

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2013-532142

(P2013-532142A)

(43) 公表日 平成25年8月15日 (2013.8.15)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
AO 1 N 25/28 (2006.01)	AO 1 N 25/28	4 H O 1 1
AO 1 N 39/04 (2006.01)	AO 1 N 39/04	A
AO 1 N 37/40 (2006.01)	AO 1 N 37/40	
AO 1 N 57/20 (2006.01)	AO 1 N 57/20	G
AO 1 P 13/00 (2006.01)	AO 1 N 57/20	L
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2013-514279 (P2013-514279)	(71) 出願人	501035309
(86) (22) 出願日	平成23年6月7日 (2011.6.7)		ダウ アグロサイエンシズ エルエルシ
(85) 翻訳文提出日	平成25年1月28日 (2013.1.28)		ー
(86) 国際出願番号	PCT/US2011/039376		アメリカ合衆国 インディアナ州 462
(87) 国際公開番号	W02011/156320		68, インディアナポリス, ジオンス
(87) 国際公開日	平成23年12月15日 (2011.12.15)		ヴィレ ロード, 9330
(31) 優先権主張番号	61/352, 505	(74) 代理人	100092783
(32) 優先日	平成22年6月8日 (2010.6.8)		弁理士 小林 浩
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100120134
			弁理士 大森 規雄
		(74) 代理人	100126354
			弁理士 藤田 尚
		(74) 代理人	100104282
			弁理士 鈴木 康仁
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 殺有害生物剤のスプレードリフトを制御するためのマイクロカプセル化油

(57) 【要約】

スプレーする水溶液または混合物中にマイクロカプセル化油を取り込むことによって、農薬の施用中のスプレードリフトを低減する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水性殺有害生物剤スプレー混合物の施用中のスプレードリフトを低減するための方法であって、水性殺有害生物剤スプレー混合物中に 0.01～5 パーセント v o l / v o l のマイクロカプセル化油を取り込む工程を含む方法。

【請求項 2】

殺有害生物剤スプレーが除草剤を含有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

殺有害生物剤スプレーが殺虫剤を含有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

殺有害生物剤スプレーが殺菌剤を含有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

除草剤が 2, 4-D、ジカンバ、グリホサートまたはグルホシネートの塩の少なくとも 1 つである、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

マイクロカプセル化油のカプセルが 0.1～20 μ の平均径範囲を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

組成物中に懸濁した 5～70 重量パーセントの少なくとも 1 つの殺有害生物剤および 0.05～10 重量パーセントのマイクロカプセル化油を含む、容器内プレミックス水性組成物。

【請求項 8】

殺有害生物剤が 2, 4-D、ジカンバ、グリホサートまたはグルホシネートの塩の少なくとも 1 つである、請求項 7 に記載の組成物。

【請求項 9】

マイクロカプセル化油のカプセルサイズが 0.1～1 μ である、請求項 7 に記載の容器内プレミックス水性組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水性スプレー混合物中にマイクロカプセル化油組成物を取り込むことによって、農薬の施用中のスプレードリフトを低減するための新規な方法に関する。

【背景技術】

【0002】

経済的かつ利用可能な技術による農薬噴霧は、広範囲の噴霧液滴径を本質的にもたらずハイドロリックスプレーノズルを使用する。これらの噴霧液滴が、最初の望ましい施用部位からドリフトする可能性は、液滴径の関数であることが分かっており、小さな液滴ほど高いオフターゲット移動の傾向がある。多数の実地試験、風洞試験、および後の数理的予測モデルの作成を含めた著しい研究努力は、噴霧液滴径とオフターゲットドリフトの可能性との間の関係の、大幅に向上した理解をもたらしている。気象条件およびスプレーブーム高さなどの他の要因もドリフトの可能性に寄与するが、噴霧液滴径の分布が主な要因であることが分かっている。Teskeら(Teske M.E., Hewitt A.J., Valcore, D.L. 2004. The Role of Small Droplets in Classifying Drop Size Distributions ILASS Americas 17th Annual Conference: Arlington VA) は、ドリフトに寄与する噴霧液滴分布のフラクションとして < 156 ミクロン (μ) の値を報告している。Wolf (www.bae.ksu.edu/faculty/wolf/drift.htm) は、ドリフト可能なフラクションとして < 200 μ の値を引用する。したがって、おそらくドリフトに寄与する液滴径の十分な推定値は 150 μ 未満のフラクションである。

