(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[6]
A01N 25/30

(45) 공고일자 2004년07월16일
(11) 등록번호 10-0429325
(24) 등록일자 2004년04월16일

(21) 출원번호 10-1996-0041319
(22) 출원일자 1996년09월20일

(65) 공개번호 10-1997-0014565
(43) 공개일자 1997년04월28일

(30) 우선권주장 95-269469 1995년09월21일 일본(JP)

(73) 특허권자 이시하라 산교 가부시끼가이샤
일본 오오사까시 니시꾸에 도보리1쪼메3방15고

(72) 발명자 마에다 마사루
일본 시가켄 구사쓰시 니시시부카와 2초메 3반 1고

(74) 대리인 이병호

심사관 : 신동환

(54) 과립형제초조성물

요약

1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-트리플루오로메틸-2-피리딜설포닐)우레아 또는 이의 염을 제초 활성 성분으로서 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물을 기술하고 있다.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 제초 활성 성분으로서 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-트리플루오로메틸-2-피리딜설포닐)우레아(관용명: 플라자설푸론, 이하에서는 간단히 '화합물 A'라 함) 또는 이의 염을 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물에 관한 것이다.

JP-A 제5-271021호에는 화합물 A 또는 이의 염과 글루포시네이트, 비알라포스, 글리호세이트 및 이의 염으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 활성 성분으로서 포함하며, 무기 마그네슘 염이 첨가된 개선된 제초 조성물이 기술되어 있다(본원에서 사용된 용어 'JP-A'는 '미심사 공개된 일본 공개특허공보'를 의미한다). 개선된 제초 조성물을 물로 희석시켜 분무하면, 분무액 중의 활성 성분은 안정화되고 분무액의 산성도가 개선되며, 제제의 흡수성이 무기 마그네슘염의 첨가에 의해 억제된다. 즉, JP-A 제5-271021호는 화합물 A의 저장 안정성이 특정의 화학적 안정화제를 사용함으로써 향상된 본 발명의 과립형 제초 조성물을 기술하거나 제안한 바 없다.

한편, 경작지(예: 밭, 과수원, 상전 등) 및 비경작지(예: 산림지, 공장지대, 잔디밭 등)에서 사용하기 위한 대부분의 제초제는 분무하기 전에 물로 희석하여 사용하는 제형(예: 습윤성 산제, 유화성 농축제 및 액제)이다. 이러한 제초제를 사용하여 잡초를 제거하는 전체 공정이 수행되는 동안, 물을 확보하여 운송하고, 분무액 제조 등을 위하여 비교적 긴

