

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3914275号
(P3914275)

(45) 発行日 平成19年5月16日(2007.5.16)

(24) 登録日 平成19年2月9日(2007.2.9)

(51) Int.C1.

F 1

AO 1 N	43/36	(2006.01)	AO 1 N 43/36
AO 1 N	25/04	(2006.01)	AO 1 N 25/04
AO 1 N	25/12	(2006.01)	AO 1 N 25/12
AO 1 N	25/22	(2006.01)	AO 1 N 25/22

請求項の数 11 (全 15 頁)

(21) 出願番号

特願平7-145150

(22) 出願日

平成7年5月22日(1995.5.22)

(65) 公開番号

特開平8-40809

(43) 公開日

平成8年2月13日(1996.2.13)

審査請求日

平成14年5月10日(2002.5.10)

審判番号

不服2004-7298(P2004-7298/J1)

審判請求日

平成16年4月12日(2004.4.12)

(31) 優先権主張番号

248996

(32) 優先日

平成6年5月25日(1994.5.25)

(33) 優先権主張国

米国(US)

(73) 特許権者 591000791

ワイス・ホールディングズ・コーポレイション

Wyeth Holdings Corporation

アメリカ合衆国ニュージャージイ州07940-0874 マディソン・ファイブジ

ラルダファームス(番地なし)

(74) 代理人 100091096

弁理士 平木 祐輔

(74) 代理人 100096183

弁理士 石井 貞次

(74) 代理人 100118773

弁理士 藤田 節

最終頁に続く

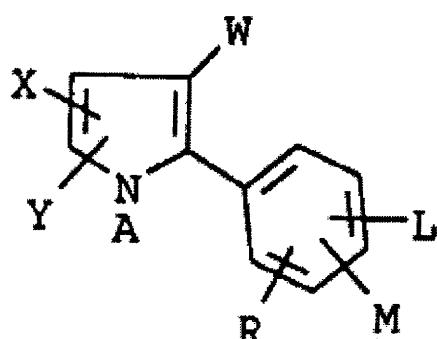
(54) 【発明の名称】アリールピロール殺虫及び殺ダニ剤の懸濁濃厚剤組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式:

【化 1】



10

[式中、]

X および Y が各々独立して C₁ ~ C₄ アルコキシメチルであり；W が CN であり；A が C₁ ~ C₄ アルコキシメチルであり；L が H または F であり；

20

- MがH、F、ClまたはBrであり；かつ、
RがF、Cl、Br、CF₃またはOCF₃である。】
- で表される構造を有し、0.5～4μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物10～50重量%、ホルムアルデヒドと多環芳香族化合物のスルホン化生成物との縮合生成物の塩、及びリグニンスルホン酸塩からなる群から選択される分散剤0.1～1.5重量%、エチレンオキシド／プロピレンオキシドブロック共重合体である立体安定剤1.5～3.5重量%、天然及び合成粘土、並びにケイ酸塩からなる群から選択される懸濁剤0.1～1重量%、糊剤0.01～0.5重量%、凍結防止剤5～15重量%、消泡剤1重量%まで、保存剤0.3重量%まで及び水からなる懸濁濃厚剤組成物。
- 【請求項2】** 10
 請求項1に記載の式で表される構造を有し1～3μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物20～40重量%、分散剤0.5～1.5重量%、立体安定剤1.5～3.5重量%、懸濁剤0.1～1重量%、糊剤0.01～0.5重量%、凍結防止剤5～10重量%、消泡剤0.1～1重量%、保存剤0.01～0.3重量%及び水からなる請求項1に記載の組成物。
- 【請求項3】**
 分散剤及び立体安定剤の合計量対アリールピロール化合物の比が1：5～1：15である請求項1に記載の組成物。
- 【請求項4】** 20
 分散剤がホルムアルデヒドと多環芳香族化合物のスルホン化生成物との縮合生成物の塩である請求項1～3のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項5】**
 懸濁剤がケイ酸マグネシウムアルミニウム、ケイ酸マグネシウム及びケイ酸アルミニウムから選択される、請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項6】**
 糊剤がキサンタンゴム、カラゲーナン、ペクチン、アラビアゴム及びグアゴムから選択される、請求項1～5のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項7】**
 凍結防止剤がグリコール類である請求項1～6のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項8】** 30
 分散剤がナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルムアルデヒド縮合物であり、立体安定剤がアルファ-ブチル-オメガ-ヒドロキシ-エチレンオキシド-プロピレンオキシドブロック共重合体であり、懸濁剤がケイ酸マグネシウムアルミニウムであり、糊剤がキサンタンゴムであり、且つ、凍結防止剤がプロピレングリコールである、請求項1～7のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項9】**
 pH5～pH9のpH値を有する請求項1～8のいずれか1項に記載の組成物。
- 【請求項10】**
 化合物が4-ブロモ-2-(p-クロロフェニル)-1-(エトキシメチル)-5-(トリフルオロメチル)ピロール-3-カルボニトリルである請求項1～9のいずれか1項に記載の組成物。 40
- 【請求項11】**
 アリールピロール化合物、分散剤、立体安定剤、懸濁剤、凍結防止剤及び水を均一な混合物が得られるまで混合するステップ、その後の、均一な混合物をミリングしてアリールピロール化合物粒子が0.5～4μmの容積平均直径を有するミル・ベースを得るステップ、水中の糊剤及び水の混合物をミル・ベースに加えるステップ、及び、混合するステップを含む、請求項1に記載の懸濁濃厚剤組成物を製造するための方法。
- 【発明の詳細な説明】**
- 【0001】**
- 【発明の背景】** 50

