



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년06월11일
(11) 등록번호 10-0963303
(24) 등록일자 2010년06월04일

(51) Int. Cl.

A01N 25/04 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7026361(분할)

(22) 출원일자(국제출원일자) 2002년06월10일

심사청구일자 2008년10월28일

(85) 번역문제출일자 2008년10월28일

(65) 공개번호 10-2008-0099356

(43) 공개일자 2008년11월12일

(62) 원출원 특허 10-2003-7015456

원출원일자(국제출원일자) 2002년06월10일

심사청구일자 2007년06월05일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2002/006323

(87) 국제공개번호 WO 2003/000053

국제공개일자 2003년01월03일

(30) 우선권주장

101 29 855.2 2001년06월21일 독일(DE)

(56) 선행기술조사문헌

EP0681865 A2*

EP0789999 A2*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

바이엘 크롭사이언스 아게

독일 40789 몬하임 알프레드-노벨-스트라세 50

(72) 발명자

베르메르 로날드

독일연방공화국 51371 레버쿠젠 오일렌캄프 1

바우르 페터

독일연방공화국 51371 레버쿠젠 졸링거 스트라세 35

로젠펠트 프랑크

독일연방공화국 40764 랑엔펠트 줌 스타디움 70

(74) 대리인

이은선, 최규팔

전체 청구항 수 : 총 6 항

심사관 : 최영희

(54) 오일-기제 현탁 농축물

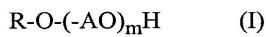
(57) 요약

- 실온에서 고체인 적어도 하나의 농약 활성 화합물,
- 적어도 하나의 침투 촉진제,
- 적어도 하나의 식물성 오일,
- 적어도 하나의 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제 및/또는 적어도 하나의 음이온성 계면활성제 또는 분산보조제 및
- 임의로 유화제, 소포제, 방부제, 향산화제, 착색제 및/또는 불활성 충전 물질로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제로 구성된 신규한 오일-기제 현탁 농축물, 이 현탁 농축물을 제조하기 위한 방법 및 함유된 활성 화합물을 적용하기 위한 그의 용도.

특허청구의 범위

청구항 1

- 티아클로프리트(thiacloprid)가 아니고, 티아클로프리트 및 β -사이플루트린(β -cyfluthrin)의 혼합물도 아니며, 실온에서 고체인 농약 활성 화합물 10 내지 25 중량%,
- 하기 일반식 (I)의 알칸올 알콕실레이트로부터 선택된 침투 촉진제 15 내지 40 중량%,
- 식물성 오일 20 내지 50 중량%,
- 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제; 음이온성 계면활성제 또는 분산보조제로부터 선택된 물질 5 내지 25 중량%, 및
- 유화제, 소포제(antifoam agent), 방부제, 항산화제, 착색제 및 불활성 충전 물질로 구성된 그룹으로부터 선택된 첨가제 0 내지 20 중량%로 구성되고, 증점제를 포함하지 않는 오일-기제(oil-based) 현탁 농축물:



상기 식에서,

R은 4 내지 20 개의 탄소원자를 가진 직쇄 또는 측쇄 알킬을 나타내고,

AO는 에틸렌 옥사이드 래디칼; 프로필렌 옥사이드 래디칼; 부틸렌 옥사이드 래디칼; 에틸렌 옥사이드 및 프로필렌 옥사이드 래디칼의 혼합물; 에틸렌 옥사이드 및 부틸렌 옥사이드 래디칼의 혼합물을 나타내며,

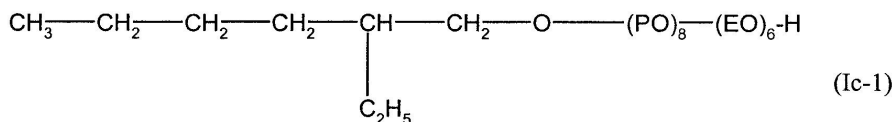
m은 2 내지 30의 수를 나타낸다.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 함유된 농약 활성 화합물이 살진균제, 살균제, 살충제, 살비제, 살선충제, 살연체동물제, 제초제, 식물 성장 조절제, 식물 영양제 및 방충제로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 현탁 농축물.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 함유된 침투 촉진제가 하기 일반식 (Ic-1)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트인 것을 특징으로 하는 현탁 농축물:



상기 식에서,

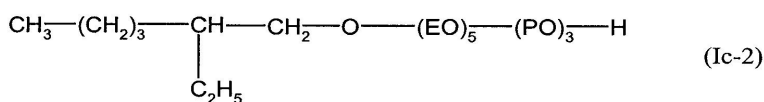
EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,

PO는 $\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{O}- \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ 을 나타내며,

수 8 및 6은 평균값이다.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 함유된 침투 촉진제가 하기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트인 것을 특징으로 하는 현탁 농축물:



상기 식에서,

EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,

PO는 $\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---O---} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ 을 나타내며,

수 5 및 3은 평균값이다.

청구항 5

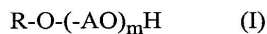
제 1 항에 있어서, 함유된 식물성 오일이 해바라기유, 유채유(rapeseed oil), 올리브오일, 피마자유, 평지유(colza oil), 옥수수 배아유, 면실유 및 대두유로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 현탁 농축물.

