



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년10월12일
(11) 등록번호 10-0987591
(24) 등록일자 2010년10월06일

(51) Int. Cl.
A01N 25/30 (2006.01) A01N 43/54 (2006.01)
A01N 25/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2004-7014878
(22) 출원일자(국제출원일자) 2003년03월24일
심사청구일자 2007년12월26일
(85) 번역문제출일자 2004년09월21일
(65) 공개번호 10-2004-0099351
(43) 공개일자 2004년11월26일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2003/003542
(87) 국제공개번호 WO 2003/082008
국제공개일자 2003년10월09일
(30) 우선권주장
JP-P-2002-00097125 2002년03월29일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP02969475 B*
EP0512739 A*
JP2000044546 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
구미아이 가가쿠 교교 가부시킴가이사
일본국 도쿄도 다이토쿠 이케노하타 1쵸메 4반 2
6고
(72) 발명자
오자키에이스케
일본국 도쿄도 다이토쿠 이케노하타 1쵸메 4반 2
6고 구미아이가가쿠교교 가부시킴가이사나이
쿠리타카즈노리
일본국 도쿄도 다이토쿠 이케노하타 1쵸메 4반 2
6고 구미아이가가쿠교교 가부시킴가이사나이
오카와테츠오
일본국 도쿄도 다이토쿠 이케노하타 1쵸메 4반 2
6고 구미아이가가쿠교교 가부시킴가이사나이
(74) 대리인
신중훈, 임옥순

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 반응병

(54) 입상 농약조성물

(57) 요약

종래의 입상 농약조성물에 따른 문제점을 극복하여, 간편한 조성으로 조제할 수 있으며, 농약활성성분의 서방성(徐放性)을 얻을 수 있으므로, 환경부하를 저감하고, 농약활성성분에 의해 발생하는 약해(藥害)를 경감 또는 방지할 수 있는 입상 농약조성물을 제공한다. 상기 입상 농약조성물은, 산성 농약활성성분과 양이온 계면활성제와 염기성 물질을 함유한다. 그 중에서도 1질량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 5이상인 것으로 한다. 산성 농약활성성분으로서 pKa2 ~ 7인 것이, 양이온 계면활성제로서는 수중에서 겔화하거나, 혹은 팽윤성을 나타내는 것이 바람직하다.

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

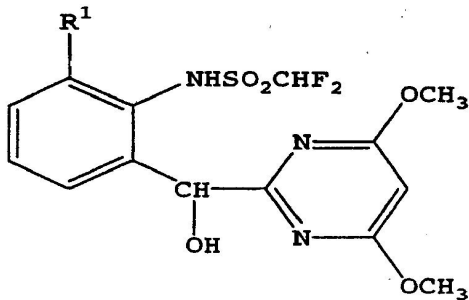
삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

일반식

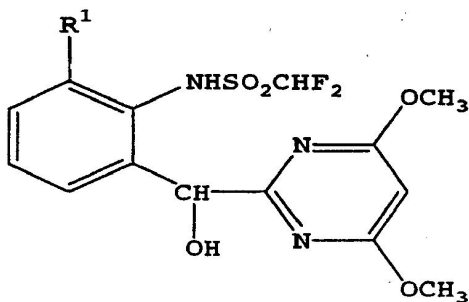


(식 중의 R¹은 수소 원자, 알킬기 또는 알콕시알킬기임)로 나타내는 디플루오르메탄설포닐아닐리드 유도체 또는 그 염과, 양이온 계면 활성제와, 염기성 물질을 함유하고,

1질량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 5이상인 것을 특징으로 하는 입상 농약조성물.

청구항 8

일반식



(식 중의 R¹은 수소 원자, 알킬기 또는 알콕시알킬기임)로 나타내는 디플루오르메탄설포닐아닐리드 유도체 또는 그 염과, 양이온 계면 활성제와, 염기성 물질을 함유하고,

1질량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 농약활성성분의 pKa치 이상인 것을 특징으로 하는 입상 농약조성물.

청구항 9

삭제

청구항 10

제 7항에 있어서,

양이온 계면활성제가 수중에서 겔화하거나, 혹은 팽윤성을 나타내는 것을 특징으로 하는 입상농약 조성물.

청구항 11

제 8항에 있어서,

양이온 계면활성제가 수중에서 겔화하거나, 혹은 팽윤성을 나타내는 것을 특징으로 하는 입상농약 조성물.