【0003】

オフターゲット移動のネガティブな結果は非常に明白であり得る。いくつかの除草剤は

10

20

30

40

50

、きわめて低い百万分率 (ppm) またはさらに十億分率 (ppb) レベルで、特定の植物種に対して非常に敏感な植物毒性を示しており、敏感な作物、果樹園および住宅地での植樹の周囲では限られた施用となる。例えば、カリフォルニア農薬規制局は、サンジョアキン渓谷中で空中施用されるプロパニル含有除草剤に関して 1 / 2 ~ 2 マイルの処理を課している。

【0004】

高分子量の、水溶性ポリマーが、液滴径を増大しそれによってドリフトを低減するタンク内混合物として、スプレー組成物に時折加えられる (例えば、WO 2008 / 101818 A2 および U. S. 6, 214, 771 B1 参照)。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、高分子量の水溶性ポリマーは完全に満足のいくものではない。高速の空中施用条件においてより明白である、ポンプシアー、ウインドシアーおよび他の性能の問題のため、それらが、多くの空中施用される除草剤タンク内混合物に対して常に働くわけではないからである。Hewitt A.J.(2003)Drift Control Adjuvants in Spray Applications:Performance and Regulatory Aspects.Proc.Third Latin American Symposium on Agricultural Adjuvants、Sao Paulo,Brazilを参照。

水性農薬スプレー混合物中にマイクロカプセル化油を取り込むことによって、施用中のスプレードリフトを低減することができることが現在分かっている。本明細書中の用語「マイクロカプセル化油」は、マイクロカプセルとマイクロカプセル内に含有される油の両方を指す。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、水性殺有害生物剤スプレー混合物の施用中のスプレードリフトを低減するための方法であって、水性殺有害生物剤スプレー混合物中に 0.01 ~ 5 パーセント v o l / v o l のマイクロカプセル化油を取り込む工程を含む方法に関する。スプレードリフトの低減は、微小噴霧液滴 (直径 < 150 μ) の生成の低減および噴霧液滴の体積メディアン径 (VMD) の増大を含めた、様々な要因に原因がある可能性がある。所与のスプレー装置、施用および条件では、また使用するマイクロカプセル化油に基づき、複数の噴霧液滴のメディアン径は、前記マイクロカプセル化油を含まない水性スプレー組成物のそれを超えて増大する。

【0007】

本発明の一実施形態は、5 ~ 70 重量パーセントの少なくとも 1 つの殺有害生物剤および 0.05 ~ 10 重量パーセントのマイクロカプセル化油を含む、水性容器内プレミックス組成物である。水性の容器内プレミックス組成物は、配合物中に懸濁したマイクロカプセル化油を含有する、溶液、エマルジョンもしくは懸濁液配合物またはこれらの混合物であることが好ましい。

【0008】

本発明のさらなる実施形態は、物理的安定性の改善された水性容器内プレミックス組成物であって、5 ~ 70 重量パーセントの少なくとも 1 つの殺有害生物剤および 0.05 ~ 10 重量パーセントのマイクロカプセル化油を含み、マイクロカプセル化油の好ましい粒子径が 0.1 ~ 1 μ、好ましくは 0.1 ~ 0.5 μ の範囲内にある、水性容器内プレミックス組成物である。水性の容器内プレミックス組成物は、配合物中に懸濁したマイクロカプセル化油を含有する、溶液、エマルジョンもしくは懸濁液配合物またはこれらの混合物であることが好ましい。

【発明を実施するための形態】

【0009】

水性農薬スプレー混合物中にマイクロカプセル化油を取り込むことによりスプレードリフトを低減するための方法は、除草剤、殺菌剤および殺虫剤を含めた、任意の殺有害生物

10

20

30

40

50

剤または作物保護剤の施用に当てはまる。この方法が当てはまる特に好ましい除草剤には、シハロホップーブチル、ペノキススラム、フルメトスラム、クロランスラムーメチル、フロラスラム、ピロキシスラム、ジクロスラム、フルロキシビル、クロピラリド、アセトクロア、トリクロピル、イソキサベン、2, 4-D、MC PA、MC PB、ジカンバ、MS MA、オキシフルオルフェン、オリザリン、トリフルラリン、アミノピラリド、アトラジン、ピクロラム、テブチウロン、ペンジメタリン、プロパニル、グリホサートおよびグルホシネートがある。この方法が当てはまる特に好ましい殺虫剤には、クロルピリホスなどのオルガノホスフェート、ハロフェノジド、メトキシフェノジドおよびテブフェノジドなどのMAC、ガンマーシハロトリンおよびデルタメトリンなどのピレスロイド、スルホキサフロアなどのスルホキシミン、ならびにスピノサドおよびスピネトラムなどの生物由来の殺有害生物剤がある。この方法が当てはまる特に好ましい殺菌剤には、マンコゼブ、マイクロブタニル、フェンブコナゾール、ゾキサミド、プロピコナゾール、キノキシフェンおよびチフルザミドがある。本発明は、除草剤、とりわけ2, 4-D、ジカンバ、グリホサートおよびグルホシネートなど敏感な作物の周囲で限られた施用に供される除草剤の施用に特に有用である。