시간과 많은 노동력이 필요하다. 따라서, 산 뿐만 아니라 평지에 분무하는 경우에도 살포 면적이 증가함에 따라 더 많은 시간과 노동력이 필요하다. 이러한 노동력을 감소시키기 위해, 제초제를 물로 희석시키는 방법 자체가 재고되어야 할 실정이다.
따라서, 물로 희석시킬 필요가 없는 미립자형과 같은 다수의 과립형 제초 조성물이 개발되었다. 화합물 A를 제초 활성 성분으로서 포함하는 과립형 제초 조성물을 제형화함으로써 개선된 과립형 제초 조성물을 제공하려는 시도가 있었으나, 조성물 속에서의 화합물 A의 저장 안정성 문제가 여전히 남아있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이러한 상황하에서, 본 발명자들은 화합물 A의 저장 안정성을 고려하면서 매우 우수한 과립형 제초 조성물을 발견하기 위해 심도 깊은 연구를 수행하였다. 그 결과로서, 본 발명이 완성되었다.
즉, 본 발명은 제초 활성 성분으로서 화합물 A 또는 이의 염을 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물에 관한 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 과립형 제초 조성물에서 제초 활성 성분으로서 사용되는 화합물 A의 염의 예에는 알칼리 금속(예: 나트륨, 칼륨 등)의 염, 알칼리 토금속(예: 마그 네슘, 칼슘)의 염, 아민(예: 모노메틸아민, 모노이소프로필아민, 디메틸아민, 디이소프로필아민, 트리에틸아민 등)의 염 및 4급 암모늄 양이온(예: 트리메틸에틸암모늄 양이온, 테트라메틸암모늄 양이온)의 염이 포함된다.
본 발명에서 사용하기 위한 화학적 안정화제의 예에는 디알킬설포석시네이트 및 벤조에이트로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물이 포함된다. 디알킬설포석시네이트와 벤조에이트 중의 염의 예에는 상기한 화합물 A의 염과 유사한 것들이 포함된다. 화학적 안정화제로는 디알킬설포석시네이트와 벤조에이트의 혼합물, 나트륨 디알킬설포석시네이트 또는 나트륨 벤조에이트가 바람직하고, 나트륨 디알킬설포석시네이트와 나트륨 벤조에이트의 혼합물이 더욱 바람직하다.
본 발명에서 사용하기 위한 담체의 예에는 규조토, 소석회, 탄산칼륨, 활석, 화이트 카본(white carbon), 벤토나이트, 고령토와 경운모의 혼합물, 전분, 탄산나트륨, 중탄산나트륨, 미라빌라이트, 점토, 제올라이트, 황산암모늄, 황산나트륨 및 염화나트륨이 포함된다. 이들 중에서도, 활석, 벤토나이트 및 점토가 바람직하게 사용된다. 이들 담체는 단독적으로 사용하거나, 두가지 이상이 혼합된 상태로 사용할 수 있다. 예를 들어, 활석과 벤토나이트의 혼합물 또는 배합물 또는 점토와 벤토나이트의 혼합물 또는 배합물을 사용하는 것이 바람직하다.
경우에 따라, 본 발명의 과립형 제초 조성물은 화합물 A 이외의 다수의 제형화제 또는 제초 활성 성분을 추가로 포함할 수 있다. 이들에 대해서는 아래에서 설명할 것이다.
제형화제는 과립형 제초 조성물의 물리적 특성을 개선시키기 위해 사용되는 것이다.
이의 예에는, 음이온성 계면활성제(예: 지방산 염, 알킬설포석시네이트, 폴리카복실레이트, 알킬 황산 에스테르 염, 알킬 설페이트, 알킬아릴 설페이트, 알킬디글리콜 에테르 설페이트, 알콜 황산 에스테르 염, 알킬 설포네이트, 알킬아릴 설포네이트, 아릴 설포네이트, 리그닌 설포네이트, 알킬디페닐 에테르 디설포네이트, 폴리스티렌 설포네이트, 알킬 인산 에스테르 염, 알킬아릴 포스페이트, 스티릴아릴 포스페이트, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 황산 에스테르 염, 폴리옥시에틸렌 알킬아릴 에테르 설페이트, 폴리옥시에틸렌 알킬아릴 에테르 황산 에스테르 염, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 포스페이트, 폴리옥시에틸렌 알킬아릴 인산 에스테르 염, 나프탈렌 설포네이트와 포르말린의 축합염 및 폴리아크릴산 염), 비이온성 계면활성제(예: 소르비탄 지방산 에스테르, 글리세린 지방산 에스테르, 지방산 폴리글리세라이드, 지방산 알콜 폴리글리콜 에테르, 아세틸렌 글리콜, 아세틸렌 알콜, 옥시알킬렌 블록 중합체, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬아릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 스티릴아릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 글리콜 알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 글리세린 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 수소화 피마자유 및 폴리옥시프로필렌 지방산 에스테르), 결합제(예: 전분, 덱스트린, 아라비아 고무, 젤라틴, 카복시메틸 셀룰로오즈의 나트륨 염, 메틸 셀룰로오즈, 하이드록시에틸 셀룰로오즈, 나트륨 리그닌 설포네이트, 칼슘 리그닌 설포네이트 및 하이드록시프로필 셀룰로오즈, (바람직하게는, 카복시메틸셀룰로오즈의 나트륨 염, 나트륨 리그닌 설포네이트, 칼 슘 리그닌 설포네이트 및 하이드록시프로필 셀룰로오즈), 오일 흡수제(예: 화이트 카본, 가수분해 전분, 점토, 활석, 규조토, 규조토와 석회의 가공 합성 제품, 석면, 고령토와 견운모의 혼합물, 규산칼슘, 탄산칼슘, 규산화탄산칼슘, 산 점토, 카본 블랙, 흑연, 펄라이트, 알루미나, 이산화티탄, 염기성 탄산마그네슘, 알루민화 규산마그네슘, 실리카¡ 알루미나 충전제 및 수화 규산마그네습), 용매[예: 에테르(예: 디옥산), 케톤(예: 사이클로헥산온, 메틸이소부틸케톤), 지방산(예: 아세트산, 부티르산), 에스테르(예: 이소프로필 아세테이트, 부틸 아세테이트), 질소 또는 황 함유 용매(예: N-메틸포름아미드, N-메틸피롤리디논, 디메틸설폭사이드, 1,3-디메틸-2-이미다졸리디논), 지방족 탄화수소(예: 노르말 파라핀, 이소파라핀 등) 및 방향족 탄화수소(예: 벤젠, 알킬벤젠, 나프탈렌, 알킬나프탈렌, 디페닐, 페닐크실릴에탄 등)] 및 유기산[예: (무수)시트르산, 벤조산 및 벤젠설폰산]이 포함된다. 이들 제형화제는 단독적으로 또는 두가지 이상이 혼합된 상태로 사용할 수 있다.
화합물 A 이외의 제초 활성 성분은 하기의 성분들(관용명으로 표기됨)을 포함한다. 이들은 단독적으로 또는 두가지 이상이 혼합된 상태로 사용할 수 있다.
(1) 내생 옥신의 활성과 유사한 성능을 지님으로 인해 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예:페녹시 화합물(예: 2,4-D, MCPA, MCPB 및 나프로아닐리드), 방향족 카복실산 화합물(예: 2,3,6-TBA, 디캄바 및 피클로람) 및 기