청구항 12

제 7항, 제 8항, 제 10항 또는 제 11항 중 어느 한 항에 기재된 입상농약조성물과, 양이온 계면활성제 및 염기성 물질 중 어느 한쪽 혹은 이들 양쪽을 함유하지 않은 농약 입상물을 1:9~9:1의 질량비로 혼합해서 이루어지는 것을 특징으로 하는 혼합농약입제(粒劑)조성물.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은, 장기간 약효를 발휘시키는 동시에, 약해(藥害)를 경감 또는 방지하고, 환경부하를 저감할 수 있는 입상 농약조성물에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 종래부터, 농약활성성분을 함유한 입상 농약조성물의 약해 경감이나 약효 지속을 도모하기 위해서, 농약활성성분의 용출을 제어할 수 있는 제제(製劑)법이 다양하게 연구되어 왔다. 예를 들면, 파라핀왁스, 혹은 활성탄, 입상 발포체, 점토광물을 조합해서 배합하여 서방화(徐放化)하는 방법(일본국 특개소63-35504호, 일본국 특개소 63-45201호, 일본국 특개평2-288803호)이나, 설폰닐우레아계 화합물의 약해 경감에 다이프론(dymron)을 배합하는 방법(일본국 특개소62-161702호, 일본국 특개평3-72407호) 등이 제안되어 있다.

[0003] 그러나, 이와 같은 종래의 서방화방법은 반드시 효과적인 것은 아니며, 입상 농약조성물의 조제법이 번잡하거나, 농약조성물의 방출이 불충분하고, 농약활성성분의 대부분이 유효하게 이용되지 않아 농약조성물 중에 그대로 잔존하는 등의 문제가 있었다. 또, 어느 농약활성성분의 약해를 경감하는 데에 다이프론과 같은 다른 농약활성성분을 첨가하는 방법에서는, 필요 이상의 농약활성성분이 환경 중에 방출되게 되며, 결과적으로 환경에 대한 부담이 커지는 등의 문제가 있었다.

발명의 상세한 설명

[0004] 본 발명은, 이와 같은 사정 하에서, 종래의 입상 농약조성물에 따른 문제점을 극복하여, 간편한 방법에 의해 조제할 수 있으며, 또한 장기간에 걸쳐서 농약활성성분의 약효를 발휘시키는 동시에, 환경부하를 저감하여, 농약활성성분에 의해 발생하는 약해를 경감 또는 방지할 수 있는 입상 농약조성물을 제공하는 것을 과제로 하는 것이다.

[0005] 본 발명자들은, 입상 농약조성물에 대해서 예의 연구한 결과, 그 조성을, 산성 농약활성성분에 양이온 계면활성제와 염기성 물질을 배합한 것으로 함으로써, 상기의 과제가 해결되는 것을 발견하고, 이 식견에 의거해서 본 발명을 이루는 데에 이르렀다.

[0006] 즉, 본 발명에 의하면, 이하의 조성물이 제공된다.

[0007] (1) 산성 농약활성성분과 양이온 계면활성제와 염기성 물질을 함유하는 것을 특징으로 하는 입상 농약조성물.

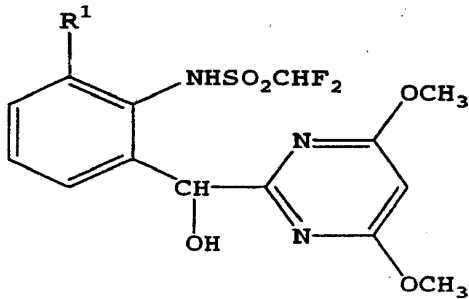
[0008] (2) 산성 농약활성성분이 pKa2 ~ 7의 것인 상기 (1)에 기재된 입상 농약조성물.

[0009] (3) 양이온 계면활성제가 수중에서 겔화하거나, 혹은 팽윤성을 나타내는 것인 상기 (1) 또는 (2)에 기재된 입상 농약조성물.

[0010] (4) 산성 농약활성성분이 제조체인 상기 (1), (2) 또는 (3)에 기재된 입상 농약조성물.

[0011] (5) 제조체가 설포닐우레아계 화합물인 상기 (4)에 기재된 입상 농약조성물.

[0012] (6) 제조체가 일반식 (I)



[0013] (I)

[0014] (식 중의 R¹은 수소 원자, 알킬기 또는 알콕시알킬기임)로 나타내는 디플루오르메탄설포닐아닐리드 유도체 또는 그 염인 상기 (4)에 기재된 입상 농약조성물.

[0015] (7) 1질량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 5이상인 상기 (1) 내지 (6) 중 어느 한 항에 기재된 입상 농약조성물.

