(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4733373号
(P4733373)

(45)発行日　平成23年7月27日(2011.7.27)　(24)登録日　平成23年4月28日(2011.4.28)

(51)Int.Cl.		F I		
A01N 25/04	(2006.01)	A01N	25/04	101
A01N 25/30	(2006.01)	A01N	25/30	
A01P 13/00	(2006.01)	A01P	13/00	
A01P 7/04	(2006.01)	A01P	7/04	
A01P 3/00	(2006.01)	A01P	3/00	

請求項の数 12　(全 11 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2004-250521 (P2004-250521)
(22)出願日　平成16年8月30日 (2004.8.30)
(65)公開番号　特開2006-63051 (P2006-63051A)
(43)公開日　平成18年3月9日 (2006.3.9)
審査請求日　平成19年8月29日 (2007.8.29)

(73)特許権者　000005315
保土谷化学工業株式会社
東京都港区芝公園二丁目４番１号
(72)発明者　来住野　敦
茨城県つくば市御幸が丘４５　保土谷コントラクトラボ株式会社内
(72)発明者　斉藤　裕
茨城県つくば市御幸が丘４５　保土谷コントラクトラボ株式会社内
(72)発明者　浅貝　昌史
茨城県つくば市御幸が丘４５　保土谷コントラクトラボ株式会社内
(72)発明者　菊田　政次
茨城県つくば市御幸が丘４５　保土谷コントラクトラボ株式会社内
最終頁に続く

(54)【発明の名称】高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
農薬分散体に対して、室温で固体の農薬原体を２０質量％～７５質量％含有し、乳化剤としてアニオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系、またはカチオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系を含有し、農薬原体が水溶性の場合は分散質として水系分散質を添加し、分散媒としては油系分散媒を使用し、農薬原体が油溶性の場合は分散質として油系分散質を添加し、分散媒としては水系分散媒を使用し、前記した農薬原体、乳化剤、分散質および分散媒の混合物を、分散媒添加後、泡の発生を抑制した高速攪拌装置により乳化分散することによって得られた、－１０℃～４０℃で３ヵ月間粘度の上昇がなく安定な高濃度の農薬水分散体、または高濃度の農薬油分散体。
【請求項２】
前記した、農薬分散体が除草剤分散体であり、農薬原体が除草剤である請求項１に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体。
【請求項３】
前記した、農薬分散体が殺虫剤分散体であり、農薬原体が殺虫剤である請求項１に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体。
【請求項４】
前記した、農薬分散体が殺菌剤分散体であり、農薬原体が殺菌剤である請求項１に記載の

高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体。
【請求項５】
前記した、農薬分散体が植物生長調節剤分散体であり、農薬原体が植物生長調節剤である請求項１に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体。
【請求項６】
前記した、泡の発生を抑制した高速攪拌装置が高速攪拌装置泡レスミキサーであることを特徴とする、請求項１～請求項５のいずれか一項に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体。
【請求項７】
農薬分散体に対して、室温で固体の農薬原体を２０質量％～７５質量％含有し、乳化剤としてアニオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系、またはカチオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系を含有し、農薬原体が水溶性の場合は分散質として水系分散質を添加し、分散媒としては油系分散媒を使用し、農薬原体が油溶性の場合は分散質として油系分散質を添加し、分散媒としては水系分散媒を使用し、前記した農薬原体、乳化剤、分散質および分散媒の混合物を、分散媒添加後、泡の発生を抑制した高速攪拌装置により乳化分散することを特徴とする、－１０℃～４０℃で３ヵ月間粘度の上昇がなく安定な高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【請求項８】
前記した、農薬分散体が除草剤分散体であり、農薬原体が除草剤である請求項７に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【請求項９】
前記した、農薬分散体が殺虫剤分散体であり、農薬原体が殺虫剤である請求項７に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【請求項１０】
前記した、農薬分散体が殺菌剤分散体であり、農薬原体が殺菌剤である請求項７に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【請求項１１】
前記した、農薬分散体が植物生長調節剤分散体であり、農薬原体が植物生長調節剤である請求項７に記載の高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【請求項１２】
前記した、泡の発生を抑制した高速攪拌装置が高速攪拌装置泡レスミキサーであることを特徴とする、請求項７～請求項１１のいずれか一項に記載の、高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、農薬原体の水分散体および油分散体、並びにそれらの製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
エマルションとは、均一には溶解しない二液体の一方が微細粒子（分散質）となって、他方の液体（分散媒）中に分散している系のことである。エマルションは熱力学的に不安定な系であるから、与えられた原料（水、油、乳化剤）の混合順序、混合条件（温度、乳化機の種類など）によって、生成するエマルションの型（分散質が水、分散媒が油の状態（Ｗ／Ｏ型）、分散質が油、分散媒が水の状態（Ｏ／Ｗ型））や安定性に差を生じる。
【０００３】
その生成法は、種々あるが、代表的なものは機械乳化法および転相乳化法である。まず、機械乳化は、機械的な攪拌力により分散質と分散媒を混合し、分散質を微細な液滴とし、乳化剤である界面活性剤を添加することにより、エマルションを生成させるものであり