타 화합물(예: 베나졸린 및 퀸클로락)],
(2) 식물의 광합성계를 억제함으로써 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예: 우레아 화합물(예: 디우론, 리누론, 이소프로투론 및 메토벤주론), 트리아진 화합물(예: 시마진, 아트라진, 아트라톤, 시메트린, 프로메트린, 디메타메트린, 메트리부진 및 테르부틸라진), 우라실 화합물(예: 브로마실 및 레나실), 아닐리드 화합물(예: 프로파닐 및 시프로미드), 카바메이트 화합물(예: 스웹 및 펜메디팜), 하이드록시벤조니트릴 화합물(예: 브로모크시닐 및 이옥시닐) 및 기타 화합물(예: 피리데이트 및 벤타존)],
(3) 산소 활성화 및 산소 환원에 의해 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 4급 암모늄 염 화합물(예: 파라쿼트 및 디쿼트),
(4) 식물의 클로로필 생합성을 억제하고 식물 체내에 막 지질의 광산화제를 비정상적으로 축적시킴으로써 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예:디페닐 에테르 화합물(예: 니트로펜, 클로메톡시펜, 바이페녹스, 아시플루오르펜-나트륨 및 포메사펜), 사이클릭 이미드 화합물(예: 클로르프탈림, 플루미옥사딘 및 플루미클로락-펜틸) 및 기타 화합물(예: 옥사디아존, 설펜트라존, 티디아지민 및 에틸 2-클로로-5-(4-클로로-5-디플루오로메톡실-1-메틸피라졸-3-일)-4-플루오로페녹시아세테이트)(참조: Proceedings of 21st Meeting of Pesticide Science Society of Japan, pp. 70-71)],
(5) 식물의 색소(예: 캐로테노이드) 생합성을 억제함으로 인한 표백 효과를 특징으로 하여 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예: 피리다지논 화합물(예: 노르플루라존 및 메트플루라존), 피라졸 화합물(예: 피라졸레이트, 피라졸옥시펜 및 벤조페납) 및 기타 화합물(예: 플루리돌, 플루르타몬, 디플루페니 칸, 메톡시페논, 클로마존, 설코트리온, 이속사플루톨 및 디펜조쿼트)],
(6) 특히 잔디 잡초에 대해 제초 효과를 나타내는 성분[예: 아릴옥시페녹시 프로피온산 화합물(예: 디클로폼-메틸, 피리페놉-나트륨, 플루아지폽-부틸, 할록시폽-메틸, 퀴잘로폽-에틸 및 사이할로폽-부틸) 및 사이클로헥산디온 화합물(예: 알록시딤-나트륨, 클레토딤, 세톡시딤 및 트랄콕시딤)],
(7) 식물의 아미노산 생합성을 억제함으로써 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예: 설포닐우레아 화합물(예: 클로리무론-에틸, 설포메투론-메틸, 프리미설푸론-메틸, 벤설푸론-메틸, 클로르설푸론, 메트설푸론-메틸, 시노설푸론, 피라조설푸론-에틸, 아짐설푸론, 리무설푸론, 니코설푸론, 이마조설푸론, 사이클로설파무론, 프로설푸론, 플루피르설푸론, 트리설푸른-메틸 및 할로설푸론-메틸), 트리아졸로피리미딘설폰아미드 화합물(예: 플루메트설람 및 메토설람), 이미다졸리논 화합물(예: 이마자피르, 이마제타피르, 아마자퀸, 이마자목스, 이마자메트 및 이마자메타벤즈), 피리미디닐살리사이클릭산 화합물(예: 피리티오백-나트륨, 비스피리백-나트륨 및 피리미노백-메틸) 및 기타 화합물(예: 글리포세이트-암모늄, 글리포세이트-이소프로필아민, 글루포시네이트-암모늄 및 비알라포스)],
(8) 식물의 세포 분화를 억제함으로써 제초 효과를 나타내는 것으로 간주되는 성분[예: 디니토로아닐린 화합물(예: 트리플루랄린, 오리잘린, 니트랄린 및 펜디메탈린), 유기 인 화합물(예: 아미프로포스-메틸, 부타미포스, 아닐로포스 및 피페로포스), 페닐카바메이트 화합물(예: 클로르프로팜 및 바르반), 쿠밀아민 화합물(예: 다이무론, 쿠밀루론 및 브로모부타이드) 및 기타 화합물(예: 아술람 및 디티오피르)] 및
