(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
A01N 25/00

(45) 공고일자 1999년04월01일
(11) 등록번호 특0177143
(24) 등록일자 1998년11월17일

(21) 출원번호 특1990-013435
(22) 출원일자 1990년08월30일
(65) 공개번호 특1991-004091
(43) 공개일자 1991년03월28일

(30) 우선권주장 89/6653 1989년08월30일 남아프리카(ZA)
(73) 특허권자 에이이씨아이 리미티드 마티너스 자코부스 프레드릭 포파이터
남아프리카연방공화국 트랜스발 조아네스버그 컴미셔너 스트리트 칼톤 센터 오피스 타워 16층
(72) 발명자 존 호이
남아프리카연방공화국 트랜스발 리보니아 치타 크레센트 앤드 젬스복 레인 9치타 스프링
필리퍼스 잔센 반렌스버그
남아프리카연방공화국 트랜스발 랜드버그 이엑스 티. 3 샤론티. 3루이엘스 로드
(74) 대리인 목영동

심사관 : 최규환

(54) 투약 디바이스와 그 제조 방법 및 사용 방법

요약

내용없음.

명세서

[발명의 명칭]

투약 디바이스와 그 제조 방법 및 사용방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 투약 디바이스(device)에 관한 것이다. 또한 본 발명은 투약 디바이스의 제조 방법, 및 물품 또는 소재지를 처리하는 방법에 관한 것이다.

본 발명의 제1특징에 따라, 25℃에서 고체 형태이고 5마이크론 이하의 평균 입자 크기를 가지는 최소한 하나의 활성 성분을 붕해제와 혼합하여 압축가능한 혼합물을 제공하고; 혼합물을 단일의 투약 디바이스로 압축시키는 것으로 구성되는, 투약 디바이스의 제조 방법이 제공된다.

본 방법은 5마이크론 이상의 평균 입자 크기를 가지는 고체 형태의 활성 성분을 5마이크론 이하의 평균 입자 크기로 분쇄시키는 것을 포함한다. 활성 성분은 충분하게 분쇄되어 1-3마이크론의 평균 입자 크기를 갖는다. 본 발명의 한 구체예에서는, 예를 들면 미분 수단에 의하여 활성 성분을 소기의 입자 크기로 건식 밀링함에 의하여 분쇄될 수 있다. 분쇄된 활성 성분은 입자 형태의 붕해제와 혼합될 수 있다. 본 발명의 다른 구체예에서는 적당한 담지 액체내에, 불용성이거나 또는 약간 용융성인 활성 성분의 현탁 농축액을 형성하고, 그것을 습식 밀링하여 초기의 활성 성분 입자 크기를 얻음에 의하여 분쇄가 실행된다. 현탁 농축액은 붕해제에 흡수시킴에 의해 붕해제와 혼합될 수 있다. 그러나 원한다면 분쇄된 현탁 농축액은 분무 건조되고, 붕해제와 혼합될 수 있다.

활성 성분은 치료제, 구충제, 안료 또는 염료등 같은 적당한 활성 성분일 수 있지만 본 출원인은 필연적으로 배제하는 것은 아니지만, 활성 성분이 살충제, 제초제, 살균제등과 같은 페스티사이드(pesticide)인 투약 디바이스를 제조하는 방법을 의미한다.

페스티사이드는, 물이 현탁 농축액을 형성하는데 사용되는 담지 액체이고, 현탁 농축액으로 물내에 페스티사이드를 농축시키는 것이 물내 페스티사이드의 용해도 한계보다 더 크게되는, 물에 약간 용융되는 것일 수 있다. 페스티사이드는 25℃에서 1000㎎/l 이하, 바람직하게 25℃ 50㎎/l 이하의 수용성을 가질 수 있다. 바람직하게 페스티사이드는 70℃를 초과하는 융점을 가져야 한다. 페스티사이드는 아트라진, 시하진, 시아나진, 티부틸라진, 디우론, 클로로설푸론, 메트설푸론, 트랄콕시딘 또는 2-(2-클로로-4-메실벤조일)사이클로헥산-1,3-디온과 같은 제조체: 델라메트린, 린단, 카바릴, 엔도설판 또는 카보푸란같은 살충제: 리오페네이트 메틸, 카벤다짐, 플루트리아폴, 헥사코나졸, 클로로탈로닐, 구리 옥시클로라이드, 캅탄 또는 티람같은 살균제: 또는 헥시티아족스, 세헥사딘 또는 아미드라즈같은 살비제일 수 있다.