청구항 6

삭제

청구항 7

- 티아클로프리트(thiacloprid)가 아니고, 티아클로프리트 및 β -사이플루트린(β -cyfluthrin)의 혼합물도 아니며, 실온에서 고체인 적어도 하나의 농약 활성 화합물,
- 하기 일반식 (I)의 알칸올 알콕실레이트로부터 선택된 적어도 하나의 침투 촉진제,
- 적어도 하나의 식물성 오일,
- 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제; 음이온성 계면활성제 또는 분산보조제로부터 선택된 적어도 하나의 물질, 및
- 임의로 유화제, 소포제, 방부제, 향산화제, 착색제 및 불활성 충전 물질로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 서로 혼합하고, 이어서 생성된 현탁액을 임의로 분쇄함을 특징으로 하여 제 1 항에 따른 현탁 농축물을 제조하는 방법:



상기 식에서,

R은 4 내지 20 개의 탄소원자를 가진 직쇄 또는 측쇄 알킬을 나타내고,

AO는 에틸렌 옥사이드 래디칼; 프로필렌 옥사이드 래디칼; 부틸렌 옥사이드 래디칼; 에틸렌 옥사이드 및 프로필렌 옥사이드 래디칼의 혼합물; 에틸렌 옥사이드 및 부틸렌 옥사이드 래디칼의 혼합물을 나타내며,

m은 2 내지 30의 수를 나타낸다.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 신규한 농약 활성 화합물의 오일-기제 현탁 농축물, 이들 제제의 제조방법 및 함유된 활성 화합물을 적용하기 위한 그의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 다수의 농약 활성 화합물의 무수 현탁 농축물이 이미 개시되어 있다. 즉, EP-A 0 789 999호에는 활성 화합물 및 오일 이외에 각종 계면활성제의 혼합물(이들은 또한 침투 촉진제로서 작용한다) 및 증점제(thickening agent)로서 소수성 알루미늄-레이어 실리케이트를 함유하는 이러한 유형의 제제가 기술되어 있다. 이들 제제의 안정성은 양호하다. 그러나, 증점제가 의무적으로 존재하면 상기와 같은 이유로 그 제조가 보다 복잡해지기 때

문에 불리하다. 또한, 각 경우에 증점제는 침투 촉진제의 첨가량의 일부를 흡수하며, 따라서 진정한 작용은 얻을 수 없다.

[0003] 또한, US-A 6 165 940호는 농약 활성 화합물, 침투 촉진제 및 계면활성제 또는 계면활성제 혼합물 이외에 유기 용매가 존재하는 비수성 현탁 농축물을 이미 개시하고 있으며, 이러한 유형의 적합한 용매는 또한 파라핀 오일 또는 식물성 오일 에스테르이다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0004] 그러나, 물로 희석하여 이들 제제로부터 제조될 수 있는 분무액의 안정성 및 생물학적 활성이 항상 충분한 것은 아니다.

과제 해결수단

[0005] 본 발명에 이르러,

[0006] - 실온에서 고체인 적어도 하나의 농약 활성 화합물,

[0007] - 적어도 하나의 침투 촉진제,

[0008] - 적어도 하나의 식물성 오일,

[0009] - 적어도 하나의 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제 및/또는 적어도 하나의 음이온성 계면활성제 또는 분산 보조제 및

[0010] - 임의로 유화제, 소포제(antifoam agent), 방부제, 향산화제, 착색제 및/또는 불활성 충전 물질로 구성된 그룹 으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제로 구성된 신규한 오일-기제 현탁 농축물이 밝혀졌다.

[0011] 또한, 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물이

[0012] - 실온에서 고체인 적어도 하나의 농약 활성 화합물,

[0013] - 적어도 하나의 침투 촉진제,

[0014] - 적어도 하나의 식물성 오일,

[0015] - 적어도 하나의 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제 및/또는 적어도 하나의 음이온성 계면활성제 또는 분산 보조제 및

[0016] - 임의로 유화제, 소포제, 방부제, 향산화제, 착색제 및/또는 불활성 충전 물질로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 서로 혼합한 다음 생성된 현탁액을 임의로 분쇄함으로써 제조될 수 있음이 밝혀졌다.

[0017] 마지막으로, 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물이 식물 및/또는 그의 서식지에 농약 활성 화합물을 적용하는데 매우 적합하다는 것이 밝혀졌다.

효과

[0018] 증점제를 함유하지 않지만 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물이 매우 양호한 안정성을 가진다는 것은 매우 놀라운 사실임을 알 수 있다. 또한, 거의 유사한 조성을 가진 이미 공지된 제제보다 탁월히 우수한 생물학적 활성을 나타낸다는 것은 예기치 못한 사실이다. 또한, 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물은 또한 놀랍게도 그의 활성에 있어서 다른 성분 이외에 침투 촉진제만 또는 식물성 오일만 함유하는 유사한 제제를 능가한다. 이러한 상승 효과는 상술한 선행기술을 기초로 하여 예견될 수 없었다.