(9) 식물의 단백질 생합성 또는 지질 생합성을 억제함으로써 제초 활성을 나타내는 것으로 간주되는 성분[예: 티오카바메이트 화합물(예: EFTC, 부티레이트, 몰리네이트, 디메피페레이트, 에스프로캅, 티오벤캅 및 피리부티캅), 클로로아세트아미드 화합물(예: 알라클로르, 부타클로르, 프레틸라클로르, 메톨라클로르, 테닐클로르 및 디메텐아미드) 및 기타 화합물(예: 에토벤즈아니드, 메펜아세트, 티아플루아미드, 트리디판, 카펜스트롤, 옥사지클로메폰 및 2-에틸-2-[2-(3-클로로페닐)-2,3-에폭시프로필]-인단-1,3-디온)(JP-A 제2(평)-304043호에 기재되어 있는 화합물)].
본 발명의 과립형 제초 조성물에 함유되어 있는 성분들의 혼합비는 혼합 성분들의 종류, 혼합 방법 등에 따라 좌우되므로 일반적으로 특정화할 수 없다. 그러나, 과립형 제초 조성물 총 100중량부를 기준으로 하여, 화합물 A 또는 이의 염의 양은 통상적으로 0.02 내지 1.0중량부, 바람직하게는 0.03 내지 0.6중량부이고, 화학적 안정화제의 양은 통상적으로는 0.1 내지 10.0중량부, 바람직하게는 0.5 내지 7.0중량부이며, 조성물의 나머지 부분을 주로 구성하고 있는 담체의 양은 50.0 내지 99.88중량부, 바람직하게는 60.0 내지 99.47중량부이다. 과립형 제초 조성물이 각종 제형화제 및 기타 제초 활성 성분을 추가로 포함하는 경우, 제형화제의 총량은 통상적으로는 0.1 내지 80.0중량부, 바람직하게는 0.2 내지 35.0중량부이며, 기타 제초 활성 성분의 양은 통상적으로는 0.01 내지 30.0중량부, 바람직하게는 0.02 내지 15.0중량부이다. 임의로 사용할 수 있는 각종 제형화제의 혼합비에 대해 보다 상세하게 설명하고자 한다. 계면활성제의 양은 통상적으로는 0.1 내지 10.0중량부, 바람직하게는 0.2 내지 5.0중량부이며, 결합제의 양은 통상적으로는 0.1 내지 10.0중량부, 바람직하게는 0.2 내지 5.0중량부이고, 오일 흡수제의 양은 통상적으로는 0.1 내지 50.0중량부, 바람직하게는 0.2 내지 20.0중량부이며, 용매의 양은 통상적으로 0.1 내지 10.0중량부, 바람직하게는 0.2 내지 5.0중량부이고, 유기산의 양은 통상적으로는 0.1 내지 10.0중량부, 바람직하게는 0.1 내지 5.0중량부이다.
본 발명의 과립형 제초 조성물은 공지된 방법, 예를 들면, 압출 과립화, 분무 건조 과립화, 유동화 베드 과립화, 텀블링 과립화 또는 교반 과립화에 의해 제조할 수 있다. 본 발명의 바람직한 양태들 중의 하나인 압출 과립화에 있어서는, 예를 들어, 화합물 A 또는 이의 염, 화학적 안정화제 및 담체를 임의로 각종 제형화제 및 기타 제초 활성 성분과 함께 혼합한다(이 단계에서, 모든 성분들은 단번에 한꺼번에 혼합하거나, 임의의 성분들을 일단 먼저 혼합한 다음 나머지 성분들을 첨가할 수 있다). 이어서, 수득된 혼합물을 바람직하게는 건조 연마한 후에 물로 혼련시킨다. 액체 성분들을 사용하는 경우, 이들은 혼련 단계에서 물과 함께 첨가할 수 있다. 혼련 공정이 완료된 후, 물질을 압출기를 사용하여 과립화하고, 유동화 베드 건조, 구획 트레이 건조 등에 의해 건조시킨 다음, 체질하여 과립형 제초 조성물을 수득한다. 이렇게 제조된 본 발명의 과립형 제초 조성물의 입자 크기는 통상적으로는 16 내지 100메쉬(1,000 내지 150㎛에 상응), 바람직하게는 22 내지 83메쉬(710 내지 180㎛에 상응)이다. 본 발명의 과립형 제초 조성물의 입자수는 과립형 제초 조 성물 1g당 통상적으로는 2,000 내지 30,000, 바람직하게는 3,500 내지 10,000이다. 입자 크기 및 입자수가