투약 디바이스는 중량에 기초하여 5-60부의 활성 성분 및 20-70부의 자기 붕해제로 구성될 수 있다.

붕해제는 물과 접촉하여 부풀거나 또는 거품이 있어 붕해될 수 있다. 물과 접촉하여 부풀 수 있을 때, 결합제로서도 작용하는 폴리비닐 피롤리돈과 가교될 수 있다. 예를 들면 가교된 폴리비닐피롤리돈은 GAF

Corp.로부터 상품명 POLYPLASPONE, 또는 BASF로부터 상품명 KOLLIDON으로 시판되는 것일 수 있다. 그러나, FMC Corporation으로부터 상품명 AC-DI-SOL로 시판되는 변형 셀룰로오스 검, 또는 Protea Chemical Services로부터 상품명 EXPLOTAB로 시판되는 나트륨 전분 글리콜레이트같이 물과 접촉하여 부풀 수 있는 다른 적당한 붕해제일 수 있다. 물과 접촉하여 거품이 일 때는, 타르타르산과 중탄산 나트륨같은 알카리 금속 중탄산 염 또는 탄산 염의 산 및 염기 조성물일 수 있다.

본 방법은 분쇄 전 및/또는 분쇄 후에 최소한 하나의 물질은 활성 성분과 혼합시키는 것을 포함할 수 있다. 현탁 농축액이 형성될 때, 습식 밀링 전에 최소한 하나의 분산제를 현탁 농축액에 부가하는 것이 포함된다. 건식 밀링시에는 밀링 전 또는 후에 분산제가 부가된다. 분산제는 나트륨 리그노설포네이트: 나트륨 나프탈렌 설폰산/포름알데하이드 농축액: 노닐 페놀 에틸렌 옥사이드 농축액 또는 노닐 페놀 에틸렌/프로필렌 옥사이드같은 노닐 페놀 알킬렌 옥사이드; Lankro로부터 상품명 EMPICOL LZ으로 시판되고 습윤제로도 작용하는 나트륨 라우릴 설페이드; Cyanamid로부터 상품명 AEROSOL OS로 시판되고 습윤제로도 작용하는 나트륨 디이소프로필 나프탈렌 설포네이트; BASF로부터 상품명 TAMOL NNO로 시판되는 나프탈렌 설폰산 포름알데하이드 농축액의 나트륨 염; 수성 매체내의 분산제인 옥시에틸화 폴리아릴페놀 포스페이트 및 Rhone-Poulenc로부터 상품명 SOPROPHOR로 시판되는 것등과 같은 현탁 농축액 또는 습윤가능한 분말 제제내에 편리하게 사용되는 계면활성제일 수 있다.

대신에 물질은 - AEROSIL200(상품명)과 같은 콜로이드 실리카, 급조토, 또는 아타플가이트(attapulgite)와 같은 토양인 흡수 담체; - 충전제 또는 붕해제로도 작용할 수 있고 Degussa로부터 상품명 ELCEMA P100으로 시판되는 미세 셀룰로오스; 또는 직접 정제에 보조물인, BASF로부터 상품명 LUDIPRESS로 시판되는 락토오스 모노하이드레이트 같은 결합제; - 스테아린산 마그네슘같은 윤활제; - 유동 증진제/덩어리 형성 방지제로 작용하고, 분무 건조된 분쇄 실리카인, Degussa로부터 SIPERNAT 22S(상품명)로 시판되는, 흡수 실리카같은 유동성 개선제; 및 - 용융가능한 전분, 우레아 또는 염화 나트륨같은 수용성 충전제 중 하나 또는 그 이상으로 구성된다.

투약 디바이스는 다음 성분으로 구성된다 :

활성 성분	5-60중량%
결합제	10-30
유동성 개선제	0.5-10
습윤제/분산제	0.5-5
붕해제	3-50
윤활제	0.05-2
충전재	2-30

본 발명의 제1특징의 방법에 따라 제조될 때 투약 디바이스까지 본 발명이 확장된다.

본 발명의 제2특징에 따라, 압축된 단일 형이고, 25℃에서 고체 형태이고 5마이크론 이하의 평균 입자 크기를 가지는 활성 성분과 붕해제의 혼합물로 구성되는, 투약 디바이스가 제공된다.