、エマルションの生成法としては最も簡単な方法である。乳化機は種々のものがあり、高速攪拌機、コロイドミル、ホモジナイザー等である。これらの機械を組み合わせて使うこともある。

【０００４】

一方、転相乳化法は、分散質が水、分散媒が油の状態（Ｗ／Ｏ型）から分散質が油、分散媒が水の状態（Ｏ／Ｗ型）へ移行（またはその逆）するとき（転相）に非常に微細な液滴が生成するため、その移行時に微細な液滴のままで進行を止めようとする方法である。

【０００５】

エマルションの不安定化要因には３つある。クリーミング、凝集、合一である。クリーミングは、内相と外相の密度差によって生じる液滴の上昇（または下降）であり、凝集、合一を促進する。凝集は粒子間の乳化剤分子の界面移動、脱離によって滴の合一が起きるものである。合一が進むと油水分離が起こる。エマルションの安定化にはこの３段階に対する防止を講じる必要がある。

【０００６】

エマルションを安定化する方法としては、溶融しているワックスに対して熱水を徐々に添加して、転相乳化を行ってからホモミキサーで高速撹拌し、続いてホモジナイザー３８０～４２０ｋｇ／ｃｍ^{2}の高圧下処理を行い、平均粒子径が２μｍ以下のワックスエマルジョンを得たことが開示されている（例えば、特許文献１参照）。ここで使用されたホモジナイザーはＡＰＶ－ＧＡＵＬＩＮ，ＩＮＣ．製「１５ＭＲ－ＳＴＡ」であるが、同公報段落００１０中に、他に三和機械株式会社製「ＨＯＭＯＧＥＮＩＺＥＲ」、みずほ工業株式会社製「超高圧ホモジナイザーＭ－１１０－Ｅ／Ｈ、Ｍ－１４０Ｋ、Ｍ－２１０Ｃ－Ｅ／Ｈ、Ｍ－６１０」、吉田機械興業株式会社製「ナノマイザーＹＳＮＭ－１５００ＡＲ、ＹＳＮＭ－１５００－００２５Ｎ」が報告されている。ホモジナイザーの圧力を高くする程、平均粒子径を小さくすることができ、そのことによってワックスエマルジョンの安定性が高まることが報告されているが、この場合生成したワックスエマルジョンは用途が床つや出し剤等、分散質がワックスそのものであって、生理活性等を有する有効成分を油性の溶液としてエマルジョン化したものでは無い。

【０００７】

難溶性薬物を含有するマイクロエマルション製剤も開示されている（例えば、特許文献２参照）。同公報４ページ右欄に、高速撹拌下で乳化処理を行う方がより微細な粒子径のマイクロエマルション製剤を得ることができる、と報告され、具体的に米国マントンガウリン社製の加圧乳化機「マントンガウリンホモジナイザー１５Ｍ－８ＴＡ」、米国ウルトラソニック社製の超音波乳化機「ウルトラソニックホモジナイザー」、スイス国キネマチカ社製の高速回転型乳化機「ポリトロン乳化機５０／６ＳＴ」が報告されている。この方法で得られたマイクロエマルション製剤は直径０．５μｍ以下の微細な乳化粒子で、経時的安定性に優れている、と報告されている。しかし、得られたマイクロエマルション製剤はクリーム、乳液等そのまま使用に供される剤形であり、濃厚な有効成分を希釈して使用する農薬のような用途には適さない。また、平均粒子径を小さくするだけでは、クリーミングを完全に防止することはむずかしい。