위에서 정의한 바와 같은 본 발명의 과립형 제초 조성물은 도포시 흩어져 날라가 버리지 않고 도포 면적 전반에 걸쳐 모두 매우 우수한 제초 효과를 제공할 수 있다.

발명의 효과

본 발명의 과립형 제초 조성물은 물로 희석시킬 필요없이 경작지(예: 밭, 과수원, 상전 등) 및 비경작지(예: 산림지, 공장지대, 잔디밭 등)에 직접 살포한다. 따라서, 흩어져 날라가 버리는 등의 문제를 일으키지 않으면서, 통상의 미립형 제초 조성물에 비해, 소량의 살포량으로 살포 면적 전반에 걸쳐 매우 우수한 제초 효과를 수득할 수 있다는 장점이 있다.

본 발명의 과립형 제초 조성물의 바람직한 양태를 다음에 기재하고자 한다:

(1) 제초 활성 성분으로서 화합물 A 또는 이의 염을 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물.

(2) 제초 활성 성분으로서 화합물 A를 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물.

(3) 제형화제로서 결합제를 추가로 포함하는 상기한 (1) 또는 (2)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(4) 기타 제초 활성 성분(들)을 추가로 포함하는 상기한 (1), (2) 또는 (3)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(5) 과립형 제초 조성물 100중량부를 기준으로 하여, 화합물 A 또는 이의 염 을 0.02 내지 1.0중량부 포함하고, 화학적 안정화제를 0.1 내지 10.0중량부 포함하며 나머지 성분이 담체를 주로 포함하는 상기한 (1) 또는 (2)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(6) 과립형 제초 조성물 100중량부를 기준으로 하여, 화합물 A 또는 이의 염을 0.02 내지 1.0중량부 포함하고, 화학적 안정화제를 0.1 내지 10.0중량부 포함하며, 결합제를 0.1 내지 10.0중량부 포함하고 나머지 성분이 담체를 주로 포함하는 상기한 (3)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(7) 과립형 제초 조성물 100중량부를 기준으로 하여, 화합물 A 또는 이의 염을 0.02 내지 1.0중량부 포함하고, 화학적 안정화제를 0.1 내지 10.0중량부 포함하며, 결합제를 0.1 내지 10.0중량부 포함하고, 기타 제초 활성 성분(들)을 0.01 내지 30.0중량부 포함하며, 나머지 성분이 담체를 주로 포함하는 상기한 (4)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(8) 화학적 안정화제가 디알킬설포석시네이트 및 벤조에이트로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물인 상기한 (1), (2), (3), (4), (5), (6) 또는 (7)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(9) 화학적 안정화제가 다케모토 오일즈 앤드 패츠 캄파니, 리미티드(Takemoto Oils and Fats Co., Ltd.)에서 제조된 뉴칼겐(Newkalgen) EX-70(상표명)인 상기한 (1), (2), (3), (4), (5), (6) 또는 (7)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(10) 담체가 활석, 벤토나이트 및 점토로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하 나 이상의 물질인, 상기한 (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7), (8) 또는 (9)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(11) 결합제가 카복시메틸 셀룰로오즈의 나트륨 염, 나트륨 리그닌 설포네이트, 칼슘 리그닌 설포네이트 및 하이드록시프로필 셀룰로오즈로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 물질인, 상기한 (3), (4), (6), (7), (8), (9) 또는 (10)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(12) 입자 크기가 16 내지 100메쉬(1,000 내지 150㎛에 상응)인 상기한 (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10) 또는 (11)에 기재된 과립형 제초 조성물.

(13) 입자수가 과립형 제초 조성물 1g당 2,000 내지 30,000인 상기한 (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11) 또는 (12)에 기재된 과립형 제초 조성물.