【0010】

本発明のマイクロカプセル化油は、界面重縮合カプセル化技術の利用によって調製する。農薬活性成分の配合におけるカプセル化技術の使用は、当業者にはよく知られている。例えば、P.J.Mulqueen in, 「Chemistry and Technology of Agrochemical Formulations」, D.A.Knowles, editor, (Kluwer Academic Publishers, 1998), pages 132-147、および殺有害生物剤活性成分の配合におけるマイクロカプセル化の使用の考察に関するその中に引用された参照文献を参照。一般にマイクロカプセルは、例えば、ジイソシアネート、ポリイソシアネート、二酸クロリド、ポリ酸クロリド、スルホニルクロリド、およびクロロホルメートからなる群から選択される少なくとも1つの油溶性モノマーと、例えば、ジアミン、ポリアミン、ジオール、およびポリオールからなる群から選択される少なくとも1つの水溶性モノマーとの間の、界面重縮合によって調製することができる。典型的なマイクロカプセル配合物は、例えば、それぞれポリ尿素またはポリウレタンマイクロカプセル組成物を与えるための、イソシアネートとアミンまたはアルコールのいずれかとの間の界面重縮合から誘導することができる。

【0011】

本発明のマイクロカプセル化油は、適切な界面活性剤と水で構成される水相中の油と油溶性モノマーで構成される有機相を、最初に乳化することによって調製することができる。望ましいサイズの水中懸濁油滴を得るまで低圧または高圧均質化を使用することにより、油-水混合物を均質化することによってエマルジョンを形成することができる。次いで水溶性モノマーを混合物に加え、油滴の水-油界面で油溶性モノマーと反応させて、油滴を囲むカプセル壁を形成する。例えば、混合物が均質化する時間の長さを注意深く調節することによって、および/またはホモジェナイザーの速度もしくは圧力を調節することによって、様々なカプセルサイズ（直径）および壁厚のマイクロカプセル化油を生成することができる。同様に、モノマー、架橋剤、乳化剤、バッファーなどの量を調節して、当業者により容易に調製することができる、様々なカプセルサイズおよび壁厚を有するマイクロカプセル化配合物を作製することができる。

【0012】

本発明のマイクロカプセル化油は、平均径が0.1~20 μ の範囲であるカプセルを一般に有する。この範囲の下限サイズは、如何なる著しい追加的な性能の利点も実現しない非常に小さなカプセル（平均径<0.1 μ ）の調製の相対的難易度または実行不能に基づき、一方この範囲の上限サイズは、大きなサイズのカプセル（平均径>20 μ ）の懸濁液は、クリームを形成するそれらの傾向により証明されるように物理的安定性の問題を有し得るという、当技術分野の一般知識に基づく。

【0013】

本発明のマイクロカプセル化油のポリマーカプセル壁は、マイクロカプセルおよびその

油含有物の全重量の0.5～20重量パーセントを含み得る。

【0014】

本発明のマイクロカプセル化油において使用する油は、それだけに限られないが、トルエン、キシレン、他のアルキル化ベンゼンなどのベンゼン、およびナフタレン誘導体由来する芳香族炭化水素；例えばヘキサン、オクタン、シクロヘキサンなどの脂肪族炭化水素；脂肪族またはイソパラフィン系、および芳香族炭化水素と脂肪族炭化水素の混合物から誘導された鉱油；ハロゲン化芳香族または脂肪族炭化水素などの1つまたは複数の石油蒸留物；例えばダイズ油、ナタネ油、オリーブ油、ヒマシ油、ヒマワリ種子油、ココナッツ油、コーン油、綿実油、アマニ油、パーム油、ピーナッツ油、ベニバナ油、ゴマ油、桐油などの植物、種子または動物油、および植物、種子または動物油に由来する $C_1 \sim C_6$ モノエステル；短鎖および長鎖のジアルキルアミド、飽和および不飽和カルボン酸；芳香族カルボン酸およびジカルボン酸の $C_1 \sim C_{12}$ エステル、ならびに脂肪族および脂環式カルボン酸の $C_1 \sim C_{12}$ エステルなどの水非混和性溶媒で一般に構成される。