【０００８】

また、超高圧（処理圧２５００ｋｇ／ｃｍ^2）で従来とは異なる機種で処理して微細粒子化する方法も報告されている（例えば、特許文献３参照）。この方法では、日本ビーイーイー社製の「ＤｅＢＥＥ」を使用して平均粒子径を０．５μｍ以下にして、優れた安定性を得ている。しかし、得られた乳化物はそのままの剤形で使用に供される乳液であり、濃厚な有効成分を希釈して使用する農薬のような用途には適用できない。

【０００９】

【特許文献１】特開２００３－１４７０８８号公報
【特許文献２】特公平７－２３３０３号公報
【特許文献３】特開２００１－３４０７５２号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】
【００１０】
本発明は、少量の乳化剤であっても、分散質である農薬原体を微粒子化し、保存安定性よく水中または油中に分散させた、高濃度の農薬原体の水分散体または油分散体、およびそれらの製造方法を提供することを目的としている。
【課題を解決するための手段】
【００１１】
本発明者らは、前記した課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、農薬原体の水分散体を乳化分散する際に、泡の発生を抑制した高速攪拌を採用することによって目的を達成できることを見出し、本発明を解決するに至った。
【００１２】
すなわち本発明は、農薬分散体に対して、室温で固体の農薬原体を２０質量％～７５質量％含有し、乳化剤としてアニオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系、またはカチオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系を含有し、農薬原体が水溶性の場合は分散質として水系分散質を添加し、分散媒としては油系分散媒を使用し、農薬原体が油溶性の場合は分散質として油系分散質を添加し、分散媒としては水系分散媒を使用し、前記した農薬原体、乳化剤、分散質および分散媒の混合物を、分散媒添加後、泡の発生を抑制した高速攪拌装置により乳化分散することによって得られた、－１０℃～４０℃で３ヵ月間粘度の上昇がなく安定な高濃度の農薬水分散体、または高濃度の農薬油分散体である。
【００１３】
また本発明は、農薬分散体に対して、室温で固体の農薬原体を２０質量％～７５質量％含有し、乳化剤としてアニオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系、またはカチオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系を含有し、農薬原体が水溶性の場合は分散質として水系分散質を添加し、分散媒としては油系分散媒を使用し、農薬原体が油溶性の場合は分散質として油系分散質を添加し、分散媒としては水系分散媒を使用し、前記した農薬原体、乳化剤、分散質および分散媒の混合物を、分散媒添加後、泡の発生を抑制した高速攪拌装置により乳化分散することを特徴とする、－１０℃～４０℃で３ヵ月間粘度の上昇がなく安定な高濃度の農薬水分散体または高濃度の農薬油分散体の製造方法である。
【００１４】
本発明では、農薬原体が油溶性の場合は乳化剤を含む分散質と水系分散媒を、泡の発生を抑制した高速攪拌装置を採用することによって、乳化分散が系内に泡を極力巻き込むことなく、しかも強力な攪拌力を与えることが可能になるのである。本発明者はクリーミングが起きるメカニズムについて研究を行った結果、従来の高速撹拌機を使用した場合には、乳化分散時に微小な泡の粒子が多数生成し、それらが後に分散粒子を伴って上方に移動し、クリーミングを誘発することを見い出した。本発明の農薬水分散体では系内に泡を巻き込まないので、クリーミングすることなく、被分散体である農薬原体の凝集、合一を防ぎ、保存安定性よく微細粒子として水中に分散しているのである。また、泡を極力巻き込むことなく、強力な攪拌力を系に与えることが出来ることから、高いエネルギーを効率よく水分散体の製造に費やす事が可能となり、非常に少ない乳化剤量で１μｍ以下の平均粒子径の微細な被分散体を得ることが出来る。
【００１５】
本発明では泡の発生を抑制した高速攪拌装置によって、乳化分散を行うが、装置の撹拌速度は高いほど得られるエマルションの粒径も小さくなり好ましい。高速攪拌速度は、５０Ｌ容器において、４５００ｒｐｍ以上、さらに５５００ｒｐｍ以上であることが好ましい。４５００ｒｐｍ未満では、一般的な回転式乳化機との差別化が難しく、攪拌速度からの高いエネルギー効率で被分散体を製造することが出来ず、得られる被分散体の平均粒子