이제, 본 발명을 하기 실시예로 보다 상세하게 기술하고자 하나, 본 발명이 이로써 제한되는 것으로 간주되어서는 아니될 것이다. 다른 언급이 없는 한, 모든 부, 페센트, 비 등은 중량에 의한 것이다.

제형실시예 1

(1) 화합물 A 0.15부

(2) 나트륨 디옥틸설포석시네이트와 나트륨 벤조에이트의 혼합물 1.5부
(Newkalgen EX-70; Takemoto Oils and Fats Co., Ltd.)

(3) 벤토나이트(HODAKA(상표명) 10.0부
; HOJUN MINING CO., LTD 제조)

(4) 활석(Talc 3S(상표명) 88.35부
; Matsumura Sangyo Co., Ltd. 제조)

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 원심 미분쇄기(스크린: 1mm 직경)로 건식-분쇄시킨다. 이렇게 수득한 분쇄 물질을 물과 혼련하고 압출기(모델 G-72-100W; Shinei Kikai Seisakusho사 제조; 스크린:0.6mm 직경)로 과립화 한 후, 유동화 베드 건조(60℃에서 30분)하고 이어서 체질[입자 크기: 22 내지 83메쉬(710 내지 180㎛에 상응)]하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 당해 생성물의 입자수는 g당 5,100이다.

제형실시예 2 내지 6

제형실시예 1에서 기술한 방법에 따라서, 주어진 비(중량부)로 표 1에 열거된 성분들을 사용하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다.

[표 1]

	제형실시예 번호				
성분	2	3	4	5	6
화합물 A	0.15	0.15	0.15	0.1	0.1
Newkalgen EX-70	5.0	1.5	5.0	1.5	5.0
벤토나이트	10.0	25.0	25.0	25.0	25.0
활석	84.85	73.35	69.85	73.4	69.9
g당 입자	5500	4700	5300	5150	5160

표 1에 주어진 벤토나이트와 활석은 제형실시예 1에서 사용한 것과 동일하다.

제형실시예 7

(1) 화합물 A 0.1부

(2) Newkalgen EX-70 1.5부

(3) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 25.0부

(4) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 71.4부

(5) 칼슘 리그닌 설포네이트[SANEKISU C(상표명) 2.0부

; Nippon Paper Co., Ltd. 제조]

상기 성분 (1) 내지 (4)를 균일하게 혼합하고 원심 미분쇄기(스크린:1mm 직경)를 사용하여서 건식 분쇄한다. 이렇게 수득한 분쇄 물질을 성분(5)을 함유하는 물과 혼련하고 제형실시예 1에서와 동일한 압출기(스크린: 0.6mm 직경)로 과립화하고, 유동화 베드 건조(60℃에서 30분)하고 이어서 체질[입자 크기: 22 내지 83메쉬(710 내지 180㎛에 해당)]하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 5,200이다.

제형실시예 8

활석의 양을 71.4부 내지 72.65부로 다양하게 하고 사네키수 C(SANEKISU C) 2.0부를 하이드록시프로필 셀룰로즈 0.75부로 대체하는 것을 제외하고는 제형실시예 7의 방법을 반복하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 5,100이다.

제형실시예 9

(1) 화합물 A 0.05부

(2) Newkalgen EX-70 1.5부

(3) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 15.0부

(4) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 82.95부

(5) 무수 시트르산 0.5부

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 제형실시예 1에서와 동일한 방법으로 가공하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 6,400이다.

제형실시예 10

화합물 A의 양을 0.05부 내지 0.15부로 다양하게 하고 활석의 양을 82.95부 내지 82.85부로 다양하게 하는 것을 제외하고는 제형실시예 9의 방법을 반복하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 4,800이다.

제형실시예 11

화합물 A의 양을 0.05부 내지 0.1부로, 벤토나이트의 양을 15.0부 내지 25.0부로, 활석의 양을 82.95부 내지 72.9부로 다양하게 하는 것을 제외하고는 제형실시예 9의 방법을 반복하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 5,400이다.

제형실시예 12 내지 16

제형실시예 1 내지 7에 기술한 방법에 따라서, 과립형 제초 조성물은 주어진 비(중량부)로 표 2에 열거된 성분들을 사용하여서 제조한다.