[0019] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물은 또한 다수의 이점에 의해 구별된다. 즉, 이들 제제는 증점제가 존재하는 상응하는 제제를 제조하는 것 보다 덜 복잡하다. 또한, 본 발명에 따른 농축물을 물로 희석할 때, 이미 공지된 상응하는 제제의 경우에 빈번했던 유의적인 크림의 형성이나 문제있는 침전물의 형성이 모두 일어나지 않는 것이 유리하다. 마지막으로, 본 발명에 따른 제제는 함유된 활성 성분의 생물학적 활성을 돕기 때문에, 통상의 제제에 비해 높은 활성이 달성되거나 활성 화합물이 덜 필요하다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0020] 용점이 20 ℃ 이상인 고체 농약 활성 화합물은 본 조성물에서 식물 처리에 통상적인 모든 물질을 의미하는 것으로 이해될 것이다. 살진균제, 살균제, 살충제, 살비제, 살선충제, 살연체동물제, 제초제, 식물 생장 조절제, 식물 영양제 및 방충제가 바람직하게 언급될 수 있다.
- [0021] 언급될 수 있는 살진균제의 예는 다음과 같다:
- [0022] 2-아닐리노-4-메틸-6-사이클로프로필피리미딘; 2',6'-디브로모-2-메틸-4'-트리플루오로메톡시-4'-트리플루오로메틸-1,3-티아졸-5-카복시아닐리드; 2,6-디클로로-N-(4-트리플루오로메틸벤질)벤즈아미드; (E)-2-메톡시이미노-N-메틸-2-(2-페녹시페닐)아세트아미드; 8-하이드록시퀴놀린 설페이트; 메틸 (E)-2-{2-[6-(2-시아노페녹시)-피리미딘-4-일옥시]-페닐}-3-메톡시아크릴레이트; 메틸 (E)-메톡시이미노[알파-(o-톨릴옥시)-o-톨릴]-아세테이트; 2-페닐페놀(OPP); 알디모르프, 암프로필포스, 아닐라진, 아자코나졸,
- [0023] 벤알락실, 베노다닐, 베노밀, 비나파크릴, 비페닐, 비테르타놀, 블라스티시딘-S, 브로무코나졸, 부피리메이트, 부티오베이트,
- [0024] 칼슘 폴리설파이드, 캅타폴, 캅탄, 카벤다짐, 카복신, 퀴노메티오네이트, 클로로네브, 클로로피크린, 클로로탈로닐, 클로졸리네이트, 쿠프라네브, 사이목사닐, 사이프로코나졸, 사이프로푸람, 카프로파미드,
- [0025] 디클로로펜, 디클로부트라졸, 디클로플루아니드, 디클로메진, 디클로란, 디에토펜카브, 디페노코나졸, 디메티리물, 디메토모르프, 디니코나졸, 디노캅, 디페닐아민, 디피리티온, 디탈람포스, 디티아논, 도딘, 드라족솔론,
- [0026] 에디펜포스, 에폭시코나졸, 에티리물, 에트리디아졸,
- [0027] 페나리물, 펜부코나졸, 펜푸람, 페니트로판, 펜피클로닐, 펜틴 아세테이트, 펜틴 하이드록사이드, 페르밤, 페림존, 플루아지남, 플루디옥소닐, 플루오로미드, 플루린코나졸, 플루실라졸, 플루설파미드, 플루톨라닐, 플루트리아폴, 플렛, 포세틸-알루미늄, 프탈리드, 푸베리다졸, 푸라락실, 푸르메사이클록스, 펜헥사미드,
- [0028] 구아자틴,
- [0029] 헥사클로로벤젠, 헥사코나졸, 하이멕사졸,
- [0030] 이마잘릴, 이미벤코나졸, 이민옥타딘, 이프로벤포스(IPB), 이프로디온, 이소프로티올란, 이프로발리카브,
- [0031] 카수가마이신, 구리 제제, 예를 들어 쿠퍼 하이드록사이드, 쿠퍼 나프탈레네이트, 쿠퍼 옥시클로라이드, 쿠퍼 설페이트, 쿠퍼 옥사이드, 옥신-구리 및 보르도(Bordeaux) 혼합물,
- [0032] 만코퍼, 만코제브, 만네브, 메파니피림, 메프로닐, 메타락실, 메트코나졸, 메타설포카브, 메트푸록삼, 메티람, 메트설포박, 마이클로부타닐,
- [0033] 니켈 디메틸디티오카바메이트, 니트로탈-이소프로필, 누아리물,
- [0034] 오푸라스, 옥사딕실, 옥사모카브, 옥시카복신,
- [0035] 페푸라조에이트, 펜코나졸, 펜사이쿠론, 포스디펜, 피마리신, 피페랄린, 폴리옥신, 프로메나졸, 프로클로라즈, 프로사이미돈, 프로파모카브, 프로피코나졸, 프로피네브, 피라조포스, 피리페녹스, 피리메타닐, 피로퀼론,
- [0036] 퀴토젠(PCNB), 퀴녹시펜,
- [0037] 황 및 황 제제,
- [0038] 테부코나졸, 테클로프탈람, 테크나젠, 테트라코나졸, 티아벤다졸, 티사이오펜, 티오파네이트-메틸, 티람, 톨클로포스-메틸, 톨릴플루아니드, 트리아디메폰, 트리아디메놀, 트리아족시드, 트리클라미드, 트리사이클라졸, 트리데모르프, 트리플루미줄, 트리포린, 트리티코나졸, 트리플록시스트로빈,
- [0039] 발리다마이신 A, 빈클로졸린,
- [0040] 지네브, 지람,
- [0041] 2-[2-(1-클로로-사이클로프로필)-3-(2-클로로페닐)-2-하이드록시프로필]-2,4-디하이드로-[1,2,4]-트리아졸-3-티온.