あるアリールピロール化合物、その製造及び使用は米国特許第5,010,098号及び同第5,233,051号；並びに殊にカナダ国特許出願第2,076,937号に開示される。

【0002】

あるアリールピロールの懸濁濃厚物は例えばカナダ国特許出願第2,076,937号に参考されるように公知であるが、長期間のエージング(aging)及び／または高温での曝露によりこれらの懸濁濃厚物は完全には貯蔵安定性がないことが見い出された。

【0003】

更に、カナダ国特許出願第2,076,937号で製造される懸濁濃厚剤組成物は大きなアリールピロール化合物に対する界面活性剤の比を有する。

10

【0004】

しかしながら、高濃度の界面活性剤の使用は環境及び経済に関連した理由により完全には満足できない。

【0005】

従って物理的及び化学的に安定であり、従って良好な貯蔵特性を有し、そしてより少ない界面活性剤の使用しか必要としないアリールピロール化合物の懸濁濃厚剤組成物を提供することが本発明の目的である。

【0006】

【発明の要約】

本発明は約0.5～4μmの容積平均直径(volume mean diameter)を有する粒状アリールピロール化合物約10～50重量%、分散剤約0.1～2重量%、立体安定剤(steric stabilizer)約0.5～5重量%、懸濁剤約0.1～1重量%、糊剤(thickening agent)約0.01～0.5重量%、凍結防止剤約5～15重量%、消泡剤(antifoam agent)約1重量%まで、保存剤約0.3重量%まで及び水からなる殺虫及び殺ダニ性(acaricidal)懸濁濃厚剤組成物を提供する。

20

【0007】

【好適態様の詳細な記述】

有利には、本発明は0.5～4μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物10～50重量%、分散剤0.1～2重量%、立体安定剤0.5～5重量%、懸濁剤0.1～1重量%、糊剤0.01～0.5重量%、凍結防止剤5～15重量%、消泡剤1重量%まで、保存剤0.3重量%まで及び水からなる貯蔵安定性の殺虫及び殺ダニ性懸濁濃厚剤組成物を提供する。

30

【0008】

本発明の懸濁濃厚剤組成物において、分散剤及び立体安定剤の合計量対アリールピロール化合物の比は好ましくは約1：5～1：15、最も好ましくは約1：8～1：10である。

【0009】

本発明の好適な懸濁濃厚剤組成物は1～3μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物約20～40重量%、分散剤0.5～1.5重量%、立体安定剤1.5～3.5重量%、懸濁剤0.1～1重量%、糊剤0.01～0.5重量%、凍結防止剤5～10重量%、消泡剤0.1～1重量%、保存剤0.01～0.3重量%及び水からなり、但しアリールピロール化合物に対する分散剤及び立体安定剤の全量の比が約1：5～1：15であるものである。