径が大きくなる。また保存安定性を良くするためには多くの乳化剤量を用いなければならなくなる。泡の発生を抑制した高速攪拌装置の例としては、高速攪拌装置泡レスミキサー（日本ビーイーイー（株）社製）がある

【００１６】

農薬原体を高濃度とすることに特徴を持たせる場合は、農薬原体の含有量を農薬水分散体または農薬油分散体に対して２０質量％～７５質量％とするのが適している。

【００１７】

本発明が適用される農薬原体としては、除草剤、殺虫剤、殺菌剤、植物生長調節剤、殺線虫剤等を挙げることができる。農薬分散体が使用される場面では、通常農薬分散体を１０００倍～数千倍の水で希釈して、農薬として使用する。

【００１８】

農薬分散体に使用する乳化剤としては、アニオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系、またはカチオン系乳化剤から選択される１種もしくは２種以上とノニオン系乳化剤から選択される1種もしくは２種以上との併用系が採用される。

【００１９】

乳化剤を前記併用系とすると、得られる水分散体中の被分散体の体積平均粒径を小さくし、かつ水分散体の保存安定性を改善するために有効である。乳化剤としては、炭素数が１５以上の長鎖の炭化水素基を有するものが適している。炭化水素基は飽和、不飽和のいずれでも良い。長鎖炭化水素基の炭素数は１５～６０程度である。さらに炭素数は３０～５０であるのが、得られる農薬原体水分散体の保存安定性の点から好ましい。

【発明の効果】

【００２０】

本発明によれば、少量の乳化剤であっても、分散質である農薬原体を微粒子化し、保存安定性よく水中または油中に分散させた、高濃度の農薬原体の水分散体または油分散体、およびそれらの製造方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００２１】

農薬原体としては具体的に、イソプロピル－Ｎ－（３－クロロフェニル）カーバメート，４－（２，４－ジクロロベンゾイル）－１，３－ジメチルピラゾール－５－イル－ｐトルエンスルホネート、２－｛４－（２，４－ジクロロベンゾイル）－１，３ジメチルピラゾール－５－イル｝アセトフェノン、２－｛４－（２，４－ジクロロ－ｍ－トルオイル）－１，３－ジメチルピラゾール－５－イルオキシ｝－４－メチルアセトフェノン、Ｎ－２－ビフェニルスルフェニルＮ’－（４，６－ジメトキシ－１，３，５－トリアジン－２－イル）ウレア、エチル５－｛３－（４，６－ジメトキシピリミジン－２－イル）ウレイドスルフォニル｝－１－メチルピラゾール－４－カルボキシレート、メチル２－｛３－（４，６－ジメトキシピリミジン－２－イル）ウレイドスルフォニルメチル｝ベンゾエート、３－（４，６－ジメトキシ－１，３，５－トリアジン－２－イル）－１－｛２－（２－メトキシエトキシ）－フェニルスルフォニル｝ウレア、Ｎ－（２－クロロイミダゾール｛１，２－ａ｝ピリジン－３－イル－スルフォニル）－Ｎ’－（４，６－ジメトキシ－２－ピリミジル）ウレア、Ｎ’－（４，６－ジメトキシピリミジン－２－イル）Ｎ’’－（４－メチルフェニルスルフォニルアミノ）－Ｎ’’’－（４－エトキシカルボニル－１－メチルピラゾール－５－イル－スルフォニル）－グアニジン、Ｎ－（２－シクロプロピルカルボニルフェニルスルファモイル）－Ｎ’－（４，６－ジメトキシピリミジン－２－イル）ウレア、２，４－ビス（エチルアミノ）－６－メチルアミノ）－１，３，５－トリアジン、２－エチルアミノ－４－（１，２－ジメチルプロピルアミノ）－６－メチルチオ－１，３，５－トリアジン、２－（β－ナフチルオキシ）プロピオンアニリド、Ｎ－（ホスフォノメチル）グリシン、（ＲＳ）－２－（２，４－ジクロロ－ｍ－トリルオキシ）プロピオンアニリド、２，４，６－トリクロロフェニル－４’－ニトロフェニルエーテル、メチル