10

【0015】

本発明のマイクロカプセル中に含有される油は、殺有害生物剤または他の成分の担体として場合によっては使用することができる。これらの殺有害生物剤または他の成分は油中に溶解または分散させることが可能であり、殺ダニ剤、殺藻剤、摂食阻害物質、アビスイド (avicides)、殺細菌剤、鳥類駆除剤、化学不妊剤、殺菌剤、除草剤解毒剤、除草剤、昆虫誘引剤、昆虫駆除剤、哺乳動物駆除剤、交配阻害剤、軟体動物駆除剤、植物抵抗性誘導剤、植物成長調整剤、殺鼠剤、相乗剤、枯葉剤、乾燥剤、消毒剤、情報化学物質、および殺ウイルス剤から選択することができる。

20

【0016】

本発明のマイクロカプセル化油を調製するために使用する油溶性モノマーは、それだけに限られないが、ジイソシアネート、ポリイソシアネート、二酸クロリド、ポリ酸クロリド、スルホニルクロリド、およびクロロホルメートからなる群を含むことができる。好ましい油溶性モノマーは、例えば、PAPI（登録商標）27メチレンジフェニルジイソシアネート（Dow Chemical Companyの登録商標）、イソホロンジイソシアネートおよびヘキサメチレンジイソシアネートなどの、ジイソシアネートおよびポリイソシアネートである。

【0017】

油溶性モノマーと反応させ油-水界面でカプセル壁を形成するために使用することができる本発明の水溶性モノマーは、それだけに限られないが、ジアミン、ポリアミン、ジオール、およびポリオールからなる群を含むことができる。

30

【0018】

本発明のマイクロカプセル化油を調製するために使用する水溶性または分散性界面活性剤は、1つまたは複数の界面活性剤を含むことができる。界面活性剤は、アニオン性、カチオン性または非イオン性の性質であってよく、乳化剤、湿潤剤、分散剤として、または他の目的で利用することができる。本発明のカプセルを調製するために使用する界面活性剤の選択は、スプレードリフトを低減する際のそれらの性能に重要であることも示されている。適切な界面活性剤には、例えばKraftsperser 25Mなどのリグノスルホネート、例えばAtlox 4913などのポリメチルメタクリレート-ポリエチレングリコールグラフトコポリマー、および例えばTergitol 15-S-7などのアルコールエトキシレートがあるが、これらだけには限られない。

40

【0019】

本発明のマイクロカプセル化油は、希釈した殺有害生物剤配合物とタンク内で直接混合することによって、水性殺有害生物剤スプレー混合物中に取り込ませることが可能である。マイクロカプセル化油は、最終スプレー体積の0.01～5体積パーセント、好ましくは最終スプレー体積の0.05～1.0体積パーセント、最も好ましくは最終スプレー体積の0.05～0.2体積パーセントの濃度で、水性スプレー混合物中に取り込まれる。

【0020】

50

本発明の方法は、空中施用と地上施用の両方において、殺有害生物剤スプレーのオフターゲット移動を低減する。

【0021】

最適な噴霧液滴径は、組成物を使用する適用例に依存する。液滴が大きすぎる場合、スプレーによる到達範囲は狭くなる。すなわち大きな液滴は特定の領域に着地し、一方で間の領域は、ほとんどまたは全くスプレー組成物を得ることはない。許容可能な最大の液滴径は、単位面積当たりに施される組成物の量およびスプレー到達範囲における均一の必要性に依存し得る。小さな液滴ほどより均一な到達範囲をもたらすが、スプレー中にドリフトする傾向がより高い。スプレー中に特に風が強い場合、大きな液滴が好ましい可能性があり、一方穏やかな日ほど、小さな液滴が好ましい可能性がある。

10

【0022】

噴霧液滴径は、スプレー装置、例えばノズルのサイズおよび形状にも依存し得る。いずれにしても、所与のスプレー装置、施用および条件では、また使用するマイクロカプセル化油に基づき、複数の噴霧液滴のメディアン径は、前記マイクロカプセル化油を含まないスプレー組成物のそれを超えて増大する。