본 발명의 세번째 특징에 따르면, 본 발명에 따른 투약 디바이스를, 물중의 활성 성분 농도가 물중의 활성 성분의 용해 한계보다 큰 정도의 물 부피를 갖는 소정 부피의 물중에 도입시키고; 투약 디바이스를 붕해시켜서, 물중의 활성 성분의 현탁액을 형성하도록 하며; 이 현탁액을 처리하고자 하는 물품 또는 소재지에 적용시키는 것으로 구성되는, 물품 또는 소재지를 처리하는 방법이 제공된다.

본 발명을, 제한하고자 의도된 것이 아닌 이하의 실시예들을 통하여 지금부터 설명하기로 한다(모든 비율은 중량부이다) :

[실시예 1]

단계 1

이하의 조성물을 갖는 현탁 농축액을 이하의 성분들을 혼합하여 제조하였다:

활성 성분으로서 티오파네이트 메틸,

공업용(순도 93%) - 43.10

(활성 성분 40.08부에 해당)

분산제로서의 TAMOL NNO - 3.50

또 다른 분산제로서, ICI 오스트레일리아로부터 구입가능한 노닐 페놀 알킬렌 옥사이드 농축액인

TARIC 200(상품명) - 1.50

소포제로서, ICI로부터 구입가능한 소포용 실리콘인

SILOCLAPSE 5000A(상품명) - 0.04

물 - 51.86

이 현탁 농축액을 수평 비드 분쇄기(실험실 모델 KDL Dyno-mill)를 통하여 2회 통과시켜 분쇄하여, 2㎛의 평균 고체입자 크기를 얻었다.

단계 2

이하의 조성을 갖는 정제로 성형하였다:

단계 1로부터의 현탁 농축액 - 87.32

(활성 성분 35.0부에 해당)

습윤제로서의 EMPICOL LZ - 1.0

유동성 개선제로서의 SIPERNAT 22S - 0.5

붕해제로서의 POLYPLASDONE XL - 40.9

결합제로서의 ELCEMA P100 - 15.4

윤활제로서의 스테아린산 마그네슘 - 0.1

정제로 성형하기 위하여, 이하의 단계들을 수행하였다:

(i) 현탁 농축액을 붕해제내로 흡수시켰다.

(ii) 이 혼합물을 16메시의 영국식 표준체(British Standard Sieve)를 통하여 통과시켜 과립화하였다.

(iii) 이어서, 이 과립을 70℃의 진공 오븐중에서 건조시켰다.

(iv) 구성 성분중의 잔부를 건조된 과립과 혼합하였다.

(v) 이 혼합물을 1톤의 압력을 가하여 2.5g의 정제로 가압하였다.

따라서, 각각의 정제는 0.875g의 활성 성분을 포함하였다. 사용하기 위해서, 1개의 정제를 주변 온도, 예컨대, 25℃에서 물 1l에 가한다. 이 정제는 30초내에 붕해되어, 물중의 활성 성분 현탁액을 형성한다. 이 현탁액에 대한 현미경 검사는, 대부분의 현탁된 입자가 1-3㎛ 범위라는 것을 나타냈다.

[실시예 2]

단계 1

이하에 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 현탁 농축액을 제조하고, 실시예 1에 기재된 바와 같이 분쇄하였다.

헥사코나졸, 공업용(순도 87.3%) - 22.9

(활성 성분 20부에 해당)

TERIC 200 - 2.6

SILCOLAPSE 5000A - 0.1

물 - 74.4

단계 2

현탁 농축액을 붕해제에 흡수시키기 전에, 분산제를 분쇄된 현탁 농축액에 첨가한 것을 제외하고는, 실시예 1의 절차를 수행하여, 이하에 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 정제로 만들었다:

단계 1로부터의 현탁 농축액 - 150.0

(활성 성분 30부에 해당)

POLYPLASDONE XL(붕해제) - 58.4

SOPROPHOR FL(분산제) - 3.1

스테아린산 마그네슘 - 0.1

결과로서 얻어진 정제를, 탄산칼슘으로서의 칼슘 340ppm을 함유하는 표준 경수중에 분산시켜, 0.005%의 활성 성분 농도로 만드는 경우, 30분후에 88%의 현탁도가 얻어졌다.