２－｛（４，６－ジメトキシ－ピリミジニル）オキシ｝－６－｛１－（メトキシイミノ）エチル｝ベンゾエート、４－（４－クロロ－２－メチルフェノキシ）ブチリックアシッド、Ｓ－エチル－４－クロロ－２－メチルフェノキシチオアセテート、３，５－キシリルメチルカーバメート、２，４－ジクロロフェニル－３’－メトキシ－４’－ニトロフェニルエーテルが挙げられる。

【００２２】

乳化剤としては具体例に、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸カリウム、ポリオキシエチレンステアリルエーテル硫酸ナトリウムなどのアニオン系乳化剤；ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレート、ポリエチレングリコールモノステアレート等のノニオン系乳化剤、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド等のカチオン系乳化剤が挙げられる。

【００２３】

乳化分散に際しては、農薬原体と乳化剤を含む分散質は、予めトルエン、キシレン、ケロシン、流動パラフィン、オレイン酸、有機エステル類、オレイルアルコール等のアルコール類、ミネラルオイルなどの有機溶媒に溶解しておく事が好ましい。

【実施例１】

【００２４】

クロロ－ＩＰＣ（イソプロピル－Ｎ－（３－クロロフェニル）カーバメート）（室温で固体）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、オレイルアルコール１０部をＰＤＭ－５０（泡レスミキサー、パドルミキサー複合機；日本ビーイーイー（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、パドルミキサー２０ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部をゆっくり注ぎ、泡レスミキサー５５００ｒｐｍにて１０分間攪拌し、平均粒子径１．１μｍのクロローＩＰＣ水分散体を得た。

【実施例２】

【００２５】

ＤＣＰＡ（３，４－ジクロロプロピオンアニリド）（室温で固体）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、トルエン１０部をＰＤＭ－５０（泡レスミキサー、パドルミキサー複合機；日本ビーイーイー（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、パドルミキサー２０ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部をゆっくり注ぎ、泡レスミキサー５５００ｒｐｍにて１０分間攪拌し、平均粒子径０．９μｍのＤＣＰＡ水分散体を得た。

【実施例３】

【００２６】

ＤＣＭＵ（３－（３，４－ジクロロフェニル）－１，１－ジメチル－ウレア）（室温で固体）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、キシレン１０部をＰＤＭ－５０（泡レスミキサー、パドルミキサー複合機；日本ビーイーイー（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、パドルミキサー２０ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部をゆっくり注ぎ、泡レスミキサー５５００ｒｐｍにて１０分間攪拌し、平均粒子径１．２μｍのＤＣＭＵ水分散体を得た。

【実施例４】

【００２７】

ＤＢＮ（２，６－ジクロロベンゾニトリル）（室温で固体）５０部、ポリオキシエチレ

ン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、ケロシン１０部をＰＤＭ－５０（泡レスミキサー、パドルミキサー複合機；日本ビーイーイー（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、パドルミキサー２０ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部をゆっくり注ぎ、泡レスミキサー５５００ｒｐｍにて１０分間攪拌し、平均粒子径０．８μｍのＤＢＮ水分散体を得た。