40

【0010】

独特なことに、本発明のアリールピロール懸濁濃厚剤組成物は広い温度範囲にわたつて、物理的及び化学的に長期間安定であることが見い出された。従来、アリールピロール懸濁濃厚剤組成物は大きな粒径及び／または高濃度の界面活性剤を含んでいた。アリールピロール化合物の粒径を減少させ、そして界面活性剤の濃度を減少させることにより貯蔵安定性の懸濁濃厚剤組成物が得られることが見い出されたことは、一般的に少ない粒径のものを用いる場合に、安定な懸濁濃厚剤組成物を得るためににはより多量の界面活性剤を必要と

50

するために特に驚くべきことである。

【0011】

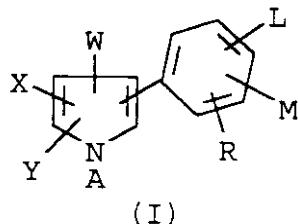
有利には、約0.5～4μmの容積平均直径を有するアリールピロール粒子からなる本発明の懸濁濃厚剤組成物は昆虫及びダニ(acarid)を防除する際に従来のアリールピロール懸濁濃厚剤組成物より有効である。

【0012】

本発明の組成物に用いる際に適するアリールピロール化合物は次の構造式Iを有する：

【0013】

【化1】



10

【0014】

式中、

XはH、F、C1、Br、IまたはC₁～C₄ハロアルキルであり；

YはF、C1、Br、I、C₁～C₄ハロアルキルまたはCNであり；

WはCNまたはNO₂であり；

Aは随时ハロゲン原子1～3個、シアノ1個、ヒドロキシ1個、C₁～C₄アルコキシ1個、C₁～C₄アルキルチオ1個、随时C₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシもしくはハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいフェニル1個、随时ハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいフェノキシ1個または随时ハロゲン原子1個で置換されていてもよいベンジルオキシ1個で置換されていてもよいC₁～C₄アルキル、C₁～C₄カルバルコキシメチル、随时ハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいC₃～C₄アルケニル、シアノ、随时ハロゲン原子1個で置換されていてもよいC₃～C₄アルキニル、ジ-(C₁～C₄アルキル)アミノカルボニル、或いは随时ハロゲン原子1～3個またはC₁～C₄アルキル基1～3個で置換されていてもよいベンゾイルであり；

LはH、F、C1またはBrであり；

M及びRは各々独立してH、C₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシ、C₁～C₃アルキルチオ、C₁～C₃アルキルスルフィニル、C₁～C₃アルキルスルホニル、シアノ、F、C1、Br、I、ニトロ、C₁～C₃ハロアルキル、R₁C₂F₂Z、R₂C₂OまたはNR₃R₄であるか、或いはM及びRはそれらが隣接する位置にある場合、それらが結合する炭素原子と一緒にになって、MRが構造式：

-OCH₂O-、-OCF₂O-、-OCR₆R₇CR₈R₉O-、-OCH₂CH₂-、

-OCH₂CH₂CH₂- または -CH=CH-CH=CH-

を表わす環を形成することができ；

ZはS(O)₂またはOであり；

40

R₁はH、F、CHF₂、CHFC1またはCF₃であり；

R₂はC₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシまたはNR₃R₄であり；

R₃はHまたはC₁～C₃アルキルであり；

R₄はH、C₁～C₃アルキルまたはR₅COであり；

R₅はHまたはC₁～C₃アルキルであり；

R₆、R₇、R₈及びR₉は各々独立して水素、ハロゲンまたはC₁～C₃アルキルであり；そして

nは0、1または2の整数である。

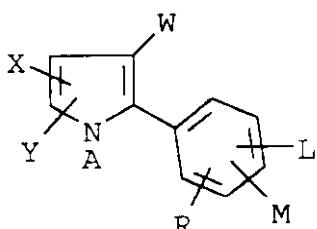
【0015】

本発明の組成物に用いる際に適する好適なアリールピロール化合物は構造式II

50

【0016】

【化2】



(II)

10

【0017】

式中、X、Y、W、A、L、M及びRは上記のとおりである、
を有するものである。

【0018】

本発明の組成物において殊に有用であるより好適な殺虫及び殺ダニ性アリールピロール化合物はX及びYが各々独立してC₁、BrまたはCF₃であり；WがCNであり；AがC₁～C₄アルコキシメチルであり；LがHまたはFであり；MがH、F、ClまたはBrであり；そしてRがF、C₁、Br、CF₃またはOCF₃である構造式IIを有するものである。