[실시예 3]

단계 1

이하에 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 현탁 농축액을 제조하고, 실시예 1에 기재된 바와 같이 분쇄하였다:

델타메트린, 공업용(순도 98%) - 65.31

(활성 성분 64부에 해당)

TERIC 200 - 2.73

SILCOLAPSE 5000A - 0.08

물 - 31.47

단계 2

혼합물을 과립화하지 않고, 건조후에, 시판용 MANESTY 프레스를 사용하여 직접 가압시킨 것을 제외하고는, 실시예 1의 절차를 수행하여, 이하에, 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 정제로 만들었다:

단계 1로부터의 현탁 농축액 - 62.50

(활성 성분 40부에 해당)

KOLLIDON CL(붕해제) - 24.25

ELCEMA P100(결합제) - 30.60

EMPICOL LZ(습윤제) - 2.0

SIPEPNAT 22S(유동성 개선제) - 0.50

스테아린산 마그네슘 - 0.10

물 5l중에 2.5g의 1개의 정제, 즉, 물 1l당 활성 성분 0.2g의 비율로 정제를 물중에 분산시켜, 정제에 대한 평가를 하였다. 20℃에서의 물에 대한 델타매트린의 용해도는 물 1l당 2㎍ 미만이다. 정제는 30초 이내에 붕해되었다.

현탁도 시험은, 탄산 칼슘으로서의 칼슘 340ppm을 함유하는 표준 경수중에서, 30분후에도 65%의 활성 성분이 여전이 현탁되어 있다는 것을 나타냈다.

[실시예 4]

단계 1

이하에 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 현탁 농축액을 제조하고, 실시예 1에 기재된 바와 같이 분쇄하였다:

아트라진, 공업용(순도 98%) - 50.0

TERIC 200 - 2.5

SILCOLAPSE 5000A - 0.1

물 - 47.4

단계 2

실시예 1에 나타내 절차를 수행하여, 이하에 나타낸 바와 같은 조성을 갖는 정제를 만들었다 :

단계 1로부터의 현탁 농축액 - 74.4

(활성 성분 36.45부에 해당)

KOLLIDON CL - 27.9

ELCEMA P100 - 28.4

EMPICOL LZ - 4.0

SIPERNAT 22S - 0.5

스테아린산 마그네슘 - 0.1

실험실용 정밀 프레스를 사용하여 5MPa의 압력으로 가압해서 각각 3.5g의 무게의 20㎜ 직경을 갖는 정제로 성형하였다. 결과로서 얻어진 정제를, 정제 주연부(edge-on)에 대한 중량 점증 적용에 의하여 경도에 대한 평가를 하였다. 이 정제는 5㎏까지의 압력을 견디어냈다. 붕해 시간은, 주변 온도에서 약 2l의 물에 한개의 정제를 떨어뜨리고, 가볍게 교반하여 측정하였다. 시험된 정제는 30초 이내에 완전히 붕해되었다. 결과로서 얻어진 현탁액에 대한 현미경적 검사는, 대부분의 입자들이 1-3㎛ 범위내라는 것을 나타냈다.

[실시예 5]

이하에 나타낸 바와 같은 성분들을 균질하게 혼합하고, 1.5톤의 압력으로 가압하여 2.5g의 정제를 만들었다.

델타매트린, 공업용 - 40.0

EMPICOL LZ(습윤제) - 2.0

TAMOL MNO(분산제) - 5.0

KOLLIDON CL(붕해제) - 25.0

ELCEMA P100(결합제) - 27.4

SIPERNAT 22S(유동성 개선제) - 0.5

스테아린산 마그네슘 - 0.1

델타매트린은, 그 혼합전에, 5㎛ 미만의 평균 입자 크기를 갖도록 건식 분쇄한다. 예를 들면, Roussel

Uclaf로부터 구입 가능한 바와 같은, 2㎛ 미만의 입자 크기를 갖는 입자를 50%(중량)포함하는 미분화된 형태로 된 것일 수 있다. 선택적으로는, 실시예 3의 현탁 농축액을 분사 건조시키고, 결과로서 얻어지는 분말을 위해서 나타낸 바와 같은 나머지 성분들과 혼합시킨 것일 수 있다.