【実施例５】

【００２８】

ＸＭＣ（３，５－キシリルメチルカーバメート）（室温で固体）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、酢酸エチル１０部をＰＤＭ－５０（泡レスミキサー、パドルミキサー複合機；日本ビーイーイー（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、パドルミキサー２０ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部をゆっくり注ぎ、泡レスミキサー５５００ｒｐｍにて１０分間攪拌し、平均粒子径１．５μｍのＸＭＣ水分散体を得た。

【００２９】

［比較例１］

クロロ－ＩＰＣ（イソプロピル－Ｎ－（３－クロロフェニル）カーバメート）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、オレイルアルコール１０部をＣＢ－３Ｓ－１００（ホモミキサー、ディスパー、アンカーミキサー３軸複合機；特殊機化工業（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、アンカーミキサー１００ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部を０．１ｋｇ／ｍｉｎの速度で滴下し、ホモミキサー２６００ｒｐｍにて攪拌し、平均粒子径０．９μｍのクロロ－ＩＰＣ水分散体を得た。

【００３０】

［比較例２］

ＤＣＰＡ（３，４－ジクロロプロピオンアニリド）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、トルエン１０部をＣＢ－３Ｓ－１００（ホモミキサー、ディスパー、アンカーミキサー３軸複合機；特殊機化工業（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、アンカーミキサー１００ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部を０．１ｋｇ／ｍｉｎの速度で滴下し、ホモミキサー２６００ｒｐｍにて攪拌し、平均粒子径０．７μｍのＤＣＰＡ水分散体を得た。

【００３１】

［比較例３］

ＤＣＭＵ（３－（３，４－ジクロロフェニル）－１，１－ジメチルウレア）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、キシレン１０部をＣＢ－３Ｓ－１００（ホモミキサー、ディスパー、アンカーミキサー３軸複合機；特殊機化工業（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、アンカーミキサー１００ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部を０．１ｋｇ／ｍｉｎの速度で滴下し、ホモミキサー２６００ｒｐｍにて攪拌し、平均粒子径１．１μｍのＤＣＭＵ水分散体を得た。

【００３２】

［比較例４］

ＤＢＮ（２，６－ジクロロベンゾニトリル）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キ

ャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、ケロシン１０部をＣＢ－３Ｓ－１００（ホモミキサー、ディスパー、アンカーミキサー３軸複合機；特殊機化工業（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、アンカーミキサー１００ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部を０．１ｋｇ／ｍｉｎの速度で滴下し、ホモミキサー２６００ｒｐｍにて攪拌し、平均粒子径１．０μｍのＤＢＮ水分散体を得た。

【００３３】

［比較例５］

ＸＭＣ（３，５－キシリルメチルカーバメート）５０部、ポリオキシエチレン（３０モル）キャスターオイル０．５部、ポリオキシエチレン（４２モル）キャスターオイル４．０部、ポリオキシエチレン（５０モル）キャスターオイル０．５部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム３部、酢酸エチル１０部をＣＢ－３Ｓ－１００（ホモミキサー、ディスパー、アンカーミキサー３軸複合機；特殊機化工業（株）社製）に入れ、約５０℃に加温しながら、アンカーミキサー１００ｒｐｍにて溶解した。後、水３２部を０．１ｋｇ／ｍｉｎの速度で滴下し、ホモミキサー２６００ｒｐｍにて攪拌し、平均粒子径１．０μｍのＸＭＣ水分散体を得た。

【実施例６】

【００３４】

［保存安定性１］

実施例１～実施例５および比較例１～比較例５で得られた水分散体５００ｇをそれぞれ蓋付きガラス容器に入れ、－１０℃で３カ月間保存した。１カ月経過ごとに粘度を測定器により計測し、水分散体の経時安定性を調べた。測定結果を［表１］に示した。実施例１～実施例５で得られた、泡の発生を抑制した高速攪拌装置によって乳化分散された水分散体は、粘度の上昇が無く、安定性に優れていることがわかる。一方、比較例１～比較例５で得られた、泡の発生を抑制されていない装置によって乳化分散された水分散体は、粘度の上昇が激しく、安定性が悪いことがわかる。