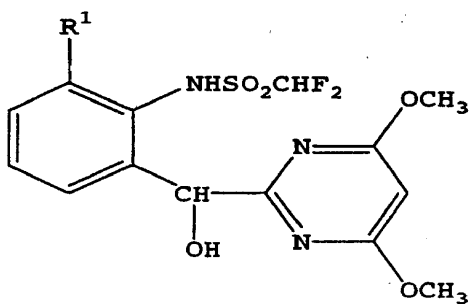
[0016] (8) 1질량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 농약활성성분의 pKa치 이상인 상기 (1) 내지 (7) 중 어느 한 항에 기재된 입상 농약조성물.

[0017] (9) 상기 (1) 내지 (8) 중 어느 한 항에 기재된 입상 농약조성물과, 양이온 계면활성제 및 염기성 물질 중 어느 한쪽 혹은 이들 양쪽을 함유하지 않은 농약 입상물을 1 : 9 ~ 9 : 1의 질량비로 혼합해서 이루어지는 혼합농약 입제(粒劑) 조성물.

실시예

[0018] 본 발명의 입상 농약조성물에 이용되는 산성 농약활성성분의 종류에 대해서는 특별히 제한되지 않지만, 통상, 제조제, 식물성장조정제, 살균제, 살충제 등이며, 그 중에서도 pKa2 ~ 7의 범위인 것이 바람직하며, 또, 기하이성체, 광학이성체 등도 포함된다.

[0019] 제조제로서는 특별히 제한되지 않지만, pKa2 ~ 7인 것이 바람직하며, 특히 설포닐우레아계 화합물이나, 일반식 (I)



[0020] (I)

[0021] (식 중의 R¹은 수소 원자, 알킬기 또는 알콕시알킬기임)로 나타내는 디플루오르메탄설포닐아닐리드 유도체 또는 그 염을 주성분으로 하는 것이 특히 바람직하다.

[0022] 설포닐우레아계 화합물의 예로서는, 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-[1-메틸-4-(2-메틸-2H-테트라졸-5-일)피라졸-5-일설포닐]요소(아짐설포론), 1-(2-클로로이미다조[1,2-a]피리딘-3-일설포닐)-3-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)요소(이마조설포론), 에틸 5-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일카르바모일설포닐)-1-메틸피라졸-4-카르복시레이트(피라조설포론에틸), 메틸 α-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일카르바모일설포닐)-0-톨루에이트(벤설포론메틸), 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(2-에톡시페녹시설포닐)요소(에톡시설포론), 1-[2-(사이클로프로필카르

보닐)아닐리노설포닐]-3-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)요소(사이클로설포무론), 1-(4,6-디메톡시-1,3,5-트리아딘-2-일)-3-[2-(2-메톡시에톡시)페닐설포닐]요소(시노설포무론), 메틸 3-(4-메톡시-6-메틸-1,3,5-트리아딘-2-일)카르바모일설포파오일)-2-테노에이트(티펜설포무론메틸), 2-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)카르바모일설포파오일)-N,N-디메틸니코틴아미드(니코설포무론), 메틸 3-클로로-5-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)카르바모일설포파오일)-1-메틸피라졸-4-카르복시레이트(할로설포무론메틸), 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-트리플루오르메틸-2-피리딜설포닐)요소(플라자설포무론), 1-(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)-3-(3-에틸설포닐-2-피리딜설포닐)요소(림설포무론)등을 들 수 있다.

[0023] 디플루오르메탄설포닐아닐리드 유도체 또는 그 염의 예로서는, 일본국 특개2000-44546호 공보에 기재되어 있는 화합물, 예를 들면 2-[(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)히드록시메틸]-N-디플루오르메탄설포닐아닐리드, 2-[(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)히드록시메틸]-6-메톡시메틸-N-디플루오르메탄설포닐아닐리드, 2-[(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)히드록시메틸]-6-에틸-N-디플루오르메탄설포닐아닐리드 등을 들 수 있다.