【0023】

前述の方法に加えて、本発明は、5～70重量パーセント、好ましくは20～60重量パーセントの少なくとも1つの殺有害生物剤、および0.05～10重量パーセントのマイクロカプセル化油を含む、水性容器内プレミックス組成物も包含する。水性容器内プレミックス組成物は、配合物中に懸濁したマイクロカプセル化油を含有する、溶液、エマルジョンもしくは懸濁液配合物またはこれらの混合物であることが好ましい。水性容器内プレミックス組成物において利用することができる好ましい殺有害生物剤には、除草剤2, 4-D、アミノピラリド、トリクロピル、ピクロラム、ジカンバ、グリホサートおよびグルホシネート、ならびにこれらの誘導体がある。

20

【0024】

本発明のさらなる実施形態は、物理的安定性の改善された水性容器内プレミックス組成物であって、5～70重量パーセント、好ましくは20～60重量パーセントの少なくとも1つの殺有害生物剤、および0.05～10重量パーセントのマイクロカプセル化油を含む、水性容器内プレミックス組成物である。水性の容器内プレミックス組成物は、配合物中に懸濁したマイクロカプセル化油を含有する、溶液、エマルジョンもしくは懸濁液配合物またはこれらの混合物であることが好ましい。安定性の改善された水性容器内プレミックス組成物は、0.1～1 μ 、好ましくは0.1～0.5 μ の平均径を有するマイクロカプセルで構成される。この組成物は、1 μ を超える平均径の油のマイクロカプセルを含有する組成物または乳化油を含有する組成物と比較して、改善された物理的安定性を示す。

30

【0025】

場合によっては、本発明の組成物は界面活性剤を含有することができる。界面活性剤は、アニオン性、カチオン性または非イオン性の性質であってよい。典型的な界面活性剤には、ラウリル硫酸ジエタノールアンモニウムなどのアルキル硫酸塩；ドデシルベンゼンスルホン酸カルシウムなどのアルキルアリアルスルホネートの塩；ノニルフェノール-C₁₈エトキシレートなどのアルキルおよび／またはアリアルアルキルフェノールアルキレンオキシド付加物；トリデシルアルコール-C₁₆エトキシレートなどのアルコールアルキレンオキシド付加物；ステアリン酸ナトリウムなどの石鹸；ジブチルナフタレンスルホン酸ナトリウムなどのアルキルナフタレンスルホン酸塩；ナトリウムジ(2-エチルヘキシル)スルホサクシネートなどのスルホサクシネート塩のジアルキルエステル；ソルビトールオレエートなどのソルビトールエステル；ラウリルトリメチルアンモニウムクロリドなどの第四級アミン；エトキシ化獣脂アミンなどのエトキシ化アミン；ココアミドプロピルベタインなどのベタイン系界面活性剤；ステアリン酸ポリエチレングリコールなどのポリエチレングリコール脂肪酸エステル；エチレンオキシドとプロピレンオキシドのブロックコポリマー；モノおよびジアルキルリン酸エステルの塩；およびこれらの混合物

40

50

がある。界面活性剤または界面活性剤の混合物は、配合物の1～20重量パーセントの濃度で通常存在する。

【0026】

前述の組成物に加えて、本発明は、1つまたは複数の追加的な適成分を含有する組成物も包含する。これらの追加的な成分は、例えば、組成物中に溶解もしくは分散し得るまたは本発明のマイクロカプセル化油中に溶解もしくは分散し得る、1つまたは複数の殺有害生物剤または他の成分を含むことができ、それらは殺ダニ剤、殺藻剤、摂食阻害物質、アビサイド (avicides)、殺細菌剤、鳥類駆除剤、化学不妊剤、殺菌剤、除草剤解毒剤、除草剤、昆虫誘引剤、昆虫駆除剤、哺乳動物駆除剤、交配阻害剤、軟体動物駆除剤、植物抵抗性誘導剤、植物成長調整剤、殺鼠剤、相乗剤、枯葉剤、乾燥剤、消毒剤、情報化学物質、および殺ウイルス剤から選択することができる。さらに、例えば色素、安定剤、芳香剤、粘度低減添加剤、および凝固点降下剤などの、機能的有用性をもたらす任意の他の追加的な成分を、これらの組成物中に含めることが可能である。