20

【0019】

本発明の懸濁濃厚剤組成物に用いる際に特に好適なものは4-ブロモ-2-(p-クロロフェニル)-1-(エトキシメチル)-5-(トリフルオロメチル)ピロール-3-カルボニトリルである。

【0020】

本発明における使用に適する分散剤は、ホルムアルデヒドと多環芳香族化合物のスルホン化生成物との縮合生成物の塩；ポリアクリル酸の塩；分子中に少なくとも約12個の炭素原子を含む脂肪酸または脂肪族アミンもしくはアミドとエチレンオキシド及び/またはプロピレンオキシドとの縮合生成物；グリセリン、ソルビタン、ショ糖またはペンタエリトリトール並びにそのエチレンオキシド及び/またはプロピレンオキシドとの縮合生成物の脂肪酸エステル；脂肪アルコールまたはアルキルフェノールとエチレンオキシド及び/またはプロピレンオキシドとの縮合生成物並びにその硫酸塩及びスルホン酸塩；並びに分子中に少なくとも10個の炭素原子を含む硫酸またはスルホン酸エステルのアルカリまたはアルカリ土類金属塩、例えばラウリル硫酸及びドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを含む。

30

【0021】

好適な分散剤は、ホルムアルデヒドと多環芳香族化合物のスルホン化生成物との縮合生成物の塩、例えばホルムアルデヒドとナフタレンスルホン酸塩、石油スルホン酸塩及びリグニンスルホン酸塩との縮合生成物の塩であり、ナフタレンホルムアルデヒド縮合体のスルホン酸ナトリウム、例えばMORWET^R D 4 2 5 (Witco、ヒューストン、テキサス)、LOMAR^R PW (Hankel、シンシナティー、オハイオ)及びDARVAN^R 1 (R.T.Vanderbilt Co.、ノーウォーク、コネティカット)が最も好ましい。

40

【0022】

立体安定剤は、本発明の組成物においてアリールピロール粒子が一緒に粘着することを防止するために用いる。使用に適する立体安定剤は、エチレンオキシドの重合体並びにエチレンオキシド及びプロピレンオキシドの共重合体、例えばエチレンオキシド/プロピレンオキシドブロック共重合体を含む。好適な立体安定剤は、ポリ(オキシエチレン)を持つ約2,400～3,500の範囲の平均分子量を有するブチル-オメガ-ヒドロキシポリ(オキシプロピレン)ブロック重合体であり、アルファ-ブチル-オメガ-ヒドロキシ-エチレンオキシド-プロピレンオキシドブロック共重合体、例えばTOXIMUL^R 8 3 2

50

0 (Stephan Chemical Co., ウィンダー、ジヨージア)、WITCONOL^R NS 500 LQ (Witco) 及び TERRGITOL^R XD (Union Carbide、ダンベリー、コネティカット) が最も好ましい。

【0023】

本発明の組成物中に用いるに適する懸濁剤は、天然及び合成粘土及びケイ酸塩、例えば天然ケイ酸塩例えはケイソウ土；ケイ酸マグネシウム例えはタルク、ケイ酸マグネシウムアルミニウム例えはアタパルジヤイト及びヒル石；並びにケイ酸アルミニウム例えはカオリナイト、モンモリロナイト及び雲母を含む。好適な懸濁剤はケイ酸マグネシウム、ケイ酸マグネシウムアルミニウム及びケイ酸アルミニウムであり、硫酸マグネシウムアルミニウム例えは VANGEL^R ES (R.T.Vanderbilt)、VEEGUM^R (R.T.Vanderbilt) 10、VEEGUM^R T (R.T.Vanderbilt) 及び GELWHITE^R (Southern clay Products、ゴンザレス、テキサス) が最も好ましい。