[0024] 그 외의 제조제의 예로서는, 2-메틸-4-클로로페녹시티오아세트산-S-에틸(페노티올), α -(2-나프톡시)프로피온아닐리드(나프로아닐리드), 5-(2,4-디클로로페녹시)-2-니트로안식향산메틸(비페녹스), S-(4-클로로벤질)-N,N-디에틸티오카바메이트(벤티오카브), S-벤질 1, 2-디메틸프로필(에틸)티오카바메이트(에스프로카르브), S-에틸헥사히드로-1H-아제핀-1-카보티오에이트(모리네이트), S-1-메틸-1-페닐에틸 피페리딘-1-카보티오에이트(디메피페레이트), 0-3-tert-부틸페닐 6-메톡시-2-피리딜(메틸)티오카바메이트(피리부티카르브), 2-클로로-2',6'-디에틸-N-(부톡시메틸)아세트아닐리드(부타크롤), 2-클로로-2',6'-디에틸-N-(2-프로폭시에틸)아세트아닐리드(프레티라크롤), (RS)-2-브로모-N-(α , α -디메틸벤질)-3,3-디메틸부틸아미드(브로모부티드), 2-벤소티아졸-2-일옥시-N-메틸아세트아닐리드(메페나셀), 1-(α , α -디메틸벤질)-3-(파라트릴)요소(다임론), 2-메틸티오-4,6-비스(에틸아미노)-s-트리아딘(시메트린), 2-메틸티오-4,6-비스(이소프로필아미노)-s-트리아딘(프로메트린), 2-메틸티오-4-에틸아미노-6-(1,2-디메틸프로필아미노)-s-트리아딘(디메타메트린), 2,4-디클로로페닐-3'-메톡시-4'-니트로페닐에테르(크로메톡시닐), 5-tert-부틸-3-(2,4-디클로로-5-이소프로폭시페닐)-1,3,4-옥사디아졸-2(3H)-온(옥사디아존), 4-(2,4-디클로로벤조일)-1,3-디메틸-5-피라조릴-p-톨루엔설포네이트(피라졸레이트), 2-[4-(2,4-디클로로벤조일)-1,3-디메틸피라졸-5-일옥시]아세트페논(피라족시펜), (RS)-2-(2,4-디클로로-m-트릴옥시)프로피온아닐리드(크롬프로프), 2-[4-(2,4-디클로로-m-톨루오일)-1,3-디메틸피라졸-5-일옥시]-4'-메틸아세트페논(벤조페납), S,S'-디메틸 2-디플루오르메틸-4-이소부틸-6-트리플루오르메틸피리딘-3,5-디카르보티오에이트(디티오필), 2-클로로-N-(3-메톡시-2-테닐)-2',6'-디메틸아세트아닐리드(테닐클로르), 부틸 (R)-2-[4-(4-시아노-2-플루오르페녹시)페녹시]프로피오네이트(사이할로호프부틸), 3-[1-(3,5-디클로로페닐)-1-메틸에틸]-2,3-디히드로-6-메틸-5-페닐-4H-1,3-옥사딘-4-온(옥사디클로메혼), 3-(4-클로로-5-사이클로헥실옥시-2-플루오르페닐)-5-이소프로피리덴-1,3-옥사조리딘-2,4-디온(펜톡사존), 1-(디에틸카르바모일)-3-(2,4,6-트리메틸페닐설포닐)-1,2,4-트리아졸(카펜스트롤), 메틸 2-[(4,6-디메톡시피리미딘-2-일)옥시]-6-[(E)-1-(메톡시이미노)에틸]벤조에이트(피리미노박메틸) 등을 들 수 있다.

[0025] 식물성장조정제로서는 특별히 제한되지 않지만, 4'-클로로-2'-(α -히드록시 벤질)이소니코틴아닐리드(이나벤피드), (2RS,3RS)-1-(4-클로로페닐)-4,4-디메틸-2-(1H-1,2,4-트리아졸-1-일)펜탄-3-올(파크로부트라졸), (E)-(S)-1-(4-클로로페닐)-4,4-디메틸-2-(1H-1,2,4-트리아졸-1-일)펜타-1-엔-3-올(우니코나졸), 칼슘 3-옥시드-5-옥소-4-프로피오닐시클로헥사-3-엔카르복실레이트(프로헥사디온칼슘염), 말레인산히드라디드콜린을 들 수 있다. 이들 중 pKa2 ~ 7인 것이 특히 매우 적합하게 이용된다.

[0026] 살균제로서는 특별히 제한되지 않지만, 0,0-디이소프로필-S-벤질티오포스페이트(IBP), 3'-이소프로폭시-2-메틸벤즈아닐리드(메프로닐), α , α , α -트리플루오르-3'-이소프로폭시-o-트리아닐리드(플루트라닐), 3,4,5,6-테트라클로로-N-(2,3-디클로로페닐)프탈아미드산(테크로프타람), 1-(4-클로로벤질)-1-사이클로헥실-3-페닐요소(펜시크론), 6-(3,5-디클로로-4-메틸페닐)-3(2H)-피리다딘(디클로메딘), 메틸 N-(2-메톡시아세틸)-N-(2,6-크시틸)-DL-알라니네이트(메타락실), (E)-4-클로로- α , α , α -트리플루오르-N-(1-이미다졸-1-일-2-프로폭시에틸리덴)-o-톨루이딘(트리플루미졸), 카스가마이신, 바리다마이신, 3-알릴옥시-1, 2-벤조이소티아졸-1,1-디옥시드(프로페나졸), 디이소프로필 1,3-디티올란-2-일리덴-마로네이트(이소프로티올란), 5-메틸-1,2,4-트리아조로[3,4-b]벤조티아졸(트리시크라졸), 1,2,5,6-테트라히드로필로로[3,2,1-ij]퀴놀린-4-온(피로퀼론), 5-에틸-5,8-디히드로-8-옥소[1,3]디옥소로[4,5-g]퀴놀린-7-카르복시산(옥소린산), (Z)-2'-메틸아세트페논 4,6-디메틸피리미딘-2-일히드라존-4,5,6,7-테트라클로로푸탈리드(페립존), 3-(3,5-디클로로페닐)-N-이소프로필-2,4-디옥소이미다졸리딘-1-카르복사미드(이프로드온)를 들 수 있다. 이들 중 pKa2 ~ 7인 것이 특히 매우 적합하게 이용된다.