[표 2]

	제형실시예 번호				
성분	12	13	14	15	16
화합물 A	0.02	0.3	0.3	0.1	0.3
Newkalgen EX-70	0.5	10.0	10.0	1.5	1.5
벤토나이트	40.0	30.0	30.0	25.0	25.0
활석		59.7	48.7	73.3	72.2
점토	59.48				
사네키수 C			5.0		
카복시메틸 셀룰로즈의 나트륨 염				0.1	
라벨린(Laveline) FAN					1.0
글루포시네이트			6.0		
입자 크기:					
(메쉬)	22-100	18-83	22-83	30-100	22-83
(㎛)	710-150	850-180	710-180	500-150	710-180
g당 입자수	4000-7000	3000-5000	4000-6000	7000-9000	4000-6000

표 2에 수록된 '라벨린(Laveline) FAN(상표명)'은 나트륨 나프탈렌설포네이 트와 포르말린의 축합물을 포함하는 제품이다(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조).

제형실시예 17

(1) 화합물 A 0.1부

(2) Newkalgen EX-70 10.0부

(3) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 25.0부

(4) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 64.9부

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 제형실시예 1에서와 동일한 방법으로 가공하여 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 4,000 내지 6,000이다.

제형실시예 18

(1) 화합물 A 0.1부

(2) 나트륨 디옥틸설포석시네이트 1.5부

(GEROPON SDS(상표명); Rhone-poulenc 제조)

(3) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 25.0부

(4) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 73.4부

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 제형실시예 1에서와 동일한 방법으로 가공하여 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 4,000 내지 6,000이다.

제형실시예 19

GEROPON SDS의 양을 1.5부 내지 5.0부로, 활석의 양을 73.4부 내지 69.9부로 변화시키는 것을 제외하고는 제형실시예 18의 방법을 반복하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 4,000 내지 6,000이다.

비교 제형실시예 1

(1) 화합물 A 0.1부

(2) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 25.0부

(3) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 74.9부

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 제형실시예 1에서와 동일한 방법으로 가공하여 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 5,400이다.

비교 제형실시예 2

(1) 화합물 A 0.15부

(2) 벤토나이트(제형실시예 1의 것과 동일) 26.5부

(4) 활석(제형실시예 1의 것과 동일) 73.35부

상기 성분들을 균일하게 혼합하고 제형실시예 1에서와 동일한 방법으로 가공하여서 과립형 제초 조성물을 제조한다. 본 생성물의 입자수는 g당 5,200이다.

시험 실시예 1

화합물 A의 분해율:

제형실시예 1 내지 11과 비교용 제형실시예 1 및 2에서 수득한 과립형 제초 조성물 50g을 각각 마개가 있는 유리 용기에 도입하고, 1개월 동안 50℃의 일정한 온도에서 가속화된 저장 안정성 시험을 실시한다. 예정된 기간후, 화합물 A의 분해율을 HPLC로 측정한다. 표 3은 그 결과를 나타낸 것이다.

[표 3]

제형실시예 번호	화합물 A의 분해율(%) 2주일 후	1개월 후
1	1.8	5.3
2	0.5	-0.3
3	2.5	0.3
4	2.4	0.0
5	2.5	4.1
6	1.7	-0.6
7	-2.6	3.8
8	4.3	1.8
9	1.9	1.6
10	2.5	3.8
11	-0.5	2.7
비교 실시예 1	60.0	-
비교 실시예 2	62.5	79.3

표 3의 결과들은 화학적 안정화제를 함유하는 본 발명의 과립형 제초 조성물(제형실시예 1 내지 11)이 임의의 화학적 안정화제를 함유하지 않은 과립형 제초 조성물(비교용 제형실시예 1 및 2)에 대한 저장 안정성보다 명백히 우수함을 나타낸다.

시험 실시예 2

화합물 A의 분해율:

제형실시예 17에서 수득한 과립형 제초 조성물 100g을 마개가 있는 유리 용기에 도입하고, 3개월 동안 40℃의 일정한 온도에서 가속화된 저장 안정성 시험을 실시한다. 3개월후, HPLC로 측정한 화합물 A의 분해율은 1.6%로서 이는 당해 생성물이 시험 실시예 1의 결과와 유사한 현저하게 높은 저장 안정성을 지님을 나타내는 것이다.

본 발명이 상세하게 기술되고 이의 특정 실시양태를 참조로 하고 있지만, 당해 기술 분야의 숙련가들에게는 본 발명의 취지 및 범주를 벗어나지 않으면서 다양한 변화 및 수정이 이루어질 수 있음이 명백히 인식될 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

제초 활성 성분으로서의 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-트리플루오로메틸-2-피리딜설포닐)우레아 또는 이의 염을 디알킬설포석시네이트 및 벤조에이트로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물인 화학적 안정화제 및 담체와 함께 포함하는 과립형 제초 조성물.

청구항 2.

제1항에 있어서, 입자 크기가 16 내지 100메쉬(1,000 내지 150㎛에 상응)인 과립형 제초 조성물.