【0024】

本発明の懸濁濃厚剤組成物に有用である糊剤は、天然糊剤、例えはキサンタンゴム、カラゲーナン、ペクチン、アラビアゴム、グアゴムなど；半合成糊剤、例えはセルロースまたはでん粉誘導体のメチル化生成物、カルボキシアルキル化生成物及びヒドロキシアルキル化生成物；並びに合成糊剤、例えはポリアクリレート、ポリマレイネット及びポリビニルピロリドンを含み、キサンタンゴム例えは KELZAN^R (Kelco、サンディエゴ、カルフォルニア) 及び RHODOPOL^R 23 (Rhone-Poulenc、クランベリー、ニュージャージー) が好適な糊剤である。 20

【0025】

本発明に用いる際に適する凍結防止剤は、グリコール類、例えはプロピレングリコール、エチレングリコールなどを含み、プロピレングリコールが好ましい。適当な消泡剤はシリコーン油のエマルジョン、脂肪アルコールのエマルジョンなどを含む。本発明に用いる際に適する保存剤は、1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、エピクロロヒドリン、フェニルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、ホルムアルデヒド組成物などを含み、1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オンが好ましい。

【0026】

本発明の懸濁濃厚剤組成物は、通常、所望のアリールピロール化合物、分散剤、立体安定剤、懸濁剤、凍結防止剤及び水を、均一な混合物が得られるまで混合し、次にアリールピロール化合物粒子が約0.5~4 μmの容積平均直径を有するミル・ベースを得るために均一な混合物をミリングすることにより製造し得る。次に水中の糊剤及び水の混合物をミル・ベースに加え、そして混合を続けて本発明の所望の懸濁濃厚剤組成物を得る。 30

【0027】

本発明の懸濁濃厚剤組成物は好ましくは約pH5~pH9、より好ましくは約pH6~pH8のpH値を有する。本発明の組成物を緩衝するのに用いるに適する酸は塩酸、リン酸、硫酸、酢酸、プロピオン酸などを含み、酢酸が好ましい。本発明を更に理解するために、次の実施例を示し、本発明を更に詳細に説明する。本発明は特許請求の範囲に定義される以外はこれによつて限定されるものではない。

【0028】

【実施例】

実施例1

懸濁濃厚剤組成物の製造

プロピレングリコール(331g)、17%1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン溶液 (PROXEL^R GXL、ICI Americans) (6.35g)、30%シリコーンエマルジョン (AF 30 IND、Hercros Chemical Co.) (29.9g)、-ブチル-ヒドロキシエチレンオキシド/プロピレンオキシドブロツク共重合体 (TOXIMUL^R 8320、Stepan Chemical Co.) (132.5g)、ナフタレンホルムアルデヒド結合体のスルホン酸ナトリウム (MORWET^R D425、Witco) (44g)、ケイ酸マグネシウムアルミニウム (VANGEL^R ES、R.T.Vanderbilt) (22.2g) 及び 4 - 50

プロモ - 2 - (p - クロロフェニル) - 1 - (エトキシメチル) - 5 - (トリフルオロメチル) ピロール - 3 - カルボニトリル (1.542 g, 90% 現実) を順次攪拌しながら水 (976 g) に加えた。生じた混合物を均一になるまで攪拌し、そしてウェット・ミリング装置に通し、アリールピロール粒子が約 1.5 μm の容積平均直径を有するミル・ベースを得た。ミル・ベースを容器中に充填し、攪拌し、そして酢酸を用いて pH 値を pH 6.5 ~ pH 7.2 に調整した。キサンタンゴム (6.8 g) 、 17% 1,2 - ベンズイソチアゾリン - 3 - オン溶液 (PROXEL^R GXL, ICI Americans) (0.45 g) 及び水 (654.75 g) から製造した 1% キサンタンゴムゲル (662 g) 並びに水 (659 g) を pH を調整したミル・ベースに加え、そして混合を続けて表 II 中の組成物 1 として示される所望の懸濁濃厚剤組成物を得た。

10

【 0029 】

表 I に示される成分を用いる以外は本質的に同様の方法を用い、表 II 中の組成物 2 ~ 2 1 として示される懸濁濃厚剤組成物を製造することができた。

【 0030 】

表 Iアリールピロール化合物

- a. 4-ブロモ-2-(p-クロロフェニル)-1-(エトキシメチル)-5-(トリフルオロメチル)ピロール-3-カルボニトリル
 b. 1-ベンゾイル-4-ブロモ-2-(p-クロロフェニル)-5-(トリフルオロメチル)ピロール-3-カルボニトリル
 c. 4-クロロ-2-(p-クロロフェニル)-1-(エトキシメチル)-5-(トリフルオロメチル)ピロール-3-カルボニトリル