10

【0027】

以下の実施例は本発明を例示する。

【実施例1】

【0028】

Silversonホモジェナイザーを使用して、132.68gのメチルソイエートおよび13.95gのPAPI (登録商標) 27メチレンジフェニルジイソシアネート (Dow Chemical Companyの登録商標) で構成される有機相を、30.0gのAtlox (登録商標) 4913ポリマー性界面活性剤 (Croda Inc.の登録商標)、7.50gのTergitol (登録商標) 15-S-7非イオン性界面活性剤 (Dow Chemical Companyの登録商標)、0.39gのProxel (登録商標) GXL防腐剤 (Arch Chemicals Inc.の登録商標) および112.13gの脱イオン水で構成される水相に乳化した。生成した粗製エマルジョンは、800～1200バール (80,000～120,000kPa) においてNiro高圧ホモジェナイザーに2回通した。次いでポリ尿素カプセル壁を、適度に攪拌しながら3.33gの10%水性エチレンジアミン溶液を加えることにより形成した。生成したカプセル懸濁液の体積メディアン粒径は、Malvern Mastersizer 2000レーザー回折式粒度分布測定装置を使用し測定して0.34μであった。

20

30

【0029】

3.68gの前述のメチルソイエートカプセル懸濁液に、順に：0.85gの脱イオン水、10.66gの2,4-Dジメチルエタノールアンモニウム (DMEA) 塩溶液 (53.6% a. e.)、および14.27gのグリホセートジメチルアンモニウム (DMA) 塩溶液 (42.2% a. e.) を加えて、完全な混合後、クリーム状のオフホワイトのエマルジョンを生成し、これは実験台上での長期の保存後 (30日間) 相分離しなかった。

【0030】

メチルソイエート/2,4-D DMEA/グリホセートDMA濃縮物の2wt%水溶液を、そのスプレー性能を試験するために調製した。40psiにおいてTeejet 8002フラットファンノズルを使用して溶液をスプレーし、噴霧液滴径の分布測定はSympatecレーザー回折式粒度分布測定装置を用いて実施した。ノズルの先端は、Sympatecのレーザービームの経路上12インチの所に位置した。ドリフト性微粒子の割合は、150μ未満の噴霧液滴の体積パーセントとして表した。これらの結果を、脱イオン水対照の結果とともに表1に示す。

40

【0031】

【表 1】

表1

スプレーサンプル	噴霧液滴の VMD、 μ	<150 μ の ドリフト性微粒子 の体積パーセント
脱イオン水	161	45.6%
2,4-D DMEA+グリホセートDMA +メチルソイエートカプセルの 2wt%溶液	268	16.6%

10

【実施例 2】

【0032】

Silversonホモジェナイザーを使用して、340.53gのメチルソイエートおよび9.05gのPAPI（登録商標）27（Dow Chemical Companyの登録商標）で構成される有機相を、96.0gのAtllox（登録商標）4913（Croda Inc.の登録商標）、24.0gのTergitol（登録商標）15-S-7（Dow Chemical Companyの登録商標）、1.20gのProxel（登録商標）GXL（Arch Chemicals Inc.の登録商標）および358.8gの脱イオン水で構成される水相に乳化した。体積メディアン液滴径が約0.8 μ になるまで、ホモジェナイザーのスピードを増大した。次いでポリ尿素カプセル壁を、適度に攪拌しながら21.73gの10%水性エチレンジアミン溶液を加えることにより形成した。生成したカプセル懸濁液の体積メディアン粒径は0.72 μ であった。

20

【0033】

456g ae/Lの2,4-Dコリン塩と10wt%の前述のメチルソイエートマイクロカプセル懸濁液で構成される除草剤濃縮物を、以下のように調製した。サンプル用容器に、（等モル量の2,4-Dと水酸化コリンを水中で混合することによって調製した）39.91gの45.7%ae2,4-Dコリン溶液を充填した。このサンプル用容器に、4.74gの前述のメチルソイエートカプセル懸濁液（40%w/w油）を加えた。次いでサンプルを、適度な混合下で約1分間攪拌した。最後に、2.74gの脱イオン水を加え、サンプルは均質になるまで適度な混合下で約2分間攪拌して、クリーム状のオフホワイトのエマルジョンを生成し、これは実験台上での長期の保存後（30日間）相分離しなかった。

30

【0034】

前述の除草剤濃縮物の1.25%v/vのスプレー希釈溶液を次いで調製した。サンプル用容器には296.25mLの脱イオン水を最初に充填した。次いで、3.75mLの除草剤濃縮物を加えた。混合物が均質になるまで、サンプル用容器を手で軽くゆらした。次いで、希釈したスプレー溶液を、実施例1に記載したのと同じ手順および設定に従いスプレーした。結果を表2に示し、メチルソイエートカプセル懸濁液を含まない2,4-Dコリンの1.25%スプレー溶液と比較する。