- [0027] 살충제로서는 특별히 제한되지 않지만, 0,0-디메틸 0-(3-메틸-4-니트로페닐)티오포스페이트(MEP), (2-이소프로필-4-메틸피리미딜-6)-디에틸티오포스페이트(다이아디논), 1-나프틸-N-메틸카르바메이트(NAC), 0,0-디에틸-0-(3-옥소-2-페닐-2H-피리다딘-6-일)포스포로티오에이트(피리다펜티온), 0,0-디메틸-0-3,5,6-트리클로로-2-피리딜포스포로티오에이트(클로르피리포스메틸), 디메틸디카르베톡시에틸디티오포스페이트(마라손), 0,0-디메틸-S-(N-메틸카르바모일메틸)디티오포스페이트(디메트에이트), 0,0-디프로필-0-4-메틸티오페닐포스페이트(프로파포스), 0,S-디메틸-N-아세틸포스포아미드티오에이트(아세페이트), 에틸팔라니트로페닐티오노벤젠포스포네이트(EPN), 2-sec-부틸페닐-N-메틸카르바메이트(BPMC), 2,3-디히드로-2,2-디메틸-7-벤조[b]퓨라닐(furanyl) N-디부틸아미노티오-N-메틸카르바메이트(카르보설판), 에틸 N-[2,3-디히드로-2,2-디메틸벤조푸란-7-일옥시카르보닐(메틸)아미노티오]-N-이소프로필-β-알라니네이트(벤프리카프(Benfuracarb)), (RS)-α-시아노-3-페녹시벤질 (RS)-2,2-디클로로-1-(4-에톡시페닐)사이클로프로판카르복시레이트(사이클로프로토린), 2-(4-에톡시페닐)-2-메틸프로필 3-페녹시벤질 에테르(에토펜브록스), 1,3-비스(카르바모일티오)-2-(N,N-디메틸아미노)프로판염산염(칼탐), 5-디메틸아미노-1,2,3-트리티안수산염(티오시클람), S,S'-2-디메틸아미노트리메틸렌 디(벤젠티오술폰에이트)(벤선태), 2-tert-부틸이미노-3-이소프로필-5-페닐-1,3,5,6-테트라히드로-2H-1,3,5-티아디아딘-4-온(부프로페딘)을 들 수 있다. 이들 중 pKa2 ~ 7인 것이 특히 매우 적합하게 이용된다.
- [0028] 상기 소정 pKa의 산성 농약활성성분을 이용하는 경우, 상기 성분의 pKa는, 예를 들면 마루젠(Maruzene)(주) 소와 33년 1월 20일 발행, 실험화학강좌 5(열적측정 및 평형) p469 ~ p474에 기재되어 있는 방법 등에 의해 측정된다.
- [0029] 본 발명에 이용되는 양이온 계면활성제에 대해서는, 특별히 제한되지 않지만, 바람직하게는 아민염계, 피리디늄염계, 제 4급 암모늄염계 등의 것을 들 수 있다.
- [0030] 아민염계 양이온 계면활성제의 예로서는, 라우릴아민염산염, 스테아릴아민염산염, 올레일아민아세트산염, 스테아릴아민아세트산염, 스테아릴아미노프로필아민아세트산염 등을 들 수 있다.
- [0031] 피리디늄염계 양이온 계면활성제의 예로서는, 라우릴피리디늄클로라이드, 미리스틸피리디늄클로라이드, 세틸피리디늄클로라이드 등을 들 수 있다.
