する。

懸濁剤は農薬活性成分と濡れ剤、分散剤、凍結防止剤、水、ソルビタントリオレエートを混合し、湿式粉碎することにより農薬活性成分を平均粒径が10 μ以下となるように微細化し、ソルビタントリオレエートを乳化させる。あるいは、農薬活性成分と濡れ剤、分散剤、凍結防止剤、水を混合し、湿式粉碎することにより農薬活性成分を平均粒径が10 μ以下となるように微細化し、ソルビタントリオレエートを加え乳化機で乳化させることによって製造する。顆粒状水和剤は、スプレードライヤー法では、農薬活性成分と濡れ剤、分散剤、水、ソルビタントリオレエートを混合し、湿式粉碎することにより農薬活性成分を平均粒径が20 μ以下となるように微細化し、ソルビタントリオレエートを乳化させ、スプレードライヤー装置で製造する。攪拌造粒法、押し出し造粒法では、ソルビタントリオレエートを吸油能の高い増量剤に吸着させ、農薬活性成分、濡れ剤、分散剤、増量剤を混合し、乾式粉碎により農薬活性成分及び増量剤を平均粒径が20 μ以下となるように微細化し、攪拌造粒装置もしくは押し出し造粒装置で製造する。

発明を実施するための最良の形態：

(実施例)

次に実施例を挙げ、本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものでない。

実施例 1

トリフルミゾール160 gを石油系の溶媒ソルベッソ150 470 gとシクロヘキサノン100 gの混合溶媒に溶かし、オキシエチレンが付加したノニルフェニルエーテル100 g，ドデシルベンゼンスルホン酸のカルシウム塩20 g，ソルビタントリオレエート150 gを加えて加熱溶解し、乳剤を製造した。

実施例 2

トリフルミゾール110 gを石油系の溶媒ソルベッソ150 330 gに溶かし、オキシエチレンが付加したソルビタンモノオレエート80 g，ドデシルベンゼンスルホン酸のカルシウム塩10 g，ソルビタントリオレエート100 gを加え加熱溶解したものをグリセリン50 gを溶かした蒸留水320 gに加え、ポリトロンで乳化させ、乳濁液を製造した。

実施例 3

トリフルミゾール160 gとジオクチルスルホサクシネートのナトリウム塩300 g，リグニンスルホン酸のナトリウム塩100 g，クレ-310 gの混合物に、珪藻土150 gと酸化珪素100 gの混合物に吸着させたソルビタントリオレエート150 gを加え混合し、横型ジェットミル(直径3.5インチ)で乾式粉碎し、水和剤を製造した。

実施例 4

トリフルミゾール160 gとオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル40 g，ポリカルボン酸のナトリウム塩20 g，グリセリン100 g，シリコン系消泡剤10 g，ソルビタントリオレエート150 gを蒸留水520 gに加え混合し、アイガーモーターミル(EIGER JAPAN KK製)で直径1 mmのジルコンビーズを用いて湿式粉碎し、懸濁剤を製造した。

実施例 5

トリフルミゾール330 gとドデシルベンゼンスルホン酸のナトリウム塩300 g，アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物70 g，リグニンスル

10

20

30

40

50

ホン酸のナトリウム塩 60 g , 高級脂肪酸のカルシウム塩とナトリウム塩の混合物 5 g , 塩化カリウム 105 g の混合物に、珪藻土 300 g に吸着させたソルビタントリオレエート 100 g を加え混合し、横型ジェットミル (直径 3 . 5 インチ) で乾式粉碎したものを、蒸留水 330 g 加え、BENCH KNEADER (入江商会 KK 製) で練り込み、ミクロ形顆粒製造機 (筒井理化学器械 KK 製) で顆粒径 0 . 6 mm のそうめん状の造粒湿品を作り、送風乾燥機で 40 で 12 時間乾燥して、顆粒状水和剤を製造した。

実施例 6

第 1 表に示された化合物 (No . 1) 110 g を石油系の溶媒ソルベッソ 200 570 g と N - メチルピロリドン 100 g の混合溶媒に溶かし、オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 100 g , オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテルフォスフェート 20 g , ソルビタントリオレエート 100 g を加えて加熱溶解し、乳剤を製造した。

10

実施例 7

第 1 表に示された化合物 (No . 1) 55 g を石油系の溶媒ソルベッソ 200 330 g に溶かし、オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 100 g , ソルビタントリオレエート 100 g を加えて加熱溶解したものをグリセリン 100 g を溶かした蒸留水 315 g に加え、ポリトロンで乳化させ、乳濁液を製造した。