- [0042] 언급될 수 있는 살균제의 예는 다음과 같다:
- [0043] 브로노폴, 디클로로펜, 니트라피린, 니켈 디메틸디티오카바메이트, 카수가마이신, 옥틸리논, 푸란카복실산, 옥시테트라사이클린, 프로베나졸, 스트렙토마이신, 테클로프탈람, 쿠파 설페이트 및 다른 구리 제제.
- [0044] 언급될 수 있는 살충제, 살비제 및 살선충제의 예는 다음과 같다:
- [0045] 아바멕틴, 아세페이트, 아크리나트린, 알라니카브, 알디카브, 알파메트린, 아미트라즈, 아버멕틴, AZ 60541, 아자디라크틴, 아진포스 A, 아진포스 M, 아조사이클로틴,
- [0046] 바실러스 투링기엔시스, 4-브로모-2-(4-클로로페닐)-1-(에톡시메틸)-5-(트리플루오로메틸)-1H-피롤-3-카보니트릴, 벤디오카브, 벤푸라카브, 벤설팅, 베타사이플루트린, 비펜트린, BPMC, 브로펜프록스, 브로모포스 A, 부펜카브, 부프로페진, 부토카복신, 부틸피리다벤,
- [0047] 카두사포스, 카바릴, 카보푸란, 카보페노티온, 카보설팅, 카탐, 클로에토카브, 클로르에톡시포스, 클로르헨빈포스, 클로르플루아주론, 클로르메포스, N-[(6-클로로-3-피리디닐)-메틸]-N'-시아노-N-메틸-에탄이미드아미드, 클로르피리포스, 클로르피리포스 M, 시스-레스메트린, 클로사이트린, 클로텐테진, 시아노포스, 사이클로프로트린, 사이플루트린, 사이할로트린, 사이헥사틴, 사이퍼메트린, 사이로마진,
- [0048] 델타메트린, 데메톤-M, 데메톤-S, 데메톤-S-메틸, 디아헨티우론, 디아지논, 디클로헨티온, 디클로르보스, 디클리포스, 디크로토포스, 디에티온, 디플루벤주론, 디메토에이트,
- [0049] 디메틸빈포스, 디옥사티온, 디설포톤,
- [0050] 에마멕틴, 에스펜발레레이트, 에티오펜카브, 에티온, 에토펜프록스, 에토프로포스, 에트림포스,
- [0051] 펜아미포스, 펜아자퀸, 펜부타틴 옥사이드, 페니트로티온, 페노부카브, 페노티오카브, 페녹시카브, 펜프로파트린, 펜피라드, 펜피록시메이트, 펜티온, 펜발레레이트, 피프로닐, 플루아주론, 플루사이클록수론, 플루사이트리네이트, 플루페녹수론, 플루펜프록스, 플루발리네이트, 포노포스, 포르모티온, 포스티아제이트, 푸브펜프록스, 푸라티오카브,
- [0052] HCH, 헵테노포스, 헥사플루무론, 헥시티아족스,
- [0053] 이미다클로프리드, 이프로벤포스, 아사조포스, 이소펜포스, 이소프로카브, 이속사티온, 이버멕틴, 람다-사이할로트린, 루페누론,
- [0054] 말라티온, 메카르밤, 메빈포스, 메설팅포스, 메트알데히드, 메트아크리포스, 메타미도포스, 메티다티온, 메티오카브, 메토밀, 메톨카브, 밀베멕틴, 모노크로토포스, 목시택틴,
- [0055] 날레드, NC 184, 니텐피람,
- [0056] 오메토에이트, 옥사밀, 옥시데메톤 M, 옥시데프로포스,
- [0057] 파라티온 A, 파라티온 M, 퍼메트린, 펜토에이트, 포레이트, 포살론, 포스메트, 포스파미돈, 폭심, 피리미카브, 피리미포스 M, 피리미포스 A, 프로페노포스, 프로메카브, 프로파포스, 프로폭수르, 프로티오포스, 프로토에이트, 피메트로진, 피라클로포스, 피리다헨티온, 피레스메트린, 피레트럼, 피리다벤, 피리미디펜, 피리프록시펜,
- [0058] 퀴날포스,
- [0059] 살리티온, 세부포스, 실라플루오펜, 설포텅, 설포프로포스,
- [0060] 테부페노지드, 테부펜피라드, 테부피리미포스, 테플루벤주론, 테플루트린, 테메포스, 테르밤, 테르부포스, 테트라클로르빈포스, 티아클로프리드, 티아페녹스, 티아메톡삼, 티오디카브, 티오파녹스, 티오메톤, 티오나진, 투링기엔신, 트랄로메트린, 트랜스플루트린, 트리아라텐, 트리아조포스, 트리아주론, 트리클로르폰, 트리플루무론, 트리메타카브,
- [0061] 바미도티온, XMC, 자일릴카브, 제타메트린.
- [0062] 언급될 수 있는 살연체동물제의 예는 메트알데히드 및 메티오카브이다.
- [0063] 언급될 수 있는 제초제의 예는 다음과 같다:

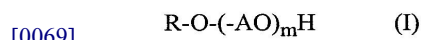
[0064] 아닐리드 이를테면, 예를 들어 디플루페니칸 및 프로파닐; 아틸카복시산 이를테면, 예를 들어, 디클로로피콜린산, 디캄바 및 피클로람; 아틸옥시알칸산 이를테면, 예를 들어 2,4-D, 2,4-DB, 2,4-DP, 플루르옥시피르, MCPA, MCPP 및 트리클로피르; 아틸옥시-페녹시-알칸산 에스테르 이를테면, 예를 들면 디클로포프-메틸, 페녹사프로프-에틸, 플루아지포프-부틸, 할록시포프-메틸 및 퀴잘로포프-에틸; 아지논 이를테면, 예를 들어 클로리다존 및 노르플루라존; 카바메이트 이를테면, 예를 들어 클로르프로팜, 데스메디팜, 펜메디팜 및 프로팜; 클로로아세트아닐리드 이를테면, 예를 들어 알라클로르, 아세트클로르, 부타클로르, 메타자클로르, 메톨라클로르, 프레틸라클로르 및 프로파클로르; 디니트로아닐린 이를테면, 예를 들어 오리잘린, 펜디메탈린 및 트리플루랄린; 디페닐 에테르, 이를테면, 예를 들어 아시플루오르펜, 비페녹스, 플루오로글리코펜, 포메사펜, 할로사펜, 락토펴 및 옥시플루오르펜; 우레아 이를테면, 예를 들어 클로르톨루론, 디우론, 플루오메투론, 이소프로투론, 리누론 및 메타벤즈티아주론; 하이드록실아민 이를테면, 예를 들어 알록시딤, 클레토딤, 사이클록시딤, 세톡시딤 및 트랄콕시딤; 이미다졸리논 이를테면, 예를 들어 이마제타피르, 이마자메타벤즈, 이마자피르 및 이마자퀸; 니트릴 이를테면, 예를 들어 브로목시닐, 디클로베닐 및 이옥시닐; 옥시아세트아미드 이를테면, 예를 들어 메페나세트; 설포닐우레아 이를테면, 예를 들어 아미도설푸론, 벤설푸론-메틸, 클로리무론-에틸, 클로르설푸론, 시노설푸론, 메트설푸론-메틸, 니코설푸론, 프리미설푸론, 피라조설푸론-에틸, 티펜설푸론-메틸, 트리아설푸론 및 트리베누론-메틸; 티오카바메이트 이를테면, 예를 들어 부틸레이트, 사이클로에이트, 디알레이트, EPTC, 에스프로카브, 몰리네이트, 프로셀포카브, 티오벤카브 및 트리-알레이트; 트리아진 이를테면, 예를 들어 아트라진, 시아나진, 시마진, 시메트린, 테르부트린 및 테르부틸라진; 트리아지논 이를테면, 예를 들어 헥사지논, 메타미트론 및 메트리부진; 그 외에 이를테면, 예를 들어 아미노트리아졸, 벤푸레세이트, 벤타존, 신메틸린, 클로마존, 클로피랄리드, 디펜조쿠아트, 디티오피르, 에토푸메세이트, 플루오로클로리돈, 글루포시네이트, 글리포세이트, 이속사벤, 피리데이트, 퀴클로락, 퀴메락, 설포세이트 및 트리디판. 4-아미노-N-(1,1-디메틸에틸)-4,5-디하이드로-3-(1-메틸에틸)-5-옥소-1H-1,2,4-트리아졸-1-카복사아미드 및 2-((((4,5-디하이드로-4-메틸-5-옥소-3-프로폭시-1H-1,2,4-트리아졸-1-일)카보닐)아미노)설포닐)-메틸 벤조에이트가 또한 언급될 수 있다.