- [0032] 제 4급 암모늄염계 양이온 계면활성제의 예로서는, 알킬디메틸벤질암모늄클로라이드, 라우릴트리메틸암모늄클로라이드, 세틸트리메틸암모늄클로라이드, 스테아릴트리메틸암모늄클로라이드, 디라우릴디메틸암모늄클로라이드, 디올레일디메틸암모늄클로라이드, 디코코일디메틸암모늄클로라이드, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드, 라우릴디히드록시에틸메틸암모늄클로라이드, 올레일비스폴리옥시에틸렌메틸암모늄클로라이드, 스테아릴히드록시에틸디메틸암모늄클로라이드, 라우릴디메틸벤질암모늄클로라이드, 라우로일아미노프로필디메틸에틸암모늄에토설페이트, 라우로일아미노프로필디메틸히드록시에틸암모늄피클로레이트 등을 들 수 있다.
- [0033] 양이온 계면활성제로서 특별히 매우 적합한 것은, 수중에서 겔화하거나, 혹은 팽윤성을 나타내는 것, 예를 들면 디알킬디메틸암모늄클로라이드로서, 그 알킬부분이 C₈ ~ C₂₂인 것, 그 중에서도 디라우릴디메틸암모늄클로라이드, 디올레일디메틸암모늄클로라이드, 디코코일디메틸암모늄클로라이드, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 등이다. 이들의 계면활성제는 단독으로 이용해도 되며, 또, 2종 이상을 조합해서 이용해도 된다.
- [0034] 본 발명에 이용되는 염기성 물질은, 특별히 제한되지 않지만, 바람직하게는 1질량% 수용액 혹은 1질량% 수성현탁액으로 했을 경우에, pH가 7.5이상, 그 중에서도 9 ~ 12인 것이 바람직하다. 이와 같은 것으로서는, 알칼리금속이나 알칼리토류 금속의 수산화물, 알칼리금속염이나 알칼리토류 금속염, 이것을 함유한 화학물질이나 광물류 등을 들 수 있으며, 보다 구체적으로는 수산화나트륨, 수산화칼륨, 탄산수소나트륨, 탄산나트륨, 수산화칼슘, 탄산칼슘, 산화칼슘, 염기성 화이트카본, 염기성의 산성 백토 등을 들 수 있다. 이들의 염기성 물질은 단독으로 이용해도 되며, 또, 2종 이상을 조합해서 이용해도 된다.
- [0035] 본 발명의 입상 농약조성물에는, 필요에 따라서 농약 제제에 통상적으로 이용되는 첨가성분을 함유시킬 수 있다. 이 첨가성분으로서, 증량제나 보조성분 등이 이용된다.
- [0036] 증량제로서는, 광물질 담체 등의 고체 담체나, 수용성 염 등이 이용되며, 구체적으로는 점토류, 탄산칼슘, 벤토나이트, 탈크, 규조토, 산성 백토, 규사, 입상 탄산칼슘, 스테아린산 칼슘, 화이트카본, 염화칼륨, 무수황산나트륨, 황산칼륨, 요소, 황산 암모늄 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 되며, 또, 2종 이상을 조합해서 이용해도 된다.
- [0037] 보조성분으로서, 예를 들면 입상조성물을 조제할 때의 결합제, 구체적으로는