10

分散剤

- d. ナフタレンホルムアルデヒド縮合体のスルホン酸ナトリウム (MORWET RD 425)
 e. リグニンスルホン酸のナトリウム塩

立体安定剤

- f. アルファ-アーブチル-オメガ-ヒドロキシ-エチレンオキシド-プロピレンオキシドプロック共重合体 (TOXIMUL R 8320)
 g. エチレンオキシド/プロピレンオキシドプロック共重合体 (PLURONIC R P 104, BASF Corp., ウィンドツテ、ミシガン)

20

懸濁剤

- h. ケイ酸マグネシウムアルミニウム (VANGEL RES)
 i. 合成粘土 (LAPONITE RD, ラポーテ、ローリングメドウズ、イリノイ)

30

糊剤

- j. キサンタンゴム (KELZAN^R)
 k. キサンタンゴム (RHODOPOL R 23)

凍結防止剤

- l. プロピレングリコール
 m. エチレングリコール

消泡剤

- n. 30%シリコーンエマルジョン (AF 30 IND)

40

保存剤

o. 17% 1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン溶液 (PROXEL^R GX L)

酸

p. 酢酸

【0031】

【表1】

【0032】
【表2】

表 11

懸濁凍厚剤組成物

組成物 No.	成分 / wt/wt%								
	アリール ビロール	分散剤	立体 安定剤	懸濁剤	糊剤	凍結 防止剤	消泡剤	保存剤	酸
1 a/35	d/1.0	f/3.0	h/0.5	j/0.15	1/7.5	n/0.68	o/0.15	p/0.2	51.82
2 a/24.3	d/0.7	f/2.09	h/0.35	j/0.20	1/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	64.15
3 a/24.3	e/0.7	f/2.09	h/0.35	j/0.20	1/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	64.15
4 a/24.3	d/0.7	g/2.09	h/0.35	j/0.20	1/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	64.15
5 a/24.3	e/2.0	g/1.5	h/0.35	j/0.20	m/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	63.44
6 a/24.3	e/2.0	g/1.5	i/0.35	j/0.20	m/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	63.44
7 a/24.3	e/2.0	g/1.5	h/0.35	k/0.20	m/7.5	n/0.47	o/0.10	p/0.14	63.44
8 a/24.3	d/1.5	f/3.3	i/0.5	k/0.23	1/7.5	n/0.75	o/0.10	p/0.15	61.67
9 a/35	e/1.0	f/3.0	h/0.5	j/0.15	1/7.5	n/0.68	o/0.15	p/0.2	51.82
10 a/35	d/1.0	g/3.0	h/0.5	j/0.15	1/7.5	n/0.68	o/0.15	p/0.2	51.82
11 a/35	e/0.9	g/1.5	h/0.5	j/0.15	m/7.5	n/0.5	o/0.15	p/0.2	53.50

(10)

JP 3914275 B2 2007.5.16

表 I I (続き)
懸濁濃厚剤組成物

組成物 No.	アリール ピロール	立体 分散剤	安定剤	懸濁剤	糊剤	凍結 防止剤	消泡剤	保存剤	酸	水	成分 / wt/wt%	
											成分	成分
12	a/35	e/2.0	f/5.0	h/0.3	k/0.1	m/5.0	n/1.0	o/0.15	p/0.2	51.25		
13	a/45	e/2.0	f/5.0	h/0.3	k/0.1	m/5.0	n/1.0	o/0.15	p/0.2	41.25		
14	a/45	d/1.5	g/3.0	h/0.3	k/0.1	m/5.0	n/1.0	o/0.15	p/0.2	43.75		
15	a/12	d/0.5	f/1.7	h/1.0	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	73.85		
16	a/12	d/0.5	f/1.7	h/0.7	j/0.5	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	73.95		
17	a/17.5	d/0.5	f/2.0	h/0.7	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	68.35		
18	b/17.5	d/0.5	f/2.0	h/0.7	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	68.35		
19	b/12	d/0.5	f/1.7	h/1.0	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	73.85		
20	c/17.5	d/0.5	f/2.0	h/0.7	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	68.35		
21	c/17.5	d/0.5	f/2.0	h/0.7	j/0.3	l/10.0	n/0.3	o/0.3	p/0.05	68.35		