40

【0035】

【表 2】

表2

スプレーサンプル	噴霧液滴の VMD、 μ	<150 μ の ドリフト性微粒子 の体積パーセント
2,4-Dコリンの1.25 %スプレー溶液	152	49.0%
2,4-Dコリン+メチ ルソイエートカプ セルの1.25%スプレ ー溶液	274	16.5%

10

【実施例 3】

【0036】

硫酸アンモニウム（AMS）入りの Ignite（登録商標）280SL 除草剤（Bayer Crop Science の登録商標、2.34 ポンド ae / グルホシネートアンモニウム 1 ガロン）のスプレー性能を、実施例 2 で調製したメチルソイエートカプセル懸濁液の添加有りまたは無しで比較した。サンプル用容器には、284.33 g の脱イオン水、15.03 g の 40% w / w の硫酸アンモニウム水溶液、および最後に 3.97 g の Ignite（登録商標）280SL を充填した。均質になるまでサンプル用容器を手で振盪した。カプセル含有スプレー溶液を作製するため、第二のサンプル用容器に、283.57 g の脱イオン水、15.03 g の 40% w / w の硫酸アンモニウム水溶液、3.97 g の Ignite（登録商標）280SL、および最後に 0.76 g の実施例 2 で調製したメチルソイエートカプセル懸濁液を充填した。均質になるまで第二のサンプル用容器を手で振盪した。次いで溶液を、実施例 1 に記載したのと同じ手順および設定に従いスプレーした。結果を表 3 に示す。

20

【0037】

【表 3】

表3

スプレーサンプル	噴霧液滴の VMD、 μ	<150 μ の ドリフト性微粒子 の体積パーセント
Ignite(登録商標)+A MSのスプレー溶液	140	54.3%
Ignite(登録商標)+A MS+メチルソイエ ートカプセルのス プレー溶液	257	19.2%

30

【実施例 4】

【0038】

Clarity（登録商標）除草剤（BASF Corporation の登録商標、4 ポンド ae / ジカンバジグリコールアミン 1 ガロン）のスプレー性能を、実施例 2 で調製したメチルソイエートカプセル懸濁液の添加有りまたは無しで比較した。サンプル用容器には、298.14 mL の脱イオン水および 1.86 mL の Clarity（登録商標）除草剤を充填した。均質になるまでサンプルを手で振盪した。カプセル含有スプレー溶液を作製するため、第二のサンプル用容器に、297.38 g の脱イオン水、2.29 g（1.86 mL）の Clarity（登録商標）除草剤、および 0.76 g の実施例 2 で調製したメチルソイエートマイクロカプセル懸濁液を充填した。均質になるまでサンプルを手で振盪した。次いで溶液を、実施例 1 に記載した手順および設定に従いスプレーした

40

50

。結果を表 4 に示す。

【 0 0 3 9 】

【表 4】

表4

スプレーサンプル	噴霧液滴の VMD、 μ	<150 μ の ドリフト性微粒子 の体積パーセント
Clarity(登録商標)のス プレー溶液	163	45.1%
Clarity(登録商標)+メチ ルソイエートカプセル のスプレー溶液	284	15.7%

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2011/039376

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. A01N25/04 A01N25/28 A01N37/40 A01N57/20 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A01N		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EP0-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2006/003897 A1 (BELL GORDON A [GB]) 5 January 2006 (2006-01-05) paragraph [0009] paragraph [0015] paragraph [0028] - paragraph [0029] paragraph [0032] - paragraph [0033] paragraph [0035]	7-9
A	WO 02/068111 A1 (SYNGENTA LTD [GB]; CASSON BRIAN DEREK [GB]; DAWSON STEPHEN [GB]; GEORG) 6 September 2002 (2002-09-06) page 2, line 8 - page 3, line 32 page 9, line 26 - line 31 ----- -/--	1-9
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
28 February 2012		08/03/2012
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 6818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer
		Staber, Brigitte