[0065] 언급될 수 있는 식물 생장 조절제의 예로는 클로로콜린 클로라이드 및 에테폰이 있다.

[0066] 언급될 수 있는 식물 영양제의 예로는 식물에 매크로- 및/또는 미량 영양소를 제공하기 위한 통상의 무기 또는 유기 비료가 있다.

[0067] 언급될 수 있는 방충제의 예로는 디에틸-톨릴아미드, 에틸헥산디올 및 부토피로녹실이다.

[0068] 본 조성물에 적합한 침투 촉진제는 식물내로 농약 활성 화합물 제제의 침투를 향상시키기 위해 통상적으로 사용되는 모든 물질이다. 하기 일반식 (I)의 알칸올 알콕실레이트가 바람직하다:



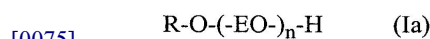
[0070] 상기 식에서,

[0071] R은 4 내지 20 개의 탄소원자를 가진 직쇄 또는 측쇄 알킬을 나타내고,

[0072] AO는 에틸렌 옥사이드 래디칼, 프로필렌 옥사이드 래디칼, 부틸렌 옥사이드 래디칼, 또는 에틸렌 옥사이드 및 프로필렌 옥사이드 래디칼 또는 부틸렌 옥사이드 래디칼의 혼합물을 나타내며,

[0073] m은 2 내지 30의 수를 나타낸다.

[0074] 특히 바람직한 침투 촉진제 그룹은 하기 일반식 (Ia)의 알칸올 알콕실레이트이다:



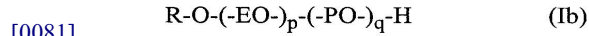
[0076] 상기 식에서,

[0077] R은 상기 나타낸 의미를 가지며,

[0078] EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,

[0079] n은 2 내지 20의 수를 나타낸다.

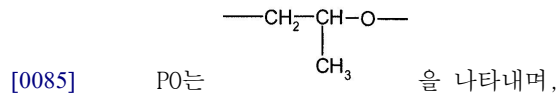
[0080] 보다 특히 바람직한 침투 촉진제 그룹은 하기 일반식 (Ib)의 알칸올 알콕실레이트이다:



[0082] 상기 식에서,

[0083] R은 상기 나타낸 의미를 가지며,

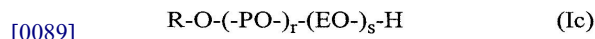
[0084] EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,



[0086] p는 1 내지 10의 수를 나타내고,

[0087] q는 1 내지 10의 수를 나타낸다.

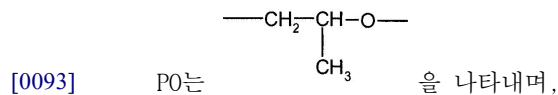
[0088] 보다 특히 바람직한 침투 촉진제 그룹은 하기 일반식 (Ic)의 알칸올 알콕실레이트이다:



[0090] 상기 식에서,

[0091] R은 상기 나타낸 의미를 가지며,

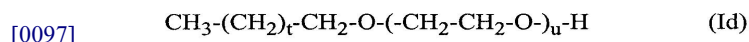
[0092] EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,



[0094] r은 1 내지 10의 수를 나타내고,

[0095] s는 1 내지 10의 수를 나타낸다.

[0096] 보다 특히 바람직한 침투 촉진제 그룹은 하기 일반식 (Id)의 알칸올 알콕실레이트이다:



[0098] 상기 식에서,

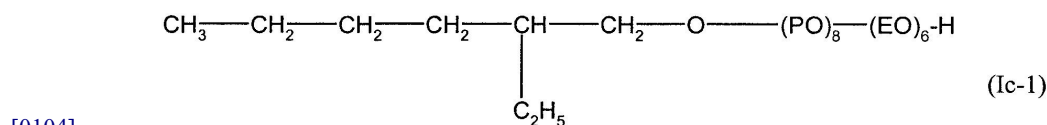
[0099] t는 8 내지 13의 수를 나타내며,

[0100] u는 6 내지 17의 수를 나타낸다.

[0101] 앞서 나타낸 일반식에서,

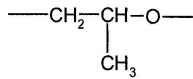
[0102] R은 바람직하게는 부틸, i-부틸, n-펜틸, i-펜틸, 네오펜틸, n-헥실, i-헥실, n-옥틸, i-옥틸, 2-에틸-헥실, 노닐, i-노닐, 데실, n-도데실, i-도데실, 라우릴, 미리스틸, i-트리데실, 트리메틸-노닐, 팔미틸, 스테아릴 또는 에이코실을 나타낸다.

[0103] 언급될 수 있는 일반식 (Ic)의 알칸올 알콕실레이트의 예는 하기 일반식 (Ic)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트이다:



[0105] 상기 식에서,

[0106] EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,



- [0107] PO는 을 나타내며,
- [0108] 수 8 및 6은 평균값이다.
- [0109] 특히 바람직한 일반식 (Id)의 알칸올 알콕실레이트는 t가 9 내지 12의 수를 나타내고 u가 7 내지 9의 수를 나타내는 구조식의 화합물이다.
- [0110] 상기 식은 알칸올 알콕실레이트의 일반적인 정의를 제시한다. 이들 물질은 상이한 사슬 길이를 가진 상기한 유형의 물질의 혼합물이다. 따라서, 지수의 경우, 또한 정수와는 다른 평균값이 산출될 수 있다.
- [0111] 예로서, t가 평균값 10.5를 나타내고, u가 평균값 8.4를 나타내는 일반식 (Id)의 알칸올 알콕실레이트가 언급될 수 있다.
- [0112] 상기 언급된 일반식의 알칸올 알콕실레이트는 공지되어 있거나 공지된 방법에 의해 제조될 수 있다(참조. WO 98-35 553, WO 00-35 278 및 EP-A 0 681 865).
- [0113] 가능한 식물성 오일은 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있고 식물로부터 수득될 수 있는 모든 오일이다. 예로서, 해바라기유, 유채유(rape seed oil), 올리브오일, 피마자유, 평지유(colza oil), 옥수수 배아유, 면실유 및 대두유가 언급될 수 있다.
- [0114] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물은 적어도 하나의 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제 및/또는 적어도 하나의 음이온성 계면활성제 또는 분산보조제를 포함한다.
- [0115] 적합한 비이온성 계면활성제 또는 분산보조제는 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 유형의 모든 물질이다. 바람직하게, 폴리에틸렌 옥사이드-폴리프로필렌 옥사이드 블록 공중합체, 선형 알코올의 폴리에틸렌 글리콜 에테르, 에틸렌 옥사이드 및/또는 프로필렌 옥사이드와 지방산의 반응 생성물, 또한 폴리비닐 알코올, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐 알코올과 폴리비닐피롤리돈의 공중합체, 및 (메트)아크릴산과 (메트)아크릴산 에스테르의 공중합체, 또한 임의로 인산화 및 염기에 의해 임의로 중성화될 수 있는 알킬 에톡실레이트 및 알킬아릴 에톡실레이트(여기서 소르비톨 에톡실레이트가 예로서 언급될 수 있다), 및 폴리옥시알킬렌아민 유도체가 언급될 수 있다.
- [0116] 가능한 음이온성 계면활성제는 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 유형의 모든 물질이다. 알킬설폰산 또는 알킬아릴설폰산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염이 바람직하다.
- [0117] 더욱 바람직한 음이온성 계면활성제 또는 분산보조제의 그룹은 식물성 오일에 거의 용해되지 않는 폴리스티렌설폰산의 염, 폴리비닐설폰산의 염, 나프탈렌설폰산-포름알데히드 축합생성물의 염, 나프탈렌설폰산, 페놀설폰산 및 포름알데히드의 축합생성물의 염 및 리그노설폰산의 염이다.
- [0118] 본 발명에 따른 제제에 함유될 수 있는 적합한 보조제는 유화제, 소포제, 방부제, 향산화제, 착색제 및 불활성 충전물질이다.
- [0119] 바람직한 유화제는 에톡실화 노닐페놀, 에틸렌 옥사이드 및/또는 프로필렌 옥사이드와 알킬페놀의 반응생성물, 에톡실화 아릴알킬페놀, 에톡실화 및 프로폭실화 아릴알킬페놀 및 황산화 또는 인산화 아릴알킬 에톡실레이트 또는 -에톡시-프로폭실레이트(여기서, 폴리에틸렌 옥사이드-소르비탄 지방산 에스테르 및 소르비탄 지방산 에스테르와 같은 소르비탄 유도체가 예로서 언급될 수 있다)이다.
- [0120] 적합한 소포제 물질은 이러한 목적을 위해 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 모든 물질이다. 실리콘 오일 및 마그네슘 스테아레이트가 바람직하다.
- [0121] 가능한 방부제는 이러한 목적을 위해 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 모든 물질이다. 언급될 수 있는 예는 Preventol®(바이엘 아게) 및 Proxel®이다.
- [0122] 적합한 향산화제는 이러한 목적을 위해 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 모든 물질이다. 부틸하이드록시톨루엔이 바람직하다.
- [0123] 가능한 착색제는 이러한 목적을 위해 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있는 모든 물질이다. 이산화티탄, 카본블랙, 산화아연 및 청색 안료 및 퍼마넨트 레드(Permanent Red) FGR이 예로서 언급될 수 있다.
- [0124] 적합한 불활성 충전물질은 이러한 목적을 위해 농약제제에 통상적으로 사용될 수 있고 증점제로서 작용하지 않

는 모든 물질이다. 카보네이트, 실리케이트 및 옥사이드와 같은 무기 입자 및 또한 우레아-포름알데히드 축합물과 같은 유기 물질이 바람직하다. 카올린, 금홍석, 실리카("고분산 규산"), 실리카 겔, 및 천연 및 합성 실리케이트, 활석이 예로서 언급될 수 있다.

[0125] 개별적인 성분의 함량은 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물에서 넓은 범위내에서 변할 수 있다. 즉,

[0126] - 농약 활성 화합물의 농도는 일반적으로 5 내지 30 중량%, 바람직하게는 10 내지 25 중량%이고,

[0127] - 침투 촉진제의 농도는 일반적으로 5 내지 55 중량%, 바람직하게는 15 내지 40 중량%이며,

[0128] - 식물성 오일의 농도는 일반적으로 15 내지 55 중량%, 바람직하게는 20 내지 50 중량%이고,

[0129] - 계면활성제 또는 분산보조제의 농도는 일반적으로 2.5 내지 30 중량%, 바람직하게는 5.0 내지 25 중량%이며,

[0130] - 첨가제의 농도는 일반적으로 0 내지 25 중량%, 바람직하게는 0 내지 20 중량%이다.

[0131] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물은 성분들을 각 경우에 원하는 비율로 서로 혼합함으로써 제조된다. 구성요소를 서로 혼합하는 경우 순서는 임의적이다. 편의상, 고체 성분은 미분쇄 상태로 사용될 수 있다. 그러나, 우선 구성요소를 혼합한 후 생성된 현탁액을 거칠게 분쇄한 다음 평균 입경이 20 μm 이하이도록 미세하게 분쇄하는 것이 또한 가능하다. 고체 입자의 평균 입경이 1 내지 10 μm 인 현탁 농축물이 바람직하다.

[0132] 본 발명에 따른 방법을 수행하는 경우, 온도는 각 경우에 비교적 넓은 범위내에서 변화될 수 있다. 일반적으로, 반응은 10 내지 60 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 15 내지 40 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 수행된다.

[0133] 본 발명에 따른 방법을 수행하는 경우, 농약제제의 제조에 사용되는 통상의 혼합 및 분쇄 장치가 적합하다.