【0033】

実施例 2懸濁濃厚剤組成物の安定性

表 I I からの懸濁濃厚剤組成物 N o . 1 及び 2 の安定性を組成物の試料をそれぞれ 4 5 、 3 7 及び 2 5 で 3 、 6 及び 6 か月間貯蔵し、次に(1)高速液体クロマトグラフィー分析により試料から回収されたアリールピロールの%、(2) Malvern 粒径測定器を用いて試料中に存在するアリールピロール粒子の容積平均直径、及び(3) ブルツクフィー

ルド (Brookfield) 粘度計 (# 2 スピンドル、室温、60 rpm) を用いて試料の粘度を測定することにより評価した。試料から回収した%アリールピロールを測定するために用了いた方法は±2%の実験誤差を有していた。結果を表IIIに要約する。

【0034】

表III中のデータから知り得るように、本発明の懸濁濃厚剤組成物は種々の温度で長期間物理的及び化学的に安定であつた。

【0035】

【表3】

表 III

10

懸濁濃厚剤組成物の安定性

貯 藏 条 件				
<u>組成物 1</u>	<u>初期</u>	<u>45°C/3か月</u>	<u>37°C/6か月</u>	<u>25°C/6か月</u>
回収された%				
アリールピロール	100.0	100.6	100.1	99.6
アリールピロール粒子 の容積平均直径(μm)	1.26	1.92	1.68	1.37
粘度(cps)	223	193	220	229
<u>組成物 2</u>				
回収された%				
アリールピロール	100.0	101.5	101.4	101.0
アリールピロール粒子 の容積平均直径(μm)	1.31	2.05	1.80	1.42
粘度(cps)	205	202	209	215

【0036】

本発明の主たる特徴及び態様は以下のとおりである。

【0037】

1. 約0.5~4 μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物約10~50重量%、分散剤約0.1~2重量%、立体安定剤約0.5~5重量%、懸濁剤約0.1~1重量%、糊剤約0.01~0.5重量%、凍結防止剤約5~15重量%、泡消剤約1重量%まで、保存剤約0.3重量%まで及び水からなる懸濁濃厚剤組成物。

40

【0038】

2. 分散剤及び立体安定剤の合計量対アリールピロール化合物の比が約1:5~1:15である、上記1に記載の組成物。

【0039】

3. 1~3 μmの容積平均直径を有する粒状アリールピロール化合物20~40重量%、分散剤0.5~1.5重量%、立体安定剤1.5~3.5重量%、懸濁剤0.1~1重量%、糊剤0.01~0.5重量%、凍結防止剤5~10重量%、消泡剤0.1~1重量%、保存剤0.01~0.3重量%及び水からなる、上記2に記載の組成物。

50

【0040】

4. 分散剤がホルムアルデヒドと多環芳香族化合物のスルホン化生成物との縮合生成物の塩であり；立体安定剤がエチレンオキシド／プロピレオキシドプロツク共重合体であり；懸濁剤がケイ酸マグネシウムアルミニウム、ケイ酸マグネシウム及びケイ酸アルミニウムよりなる群から選ばれ；糊剤がキサンタンゴム、カラゲーナン、ペクチン、アラビアゴム及びグアゴムよりなる群から選ばれ；そして凍結防止剤がグリコールである、上記1に記載の組成物。

【0041】

5. 分散剤がナフタレンのスルホン酸ナトリウムホルムアルデヒド縮合体であり、立体安定剤がアルファ - ブチル - オメガ - ヒドロキシ - エチレンオキシド - プロピレンオキシドプロツク共重合体であり、懸濁剤がキサンタンゴムであり、そして凍結防止剤がプロピレングリコールである、上記4に記載の組成物。