물 5l중에 정제 1개의 비율로, 정제를 물중에 도입시킨 경우, 1분내에 붕해된다. 현미경적 검사는, 현탁액중의 대부분의 입자들이 2㎛ 범위내라는 것을 나타냈다.

본 출원인은, 전술한 담지 액체, 통상적으로는 물중에 분산된, 전형적으로 5㎛ 미만의 평균 입자 크기를 갖는 매우 작은 입자이며, 전형적으로 헥타르당 수 g 정도의 매우 낮은 적용 비율을 요하는 활성 페스티사이드를 사용하면, 페스티사이드의 적용에 있어서의 효과적이고 정확하며 균일한 살포에 대단히 바람직하다는 것을 발견하였다. 더우기, 입자 크기를 작게하면 할수록, 그 표면적이 더욱 커지게되므로, 소재지 또는 기질에 대한 적용후에 페스티사이드의 유효한 방출을 촉진시킨다. 그러나, 페스티사이드를 정제 형태로 제공하는 경우에 페스티사이드 입자가 너무 작다면, 담지 액체중에서의 정제의 분산 속도가 불만족스럽게 되는 결과를 초래하는 문제가 종래 있어왔다. 그러나, 놀랍게도, 평균 페스티사이드 입자 크기가 5㎛ 미만, 전형적으로는 1-3㎛ 정도인, 본 발명의 투약 디바이스 및 방법에 있어서, 신속한 붕해 및 분산 속도가 얻어진다는 것을 발견하였다. 더우기, 결과로서 얻어지는 정제는 들판에서 처리하기에 적당한 정도를 갖고 있으며, 분산된 정제는 우수한 현탁 특성을 갖고 있다.

따라서, 본 발명에 따른 투약 디바이스는 이러한 페스티사이드들에 대한 양호한 매개 수단(Vehicle)을 제공하며, 그 이유는, 이 투약 디바이스가 콤팩트하여 용이하게 운반 및 저장 가능하며, 또한, 안전하게 다루어질 수 있는 형태로 되어 있기 때문이다. 더우기, 페스티사이드를 사용하기 위한 큰 용기를 준비하여야만 하는 문제가 있었다. 이것들은 더우기, 앞에서 나타낸 바와 같이, 거의 낭비없고 효율적이고도 정확하게 분산 및 적용시키는 것이 용이하다. 더우기, 본 출원인은, 놀랍게도 5㎛ 미만으로 분쇄시킨 후의 활성 성분들을 붕해제와 함께 가압하여 정제 형태로 만드는 동안에, 더욱 큰 입자 크기로의 응집화가 예상된다는 사실에도 불구하고, 정제를 물중에 분산시킨 후에 얻어지는, 활성 성분인 평균 페스티사이드 입자 크기가 1-3㎛의 원하는 정도였다는 것을 또한 발견하였다. 그러나, 언급한 바와 같이, 결과로서 얻어지는 현탁액중에서의 활성 성분의 평균 입자 크기가 여전히 1-3㎛의 범위내라는 것을 발견한 것은 놀라운 일이었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

25℃에서 고체 형태이고 5마이크론 이하의 평균 입도를 갖는 페스티사이드(pesticide)와 붕해제의 혼합물을 포함하는, 단위 형태로 압축된 정제.

청구항 2

제1항에 있어서, 페스티사이드 평균 입도가 1-3마이크론인 정제.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 혼합물은 하나 이상의 흡수성 담체, 결합제, 윤활제, 유동 개선제 및 충전재 뿐만 아니라 계면활성제도 포함하는 정제.

청구항 4

제3항에 있어서,

페스티사이드	-5-60중량%
결합제	-10-30중량%
유동 개선제,	- 0.5-10중량%
흡습/분산제	- 0.5-5중량%
붕해제	-3-50중량%
윤활제	- 0.05-2중량%
충전재	- 2-3중량%

를 포함하는 정제.

청구항 5

수(水) 중 페스티사이드의 농도가 수(水) 중 페스티사이드의 용해도 한계이상이 될 수 있도록 부피를 미리 측정한 물에, 제1항 내지 제4항 중의 어느 한 항에 따른 정제를 도입시키는 단계, 정제를 붕해시켜서, 수(水) 중 페스티사이드의 현탁액을 형성시키는 단계; 및 처리하고자 하는 물품 또는 장소에 현탁액을 도포시키는 단계를 포함하는 물품 또는 장소의 처리 방법.