実施例 8

第 1 表に示された化合物 (No . 1) 110 g とラウリル硫酸のナトリウム塩 70 g , リグニンスルホン酸のナトリウム塩 100 g 、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物 50 g 、クレー 270 g の混合物に、珪藻土 300 g に吸着させたソルビタントリオレエート 100 g を加え混合し、横型ジェットミル (直径 3 . 5 インチ) で乾式粉碎し、水和剤を製造した。

20

実施例 9

第 1 表に示された化合物 (No . 1) 110 g とオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 40 g , ポリカルボン酸のナトリウム塩 20 g , グリセリン 100 g , シリコン系消泡剤 10 g , ソルビタントリオレエート 100 g を蒸留水 620 g に加え混合し、アイガーマーターミル (EIGER JAPAN KK 製) で直径 1 mm のジルコンビーズを用いて湿式粉碎し、懸濁剤を製造した。

実施例 10

第 1 表に示された化合物 (No . 1) 110 g とアルキルナフタレンスルホン酸のナトリウム塩 25 g 、ドデシルベンゼンスルホン酸のナトリウム塩 20 g , リグニンスルホン酸のナトリウム塩 70 g 、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物 140 g , 塩化カリウム 185 g の混合物に、ソルビタントリオレエート 100 g とオキシエチレンが付加したソルビタントリオレエート 50 g を吸着させた珪藻土 300 g を加え混合し、横型ジェットミル (直径 3 . 5 インチ) で乾式粉碎したものを、蒸留水 250 g 加え、BENCH KNEADER (入江商会 KK 製) で練り込み、ミクロ形顆粒製造機 (筒井理化学器械 KK 製) で顆粒径 0 . 6 mm のそうめん状の造粒湿品を作り、送風乾燥機で 40 で 12 時間乾燥して、顆粒状水和剤を製造した。

30

比較例 1

トリフルミゾール 160 g を石油系の溶媒ソルベッソ 150 620 g とシクロヘキサノン 100 g の混合溶媒に溶かし、オキシエチレンが付加したノニルフェニルエーテル 100 g , ドデシルベンゼンスルホン酸のカルシウム塩 20 g を加えて加熱溶解し、乳剤を製造した。

40

比較例 2

トリフルミゾール 160 g を石油系の溶媒ソルベッソ 150 570 g とシクロヘキサノン 100 g の混合溶媒に溶かし、オキシエチレンが付加したノニルフェニルエーテル 100 g 、ドデシルベンゼンスルホン酸のカルシウム塩 20 g 、及びソルビタントリオレエート 50 g を加えて加熱溶解し、乳剤を製造した。

比較例 3

50

トリフルミゾール 110 g を石油系の溶媒ソルベッソ 150 330 g に溶かし、オキシエチレンが付加したソルピタンモノオレエート 80 g、ドデシルベンゼンスルホン酸のカルシウム塩 10 g を加え加熱溶解したものを、グリセリン 50 g を溶かした蒸留水 420 g に加え、ポリトロンで乳化させ、乳濁液を製造した。

比較例 4

トリフルミゾール 160 g とジオクチルスルホサクシネートのナトリウム塩 30 g、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 100 g、クレー 460 g、珪藻土 150 g と酸化珪素 100 g を加え混合し、横型ジェットミル（直径 3.5 インチ）で乾式粉碎し、水和剤を製造した。

比較例 5

トリフルミゾール 160 g とオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 40 g、ポリカルボン酸のナトリウム塩 20 g、グリセリン 100 g、シリコン系消泡剤 10 g を蒸留水 670 g に加え混合し、アイガーマーターミル（EIGER JAPAN KK 製）で直径 1 mm のジルコンビーズを用いて湿式粉碎し、懸濁剤を得た。

比較例 6

トリフルミゾール 160 g とオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 40 g、ポリカルボン酸ナトリウム塩 20 g、グリセリン 100 g、シリコン系消泡剤 10 g、及びソルピタントリオレエート 50 g を蒸留水 620 g に加えて混合し、アイガーマーターミル（EIGER JAPAN KK 製）で、直径 1 mm のジルコンビーズを用いて湿式粉碎し、懸濁剤を得た。

比較例 7

トリフルミゾール 330 g とドデシルベンゼンスルホン酸のナトリウム塩 300 g、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物 70 g、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 60 g、高級脂肪酸のカルシウム塩とナトリウム塩の混合物 5 g、塩化カリウム 205 g、珪藻土 300 g を加え、横型ジェットミル（直径 3.5 インチ）で乾式粉碎したものを、蒸留水 330 g 加え、BENCH KNEADER（入江商会 KK 製）で練り込み、ミクロ形顆粒製造機（筒井理化学器械 KK 製）で顆粒径 0.6 mm のそうめん状の造粒湿品を作り、送風乾燥機で 40 で 12 時間乾燥して、顆粒状水和剤を得た。