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2011/039376

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2004/098767 A1 (UNIV BEN GURION [IL]; MARKUS ARIE [IL]; LINDER CHARLES [IL]) 18 November 2004 (2004-11-18) page 1, line 6 - line 27 page 9, line 12 - line 16 page 18, line 20 - line 30 -----	1-9
A	US 6 797 673 B1 (WORTHLEY RANDALL [US] ET AL) 28 September 2004 (2004-09-28) column 3, line 36 - line 56 column 5, line 17 - line 22 -----	1-9
A	WO 2010/026127 A1 (AKZO NOBEL NV [NL]; SUN JINXIA SUSAN [US]) 11 March 2010 (2010-03-11) page 3, line 28 - page 4, line 9 -----	1-9
A	US 4 999 048 A (FREEPONS DONALD [US]) 12 March 1991 (1991-03-12) column 3, line 31 - line 52 column 4, line 40 - line 63 -----	1-9
A	STAINIER ET AL: "Droplet size spectra and drift effect of two phenmedipham formulations and four adjuvants mixtures", CROP PROTECTION, ELSEVIER SCIENCE, GB, vol. 25, no. 12, 1 December 2006 (2006-12-01), pages 1238-1243, XP005708493, ISSN: 0261-2194, DOI: 10.1016/J.CROPRO.2006.03.006 first paragraph; page 1239 -----	1-9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2011/039376

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2006003897 A1	05-01-2006	AT 390049 T AU 2003255784 A1 BR 0313687 A CN 1674782 A DE 60319991 T2 DK 1531667 T3 EP 1531667 A1 ES 2299751 T3 JP 4694838 B2 JP 2005536544 A KR 20050050093 A PT 1531667 E US 2006003897 A1 WO 2004017733 A1	15-04-2008 11-03-2004 21-06-2005 28-09-2005 17-07-2008 21-07-2008 25-05-2005 01-06-2008 08-06-2011 02-12-2005 27-05-2005 15-04-2008 05-01-2006 04-03-2004
WO 02068111 A1	06-09-2002	AT 349274 T CA 2438199 A1 DE 60217072 T2 DK 1363730 T3 EP 1363730 A1 ES 2273995 T3 JP 4384854 B2 JP 2004531372 A US 2004131691 A1 WO 02068111 A1	15-01-2007 06-09-2002 03-05-2007 07-05-2007 26-11-2003 16-05-2007 16-12-2009 14-10-2004 08-07-2004 06-09-2002
WO 2004098767 A1	18-11-2004	AU 2004236057 A1 BR PI0410210 A CA 2525263 A1 EP 1622713 A1 JP 2007528285 A KR 20060031602 A RU 2347608 C2 US 2007042182 A1 WO 2004098767 A1	18-11-2004 09-05-2006 18-11-2004 08-02-2006 11-10-2007 12-04-2006 27-02-2009 22-02-2007 18-11-2004
US 6797673 B1	28-09-2004	NONE	
WO 2010026127 A1	11-03-2010	AR 074972 A1 AU 2009289322 A1 CN 102170781 A EP 2323481 A1 US 2011166235 A1 WO 2010026127 A1	02-03-2011 11-03-2010 31-08-2011 25-05-2011 07-07-2011 11-03-2010
US 4999048 A	12-03-1991	CA 1337159 C US 4999048 A	03-10-1995 12-03-1991

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I		テーマコード (参考)
A 0 1 P 7/04 (2006.01)	A 0 1 P	13/00	
A 0 1 P 3/00 (2006.01)	A 0 1 P	7/04	
A 0 1 N 25/04 (2006.01)	A 0 1 P	3/00	
	A 0 1 N	25/04	1 0 2
	A 0 1 N	25/04	1 0 1

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

- (72)発明者 ウィルソン, ステファン
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 7 7, ジオンスヴィル, シュガーブッシュ ドライヴ 7 7 6
- (72)発明者 ダウナー, ブランドン
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 1 4 0, グリーンフィールド, キャップストーン ドライヴ 1 4 4 8
- (72)発明者 キン, クィデ
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 7 4, ウェストフィールド, ラマナ プレイス 1 3 1 7 9
- (72)発明者 リウ, レイ
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 3 2, カーメル, ブルックミル コート 1 5 0 1
- (72)発明者 タンク, ホルガー
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 7 7, ジオンスヴィル, ハンティントン ウッズ ポイント 1 1 7 2
- (72)発明者 リ, メイ
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 7 4, ウェストフィールド, カニンガム ドライヴ 1 3 6 7 9
- (72)発明者 ウーズ, デイヴィッド
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 2 5 6, インディアナポリス, モッキングバード レーン 8 3 1 5
- (72)発明者 チャン, ホン
アメリカ合衆国 インディアナ州 4 6 0 3 2, カーメル, ダートマウス ストリート 9 1 5 - 3 5 8

Fターム(参考) 4H011 AA01 AB01 AC01 BA01 BB06 BB17 BC06 BC22 DA06 DA15
DA16