【００３５】

【表１】

表１　－10℃経時における粘度変化（cP）

	0日	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月
実施例1	300	300	300	300
実施例2	250	250	250	250
実施例3	280	280	280	280
実施例4	330	330	330	330
実施例5	350	350	350	350
比較例1	420	1200	3600	5200
比較例2	280	550	1550	3900
比較例3	250	2200	4800	6200
比較例4	490	2900	4500	7900
比較例5	390	3000	5500	8000

【実施例７】

【００３６】

［保存安定性２］

実施例１～実施例５および比較例１～比較例５で得られた水分散体５００ｇをそれぞれ

蓋付きガラス容器に入れ、－１０℃、室温（２０℃）、４０℃の３種の温度条件でそれぞれ３カ月間保存し、１カ月ごとの粒度分布を「ＭＩＣＲＯＴＲＡＣ　ＭＰ－３０００」（日機装株式会社製）によって計測することにより、平均粒子径を求めた。得られた結果を［表２-1］、［表２-２］、［表２-３］、に示した。実施例１～実施例５で得られた、泡の発生を抑制した高速攪拌装置によって乳化分散された水分散体は、粒子径の増加が無く、安定性に優れていることがわかる。一方、比較例１～比較例５で得られた、泡の発生を抑制されていない装置によって乳化分散された水分散体は、粒子径の増加が認められ、安定性が悪いことがわかる。

【００３７】

【表２】

表2-1　－10℃経時における粒度分布変化（μm）

	0日	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月
実施例1	1.1	1.1	1.1	1.1
実施例2	0.9	0.9	0.9	0.9
実施例3	1.2	1.2	1.2	1.2
実施例4	0.8	0.8	0.8	0.8
実施例5	1.5	1.5	1.5	1.5
比較例1	0.9	1.1	1.3	1.5
比較例2	0.7	1.1	1.5	1.8
比較例3	1.1	1.1	1.2	1.8
比較例4	1	1.2	1.6	2
比較例5	1	1.3	1.8	2.2

【００３８】

【表３】

表2-2　室温（20℃）経時における粒度分布変化（μm）

	0日	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月
実施例1	1.1	1.1	1.1	1.1
実施例2	0.9	0.9	0.9	0.9
実施例3	1.2	1.2	1.2	1.2
実施例4	0.8	0.8	0.8	0.8
実施例5	1.5	1.5	1.5	1.5
比較例1	0.9	1	1.3	1.6
比較例2	0.7	1.8	2.4	3
比較例3	1.1	2	2.6	2.8
比較例4	1	2	3.7	5
比較例5	1	1.8	2.7	3.9

【００３９】

【表４】

表2-3　40℃経時における粒度分布変化（μm）

	0日	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月
実施例1	1.1	1.1	1.1	1.1
実施例2	0.9	0.9	0.9	0.9
実施例3	1.2	1.2	1.2	1.2
実施例4	0.8	0.8	0.8	0.8
実施例5	1.5	1.5	1.5	1.5
比較例1	0.9	1.2	1.5	1.8
比較例2	0.7	2	3.8	6
比較例3	1.1	1.9	3.9	7.3
比較例4	1	2	4.4	5.2
比較例5	1	2.2	2.8	5.5

【産業上の利用可能性】

【００４０】

少量の乳化剤であっても、分散質である農薬原体を微粒子化し、水中または油中に保存安定性よく分散させた高濃度の農薬原体の水分散体または油分散体であって、使用場面では容易に水で数千倍に希釈されることを要求される農薬に好適である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		FI		
A01P 21/00	*(2006.01)*	A01P	21/00	
B01J 13/00	*(2006.01)*	B01J	13/00	A
A01N 37/22	*(2006.01)*	A01N	37/22	
A01N 37/34	*(2006.01)*	A01N	37/34	104
A01N 47/12	*(2006.01)*	A01N	47/12	Z
A01N 47/20	*(2006.01)*	A01N	47/20	A
A01N 47/30	*(2006.01)*	A01N	47/30	B

審査官　田名部　拓也

(56)参考文献　特開平０３－１８１４０１（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－１５７８３５（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２０５０６１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ａ０１Ｎ　２５／００　－　６５／４８
Ｂ０１Ｊ　１３／００