[0134] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물은 결정 성장이 관찰되지 않기 때문에 승온 또는 저온에서 비교적 오랜 저장후에도 안정한 제제이다. 이들 농축물을 물로 희석하여 균일한 분무액으로 전환시킬 수 있다. 이들 분무액은 통상의 방법에 따라, 즉 예를 들어 분무, 관수 또는 주입에 의해 사용될 수 있다.

[0135] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물의 적용비율은 비교적 넓은 범위내에서 변화될 수 있다. 특정 농약 활성 화합물 및 제제중의 함량에 따라 좌우된다.

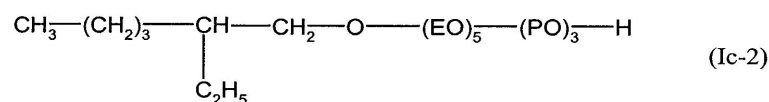
[0136] 본 발명에 따른 오일-기제 현탁 농축물의 도움으로, 농약 활성 화합물이 특히 유리한 방식으로 식물 및/또는 이들의 서식지에 적용될 수 있다. 이 경우에 함유된 농약 활성 화합물은 상응하는 종래의 제제 형태로 적용하는 것보다 우수한 생물학적 활성을 나타낸다.

[0137] 본 발명이 하기 실시예에 의해 설명된다.

[0138] 제조실시예

[0139] 실시예 1

[0140] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 48.4 g, 알킬아릴설포네이트, 에틸헥산을 및 알칸올 알콕실레이트의 혼합물 45.6 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레레이트 40.0 g, 실리콘 오일 0.4 g 및 부틸하이드록시톨루엔 0.8 g을 실온에서 교반하면서 하기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 88.0 g 및 해바라기유 176.8 g의 혼합물에 첨가하였다:



[0141] 상기 식에서,

[0142] EO는 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ 를 나타내고,

[0143] PO는 $-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-\text{O}-$ 을 나타내며,

[0144] 수 5 및 3은 평균값이다.

[0146] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0147] 실시예 2

[0148] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 78.2 g, 칼슘 알킬아릴설포네이트, 알킬페놀 에톡실레이트 및 나프타 용액의 혼합물 40.0 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 40.0 g, 실리콘 오일 0.4 g 및 부틸하이드록시톨루엔 0.8 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 80.0 g 및 해바라기유 160.6 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0149] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0150] 실시예 3

[0151] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 50.4 g, 알킬아릴설포네이트 및 에틸헥산올의 혼합물 27.5 g, 평균 15 개의 에틸렌 옥사이드 그룹을 가진 단일 측쇄의 알칸올 에톡실레이트 5.25 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 25.0 g, 실리콘 오일 0.25 g 및 부틸하이드록시톨루엔 0.5 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 50.0 g 및 해바라기유 91.1 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0152] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0153] 실시예 4

[0154] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 49.4 g, 알킬아릴설포네이트 및 에틸헥산올의 혼합물 23.75 g, 평균 15 개의 에틸렌 옥사이드 그룹을 가진 단일 측쇄의 알칸올 에톡실레이트 4.5 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 25.0 g, 실리콘 오일 0.25 g 및 부틸하이드록시톨루엔 0.5 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 50.0 g 및 해바라기유 96.6 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0155] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0156] 실시예 5

[0157] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 692.54 g, 알킬아릴설포네이트, 알칸올 에톡실레이트 및 나프타 용액의 혼합물 300.0 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 300.0 g, 실리콘 오일 3.0 g 및 부틸하이드록시톨루엔 6.0 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 600.0 g 및 해바라기유 1098.46 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0158] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0159] 실시예 6

[0160] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 577.1 g, 알킬아릴설포네이트, 에틸헥산올 및 알칸올 에톡실레이트의 혼합물 327.5 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 250.0 g, 실리콘 오일 2.5 g 및 부틸하이드록시톨루엔 5.0 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 500.0 g 및 해바라기유 837.9 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0161] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μm 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0162] **실시예 7**

[0163] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 44.4 g, β -사이플루트린 5.6 g, 알킬아릴설포네이트, 에틸헥산을 및 알칸올 에톡실레이트의 혼합물 49.7 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 44.0 g, 실리콘 오일 0.4 g 및 부틸하이드록시톨루엔 0.8 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 101.3 g 및 해바라기유 193.8 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0164] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μ m 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0165] **실시예 8**

[0166] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 121.0 g, β -사이플루트린 15.2 g, 알킬아릴설포네이트, 에틸헥산을 및 알칸올 에톡실레이트의 혼합물 78.6 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 60.0 g, 실리콘 오일 0.6 g 및 부틸하이드록시톨루엔 1.2 g을 실온에서 교반하면서 상기 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 120.0 g 및 해바라기유 203.4 g의 혼합물에 첨가하였다.

[0167] 첨가 종료후, 혼합물을 실온에서 추가로 10 분동안 교반하였다. 이 과정에서 생성된 균일한 현탁액을 먼저 거칠게 분쇄한 다음 고체 입자의 90%가 6 μ m 이하의 평균입경을 가진 현탁액이 수득되도록 미세하게 분쇄하였다.

[0168] **실시예 9**

[0169] 현탁 농축물을 제조하기 위해, 티아클로프리트 138.5 g, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 올레에이트 60.0 g, 폴리스티렌-아크릴산 공중합체 12.0 g, 폴리옥시에틸렌 지방산 글리세라이드 48.0 g, 실리콘 오일 0.6 g 및 부틸하이드록시톨루엔 1.2 g을 실온에서 교반하면서 하기 일반식의 알칸올 알콕실레이트 120.0 g 및 캐즈유 219.7 g의 혼합물에 첨가하였다:

[0170] $R-O-(EO)_3-(PO)_6-H$

[0171] 상기 식에서,

[0172] R은 12 내지 14 개의 탄소원자를 가진 알킬을 나타내고,

[0173] EO는 $-CH_2-CH_2-O-$ 를 나타내며,

[0174] PO는 $\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---O---} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ 를 나타내고,

[0175] 수 3 및 6은 평균값이다.