카르복시메틸셀룰로오스나트륨염, 텍스트린, 수용성 전분, 키산탄검, 구아검, 자당, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알코올, 폴리아크릴산나트륨, 평균분자량 6000 ~ 20000의 폴리에틸렌글리콜, 평균분자량 10만 ~ 500만의 폴리에틸렌옥사이드 등을 들 수 있다. 또, 산성 농약활성성분 및 양이온 계면활성제를 용해시켜서 담체에 흡착시킬 때에 이용하는 유기용제로서는 구체적으로는, 알킬나프탈렌, 디메틸포름아미드, 디메틸술폭시드, N-메틸-2-피롤리돈, N-옥틸피롤리돈, 각종의 다가 알코올 등을 들 수 있다. 그 외에 필요에 따라서, 안정제, 무기 중공입상체, 플라스틱 중공입상체, 식물 세편(細片) 등을 이용해도 된다. 이들은 단독으로 이용해도 되며, 또, 2종 이상을 조합해서 이용해도 된다.

- [0038] 본 발명의 농약 입상조성물 중의 각 성분의 조성비율에 대해서는, 통상, 산성 농약활성성분 0.01 ~ 50질량%, 양이온 계면활성제 0.1 ~ 20%, 염기성 물질 0.1 ~ 95질량%의 범위에서 선택되지만, 상기 3성분의 합계량이 100%에 도달하지 않는 경우, 잔량은 임의 첨가성분이다. 각 성분의 조성비율은, 입상 농약조성물의 1질량% 수성현탁액의 pH가 5이상, 바람직하게는 pH7이상, 보다 바람직하게는 pH7.5 ~ 11.5로 조정되도록, 특히 입상 농약조성물의 1질량% 수성현탁액의 pH치가 농약활성성분의 pKa치 이상의 값, 그 중에서도 pKa치보다 2 ~ 6 큰 범위의 값을 나타내도록 선택된다.
- [0039] 증량제나 보조제도 함유시키는 경우에는, 그 함유비율은 조성물 전체량에 대해서, 통상 증량제 5 ~ 95질량%, 보조제 0.1 ~ 30질량%의 범위에서 선택된다.
- [0040] 본 발명의 입상 농약조성물은, 입경 0.01 ~ 5mm, 바람직하게는 0.1 ~ 3mm 또는 직경 0.1 ~ 10mm, 바람직하게는 0.5 ~ 7mm, 길이 0.3 ~ 30mm, 바람직하게는 1.5 ~ 20mm의 입상물로 하는 것이 바람직하다.
- [0041] 본 발명의 입상 농약조성물은, 포장(圃場)에서의 처리 후, 입자가 붕괴해서 입자의 분할, 분산 등에 의해 입자의 원형을 유지하지 않는 타입(붕괴형)이어도, 또, 붕괴하지 않고, 입자의 원형을 유지하는 타입(비붕괴형)이어도 되지만, 비붕괴형이 바람직하며, 특히 수중에 투하하고 나서 15 ~ 30분 경과 후에 있어서도 붕괴가 확인되지 않거나, 혹은 거의 붕괴가 확인되지 않고, 입자의 원형을 유지하는 비붕괴형이 바람직하다.
- [0042] 또, 수면에서 확산하는 붕괴형의 수면 부유(浮遊) 입체 중에, 비붕괴형인 본 발명의 입상 농약조성물을 배합하고, 농약활성성분의 용출을 서방화한 절약화 농약 제제로 할 수도 있다.
- [0043] 또, 본 발명은, 상기의 입상 농약조성물과, 양이온 계면활성제 및 염기성 물질 중 어느 한쪽 혹은 이들 양쪽을 함유하지 않은 농약 입상물을 1 : 9 ~ 9 : 1의 질량비로 혼합해서 이루어지는 혼합농약 입체 조성물도 포함한다.
- [0044] 본 발명의 입상 농약조성물의 제조방법에 대해서는 특별히 제한되지 않지만, 통상, 이하에 열거하는 것이 이용된다.
- [0045] · 전체원료의 혼합물에 적당량의 물을 첨가해서 혼련(混練)한 후, 일정한 크기의 구멍을 낸 스크린으로부터 압출해서 조립(造粒)하여 건조하는 방법.
- [0046] · 산성 농약활성성분과 양이온 계면활성제를 유기용제에 용해하고, 염기성의 담체에 흡착시키거나, 혹은 산성 농약활성성분과 양이온 계면활성제를 유기용제에 용해하고, 담체에 흡착시키며, 이어서 염기성 물질 및 필요에 따라서 비(非)서방성 농약활성성분을 피복 혹은 흡착시키는 방법.
- [0047] · 이들 상술한 방법에 의해 얻어진 서방성 입상 농약조성물과, 비서방성 농약활성성분, 보조제 등을 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 서방성 입상 농약조성물의 입경보다 개구의 직경이 큰 스크린으로부터 압출 조립하여 건조하는 방법.
- [0048] 이하, 본 발명을 실시예 및 시험예를 참조하여 상세히 설명하지만, 본 발명은 이들 예에 의해 하등 제한되는 것은 아니다. 또한, 각 예에 있어서 부(部)는 질량부를 나타낸다.
- [0049] 실시예에서 이용한 염기성 물질은 모두 1질량% 수용액, 혹은 1질량% 수성현탁액으로 pH가 7.5이상인 것이다.
- [0050] 또, 실시예 1, 3, 5 ~ 8, 10, 12 ~ 25에서 이용한 양이온 계면활성제는, 모두 수중에서 겔화하는 것이다.
- [0051] 실시예 1
- [0052] 벤셀푸론메틸(pKa5.03) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀(hammer mill)로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α화 전분 3부, 점토 89.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압

출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치(靜置) 건조해서, 벤실푸론메틸을 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.28)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0053] 실시예 2

[0054] 피라조선폴론에틸(pKa3.91) 0.5부, 점토 10부, 수산화나트륨 0.2부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 라우릴아민염산염 2부, 폴리비닐알코올 5부, 나트륨벤토나이트 10.0부, 점토 72.3부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 피라조선폴론에틸을 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH10.51)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0055] 실시예 3