청구항 3.

과립형 제초 조성물 100중량부를 기준으로 하여, 제초 활성 성분으로서의 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-트리플루오로메틸-2-피리딜설포닐)우레아 또는 이의 염 0.02 내지 1.0중량부, 디알킬설포석시네이트 및 벤조에이트로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물인 화학적 안정화제 0.1 내지 10.0중량부 및 담체 잔여량을 포함하는 과립형 제초 조성물.

청구항 4.

제3항에 있어서, 입자 크기가 16 내지 100메쉬(1,000 내지 150㎛에 상응)인 과립형 제초 조성물.

청구항 5.

제3항에 있어서, 제형화제 0.1 내지 80.0중량부를 추가로 포함하는 과립형 제초 조성물.

청구항 6.

제3항에 있어서, 제초 활성 성분으로서 페녹시 화합물, 방향족 카복실산 화합물, 베나졸린, 퀸클로락, 우레아 화 합물, 트리아진 화합물, 우라실 화합물, 아닐리드 화합물, 카바메이트 화합물, 하이드록시벤조니트릴 화합물, 피리데이트, 벤타존, 4급 암모늄 염 화합물, 디페닐 에테르 화합물, 사이클릭 이미드 화합물, 옥사디아존, 설펜트라존, 티디아지민, 에틸 2-클로로-5-(4-클로로-5-디플루오로메톡실-1-메틸피라졸-3-일)-4-플루오로페녹시아세테이트, 피리다지논 화합물, 피라졸 화합물, 플루리돈, 플루르타몬, 디플루페니칸, 메톡시페논, 클로마존, 설코트리온, 이속사플루톨, 디펜조쿼트, 아릴옥시페녹시프로피온산 화합물, 사이클로헥산디온 화합물, 설포닐우레아 화합물, 트리아졸로피리미딘설폰아미드 화합물, 이미다졸리논 화합물, 피리미디닐살리사이클릭산 화합물, 글리포세이트-암모늄, 글리포세이트-이소프로필아민, 글루포시네이트-암모늄, 바이알라포스, 디니토로아닐린 화합물, 유기 인 화합물, 페닐카바메이트 화합물, 쿠밀아민 화합물, 아술람, 디티오피르, 티오카바메이트 화합물, 클로로아세트아미드 화합물, 에토벤즈아니드, 메펜아세트, 티아플루아미드, 트리디판, 카펜스트롤, 옥사지클로메폰 및 2-에틸-2-[2-(3-클로로페닐)-2,3-에폭시프로필]-인단-1,3-디온으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물 0.01 내지 30.0중량부를 추가로 포함하는 과립형 제초 조성물.

청구항 7.

제3항에 있어서, 제형화제 0.1 내지 80.0중량부와 제초 활성 성분으로서 페녹시 화합물, 방향족 카복실산 화합물, 베나졸린, 퀸클로락, 우레아 화합물, 트리아진 화합물, 우라실 화합물, 아닐리드 화합물, 카바메이트 화합물, 하이드록시벤조니트릴 화합물, 피리데이트, 벤타존, 4급 암모늄 염 화합물, 디페닐 에테르 화합물, 사이클릭 이미드 화합물, 옥사디아존, 설펜트라존, 티디아지민, 에틸 2-클로로-5-(4-클로로-5-디플루오로메톡실-1-메틸피라졸-3-일)-4-플루오로페녹시아세테이트, 피리다지논 화합물, 피라졸 화합물, 플루리돈, 플루르타몬, 디플루페니칸, 메톡시페논, 클로마존, 설코트리온, 이속사플루톨, 디펜조쿼트, 아릴옥시페녹시프로피온산 화합물, 사이클로헥산디온 화합물, 설포닐우레아 화합물, 트리아졸로피리미딘설폰아미드 화합물, 이미다졸리논 화합물, 피리미디닐살리사이클릭산 화합물, 글리포세이트-암모늄, 글리포세이트-이소프로필아민, 글루포시네이트-암모늄, 바이알라포스, 디니토로아닐린 화합물, 유기 인 화합물, 페닐카바메이트 화합물, 쿠밀아민 화합물, 아술람, 디티오피르, 티오카바메이트 화합물, 클로로아세트아미드 화합물, 에토벤즈아니드, 메펜아세트, 티아플루아미드, 트리디판, 카펜스트롤, 옥사지클로메폰 및 2-에틸-2-[2-(3-클로로페닐)-2,3-에폭시프로필]-인다-1,3-디온으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물 0.01 내지 30.0중량부를 추가로 포함하는 과립형 제초 조성물.