[0176] **사용실시예**

[0177] **실시예 I**

[0178] **안정성 시험**

[0179] 안정성을 측정하기 위해, 실시예 2에 기술된 조성물의 현탁 농축물 100 g을 각각 -10 $^{\circ}$ C, 실온, +30 $^{\circ}$ C, +40 $^{\circ}$ C, +54 $^{\circ}$ C, 교대 온도(-15 $^{\circ}$ C에서 6 시간 이어 +30 $^{\circ}$ C에서 6 시간)에서 수주동안 저장하였다.

[0180] 실험결과를 하기 표에 기록하였다.

표 1a

[0181] -10 ℃에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%)*)					99
침전물					없음
재분산성					양호
입경**)(μm)					5.35
활성화합물의 함량(%)					19.8

[0182] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0183] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

표 1b

[0184] 실온에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%)*)			97		89
침전물			없음		없음
재분산성			양호		양호
입경**)(μm)			5.31		5.86
활성화합물의 함량(%)			20.1		19.6

[0185] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0186] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

표 1c

[0187] +30 ℃에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%)*)			94		84
침전물			없음		없음
재분산성			양호		양호
입경**)(μm)			6.57		5.74
활성화합물의 함량(%)			20.0		19.8

[0188] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0189] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

표 1d

[0190] +40 ℃에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%)*)		93	92	87	82
침전물		없음	없음	없음	없음

재분산성		양호	양호	양호	양호
입경 ^{**} (μm)		6.01	6.29	7.08	6.4
활성화합물의 함량(%)		20.2	19.3	20.1	19.7

[0191] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0192] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

표 1e

[0193] +54 °C에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%) [*]	96	89	83		
침전물	없음	없음	없음		
재분산성	양호	양호	양호		
입경 ^{**} (μm)		8.81	6.61		
활성화합물의 함량(%)	20.1	20.0	20.1		

[0194] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0195] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

표 1f

[0196] 교대 온도에 저장

	2주후	4주후	8주후	16주후	26주후
침전물 부피(%) [*]		98	99		
침전물		없음	없음		
재분산성		양호	양호		
입경 ^{**} (μm)		5.62	6.17		
활성화합물의 함량(%)		20.0	19.8		

[0197] *) 침전물 부피 = 샘플 총부피에 대한 침전물상의 부피

[0198] **) 오일상내 고체 입자의 90%를 측정 한 평균입경

[0199] 실시예 II

[0200] 침투성 시험

[0201] 본 실시예에서, 효소적으로 분리된 사과나무 잎 큐티클에의 활성 화합물의 침투성을 측정하였다.

[0202] 골든 델리셔스(Golden Delicious) 품종 사과나무의 완전성숙 상태에서 잘라낸 잎을 사용하였다.

[0203] - 염료로 저부를 표지하고 천공한 잎 디스크에 pH 3 내지 4로 완충시킨 펙티나제 용액(0.2 내지 2% 세기)을 진공 침투(vacuum infiltration) 수단에 의해 충전한 다음

[0204] - 소듐 아지드를 첨가한 후

[0205] - 이 방법으로 처리한 잎 디스크를 원래의 잎 구조가 붕괴되고 비세포성 큐티클이 분리될 때까지 방치하여 큐티

클을 분리하였다.

[0206] 그 후, 기공 및 모용이 없는 잎 상부의 잎 큐티클만 추가로 사용하였다. 이것을 물 및 pH 7의 완충용액을 사용하여 교대로 수회 세척하였다. 마지막으로, 수득한 세척된 큐티클을 작은 테프론 플레이트상에 올리고 평탄하게 한 다음 온화한 에어 제트를 사용하여 건조시켰다.

[0207] 다음 단계로, 막 투과 연구를 위해 수득한 큐티클 막을 스테인리스 스틸의 확산 셀(=이송 챔버)에 배치하였다. 이를 위해, 핀셋을 사용하여 큐티클을 실리콘 그리스로 코팅된 확산 셀 가장자리상에 중심적으로 배치하고 마찬가지로 그리스를 바른 링을 사용하여 밀봉하였다. 형태학상으로 큐티클의 외측이 바깥쪽, 즉 공기를 향하도록 배치하였고, 반면 원래의 내측은 확산 셀의 내부에 면하도록 했다. 확산 셀을 물 또는 물과 용매의 혼합물로 충전하였다.

[0208] 침투성 측정을 위해, 하기 언급된 조성의 분무액 9 μ l를 각각 큐티클의 외측에 도포하였다.

[0209] 분무액 A

[0210] 티아클로프리트 0.2 g,

[0211] 해바라기유 0.4 g

[0212] 제제 보조제 0.4 g

[0213] 물 1 ℓ

[0214] 분무액 B

[0215] 티아클로프리트 0.2 g,

[0216] 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 0.5 g

[0217] 제제 보조제 0.3 g

[0218] 물 1 ℓ

[0219] 분무액 C

[0220] 티아클로프리트 0.2 g,

[0221] 해바라기유 0.4 g

[0222] 일반식 (Ic-2)의 2-에틸-헥실 알콕실레이트 0.2 g

[0223] 제제 보조제 0.2 g

[0224] 물 1 ℓ

[0225] 분무액 D

[0226] 티아클로프리트 0.2 g,

[0227] 제제 보조제 0.3 g

[0228] 물 1 ℓ

[0229] (물로 희석하여 상업적으로 입수가능한 현탁 농축물로부터 제조하였다).

[0230] CIPAC 물을 각 경우에 분무액에 사용하였다.

[0231] 분무액을 도포한 후, 물을 각각 증발시킨 다음 챔버를 각각 돌려 자동온도조절장치에 배치하였다(각 경우에 질산칼슘 4수화물 포화수용액이 큐티클의 외측 아래에 위치하였다). 따라서, 상대습도 56% 및 설정 온도 25 $^{\circ}$ C에서 침투가 개시되었다. 규칙적인 간격으로 시린지를 사용하여 샘플을 옮기고 HPLC를 사용하여 침투된 활성

화합물의 함량을 조사하였다.

[0232] 실험결과는 하기 표로부터 알 수 있다. 제시된 수는 8 회 측정한 값의 평균값이다.

표 2

[0233]

	활성 화합물 침투성(%)		
	5 시간후	10 시간후	20 시간후
A	1	3	4
B	10	16	20
C	6	17	40
D			1