比較例 8

第 1 表に示された化合物（No. 1）110 g を石油系の溶媒ソルベッソ 200 670 g と N-メチルピロリドン 100 g の混合溶媒に溶かし、オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 100 g、オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテルフォスフェート 20 g を加えて加熱溶解し、乳剤を製造した。

比較例 9

第 1 表に示された化合物（No. 1）55 g を石油系の溶媒ソルベッソ 200 330 g に溶かし、オキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 100 g 加えて加熱溶解したものを、グリセリン 100 g を溶かした蒸留水 415 g に加え、ポリトロンで乳化させ、乳濁液を製造した。

比較例 10

第 1 表に示された化合物（No. 1）110 g とラウリル硫酸のナトリウム塩 70 g、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 100 g、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物 50 g、クレー 370 g、珪藻土 300 g を加え混合し、横型ジェットミル（直径 3.5 インチ）で乾式粉碎し、水和剤を製造した。

比較例 11

第 1 表に示された化合物（No. 1）110 g とオキシエチレンが付加したトリスチリルフェニルエーテル 40 g、ポリカルボン酸のナトリウム塩 20 g、グリセリン 100 g、シリコン系消泡剤 10 g を蒸留水 720 g に加え混合し、アイガーマーターミル（EIGER JAPAN KK 製）で直径 1 mm のジルコンビーズを用いて湿式粉碎し、懸濁剤を製造した。

10

20

30

40

50

比較例 1 2

第 1 表に示された化合物 (No. 1) 110 g とアルキルナフタレンスルホン酸のナトリウム塩 25 g、ドデシルベンゼンスルホン酸のナトリウム塩 20 g、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 70 g、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩のホルムアルデヒド縮合物 140 g、塩化カリウム 335 g、珪藻土 300 g を加え、横型ジェットミル (直径 3.5 インチ) で乾式粉碎したものを、蒸留水 330 g 加え、BENCH KNEADER (入江商会 KK 製) で練り込み、ミクロ形顆粒製造機 (筒井理化学器械 KK 製) で顆粒径 0.6 mm のそうめん状の造粒湿品を作り、送風乾燥機で 40 で 12 時間乾燥して、顆粒状水和剤を製造した。

(発明の効果)

10

試験例

各農薬組成物を水道水で 500 倍希釈し、キュウリ葉 (片面の表面積が約 100 cm²) にマイクロシュリンジで 0.5 マイクロリッターずつ計 100 マイクロリッター添付した。キュウリ葉を約 30 度に傾け、人工降雨装置 ARTIFICIAL RAIN DROPP GENERATOR DIK-600 (DAIKI RIKI KOGYO KK 製) で 1 時間に 30 ミリリッターの雨を 2 時間降らした。風乾後、アセトニトリルでキュウリ葉からトリフルミゾールを抽出し、液体クロマトグラフ法でトリフルミゾールの付着量を分析し、残存率 (降雨後のトリフルミゾールの付着量 / 降雨前のトリフルミゾールの付着量 × 100) について調べた。これらの結果を第 2 表に示した。

第 2 表

実験	残存率 (%)
実施例 1	6 5
実施例 2	7 5
実施例 3	6 8
実施例 4	8 8
実施例 5	7 1
実施例 6	5 5
実施例 7	5 7
実施例 8	6 2
実施例 9	7 7
実施例 1 0	6 0
比較例 1	3 2
比較例 2	3 0
比較例 3	2 4
比較例 4	2 4
比較例 5	4 2
比較例 6	4 0
比較例 7	1 8
比較例 8	2 1
比較例 9	2 3
比較例 1 0	3 6
比較例 1 1	3 9
比較例 1 2	4 1

10

20

30

40

第 2 表から、ソルピタントリオレエートを高含有した本発明の農薬組成物は、対照のソルピタントリオレエートを添加していない農薬組成物に比べて、耐雨性は著しく改良されていることが明らかである。

産業上の利用可能性：

以上説明したように、本発明は、葉面上での農薬活性成分の耐雨性改良により、残効性に

50

優れた農薬組成物を提供することができる。

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
A 0 1 P 13/00 (2006.01) A 0 1 P 13/00

(72) 発明者 佐藤 恵一
静岡県榛原郡榛原町坂部 6 2 - 1 日本曹達株式会社 榛原農業研究所内

審査官 山田 泰之

(56) 参考文献 特開平 0 3 - 1 3 0 2 0 2 (J P , A)
特開昭 5 5 - 1 6 7 2 0 4 (J P , A)
特開平 0 7 - 2 5 2 1 0 3 (J P , A)