10

【0042】

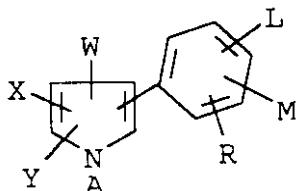
6. pH 5～pH 9のpH値を有する、上記1に記載の組成物。

【0043】

7. アリールピロール化合物が構造式

【0044】

【化3】



20

【0045】

式中、

XはH、F、C1、Br、IまたはC₁～C₄ハロアルキルであり；

YはF、C1、Br、I、C₁～C₄ハロアルキルまたはCNであり；

WはCNまたはNO₂であり；

Aは随時ハロゲン原子1～3個、シアノ1個、ヒドロキシ1個、C₁～C₄アルコキシ1個、C₁～C₄アルキルチオ1個、随時C₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシもしくはハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいフェニル1個、随時ハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいフェノキシ1個または随時ハロゲン原子1個で置換されていてもよいベンジルオキシ1個で置換されていてもよいC₁～C₄アルキル、C₁～C₄カルバルコキシメチル、随時ハロゲン原子1～3個で置換されていてもよいC₃～C₄アルケニル、シアノ、随時ハロゲン原子1個で置換されていてもよいC₃～C₄アルキニル、ジ-(C₁～C₄アルキル)アミノカルボニル、或いは随時ハロゲン原子1～3個またはC₁～C₄アルキル基1～3個で置換されていてもよいベンゾイルであり；

30

LはH、F、C1またはBrであり；

M及びRは各々独立してH、C₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシ、C₁～C₃アルキルチオ、C₁～C₃アルキルスルフィニル、C₁～C₃アルキルスルホニル、シアノ、F、C1、Br、I、ニトロ、C₁～C₃ハロアルキル、R₁CF₂Z、R₂COまたはNR₃R₄であるか、或いはM及びRはそれらが隣接する位置にある場合、それらが結合する炭素原子と一緒にになってMRが構造式：

40

-OCH₂O-、-OCF₂O-、-OCR₆R₇CR₈R₉O-、-OCH₂CH₂-、

-OCH₂CH₂CH₂- または -CH=CH-CH=CH-

を表わす環を形成することができ；

ZはS(O)_nまたはOであり；

R₁はH、F、CHF₂、CHFC1またはCF₃であり；

R₂はC₁～C₃アルキル、C₁～C₃アルコキシまたはNR₃R₄であり；

50

R_3 は H または $C_1 \sim C_3$ アルキルであり；

R_4 は H、 $C_1 \sim C_3$ アルキルまたは R_5CO であり；

R_5 は H または $C_1 \sim C_3$ アルキルであり；

R_6 、 R_7 、 R_8 及び R_9 は各々独立して水素、 ハロゲンまたは $C_1 \sim C_3$ アルキルであり； そして

n は 0、 1 または 2 の整数である、

を有する、 上記 1 に記載の組成物。

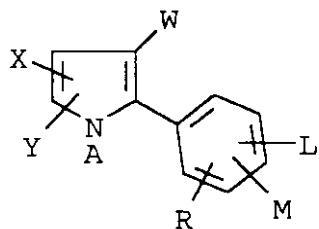
【0046】

8. 化合物が構造式

【0047】

【化4】

10



【0048】

を有する、 上記 7 に記載の組成物。

20

【0049】

9. X 及び Y が各々独立して C_1 、 B_r または CF_3 であり； W が CN であり； A が $C_1 \sim C_4$ アルコキシメチルである； L が H または F であり； M が H、 F、 C_1 または B_r であり； そして R が F、 C_1 、 B_r 、 CF_3 または OCF_3 である、 上記 8 に記載の組成物。

【0050】

10. 化合物が 4 - プロモ - 2 - (p - クロロフェニル) - 1 - (エトキシメチル) - 5 - トリフルオロメチル) ピロール - 3 - カルボニトリルである、 上記 9 に記載の組成物。

フロントページの続き

(72)発明者 クレイグ・アーレン・マーテイン

アメリカ合衆国ペンシルベニア州 19067 モリスビル・ライスドライブ 109

(72)発明者 ミミ・イー・ペイ・チヨウ・シヤフ

アメリカ合衆国ニュージャージイ州 08540 プリンストン・トールテインバースドライブ 13

合議体

審判長 原 健司

審判官 木村 敏康

審判官 天野 宏樹

(56)参考文献 特開平4-290865(JP,A)

特開昭58-124702(JP,A)

特開平5-43401(JP,A)

特開平1-104042(JP,A)

特開平4-342552(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A01N 43/36