[0056] 일반식 (I)에서 R¹이 메톡시메틸기인 화합물(이하, 화합물 A라고 칭한다. pKa5.75) 0.5부, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α화 전분 3부, 탄산칼슘 94.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.08)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0057] 실시예 4

[0058] 벤실푸론메틸(pKa5.03) 0.3부, 아짐선폴론(pKa3.60) 0.06부, 스테아릴트리메틸암모늄클로라이드 5부, 염기성 화이트카본 5부, 폴리아크릴산나트륨 2부, 점토 87.64부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤실푸론메틸을 0.3질량%, 아짐선폴론을 0.06질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH10.28)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0059] 실시예 5

[0060] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, α화 전분 3부, 탄산칼슘 96.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물을 얻었다. 이 입상 농약조성물 20부와, 실시예 3의 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물 80부를 혼합기에서 혼합하고, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 혼합 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.44)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0061] 실시예 6

[0062] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, α화 전분 3부, 탄산칼슘 96.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물을 얻었다. 이 입상 농약조성물 50부와, 실시예 3의 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물 50부를 혼합기에서 혼합하고, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 혼합 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.90)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0063] 실시예 7

[0064] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, α화 전분 3부, 탄산칼슘 96.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물을 얻었다. 이 입상 농약조성물 80부와, 실시예 3의 화합물 A 0.5질량%를 함유하는 입상 농약조성물 20부를 혼합기에서 혼합하고, 화합물 A를

0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 혼합 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.06)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0065] 실시예 8

[0066] 일반식 (I)에서 R¹이 에틸기인 화합물(이하 화합물 B라고 칭한다. pKa6.17) 0.5부, 디라우릴디메틸암모늄클로라이드 5부, 염기성 화이트카본 5부, 폴리아크릴산나트륨 2부, 점토 87.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH10.41)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0067] 실시예 9

[0068] 벤설푸론메틸(pKa5.03) 0.5부, 세틸피리디늄클로라이드 10부, N-메틸-2-피롤리돈 8부를 혼합하여, 벤설푸론메틸 용액을 얻었다. 1% 수성현탁액의 pH가 7 ~ 10인, 입도(粒度) 16 ~ 35메시(1000 ~ 425 μ m)의 염기성의 산성 백토 81.5부에 앞서 조제된 벤설푸론메틸용액을 흡착시키고, 벤설푸론메틸을 0.5질량% 함유하는, 입경 0.4 ~ 1.1mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH7.69)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0069] 실시예 10

[0070] 폴리비닐알코올 3부, 탄산칼슘 85.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 기제(基劑)를 얻었다. 이것과는 별도로, 펜트라자마이드 2부, 염기성 화이트카본 2부를 균일하게 혼합해서 해머 밀로 분쇄하고, 펜트라자마이드 함유 분말을 얻었다. 또한, 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 디라우릴디메틸암모늄클로라이드 2.0부, 인산트리부틸 5부를 혼합하여, 화합물 A 용액을 얻었다. 앞서 조제된 기제에, 화합물 A 용액을 흡착시키고, 이어서 펜트라자마이드 함유 분말로 피복하여, 화합물 A 0.5질량%, 펜트라자마이드 2질량%를 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.45)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0071] 실시예 11

[0072] 펜톡사존 2.5부, 탄산칼슘 2부를 균일하게 혼합하여 해머 밀로 분쇄하고, 펜톡사존 함유 분말을 얻었다. 이마조설푸론(pKa4.00) 0.5부, 세틸트리메틸암모늄클로라이드 5부, 디메틸술폭시드 5부, 디메틸나프탈렌 10부를 혼합하고, 이마조설푸론 용액을 얻었다. 또한 1% 수성현탁액의 pH가 9 ~ 10인, 입도 12 ~ 42메시(1400 ~ 355 μ m)의 입상 벤토나이트 75부에 앞서 조제된 이마조설푸론 용액을 흡착시키고, 이어서 펜톡사존 함유 분말로 피복하여, 이마조설푸론 0.5질량%, 펜톡사존 2.5질량%를 함유하는, 입경 0.3 ~ 1.5mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH7.96)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0073] 실시예 12

[0074] 벤설푸론메틸(pKa5.03) 2부, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 4부, 폴리비닐알코올 3부, 염기성 화이트카본 2부, 탄산칼슘 15부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 0.6mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 직경 0.5 ~ 0.7mm, 길이 1 ~ 6mm의 벤설푸론메틸 함유 기제를 얻었다. 이 벤설푸론메틸 함유 기제와 함께, 효소변성 텍스트린 2부, 알킬나프탈렌설포산나트륨 5부, 라우릴황산나트륨 2부, 수분을 85질량% 함유하는 플라스틱 중공체 14부, 무수황산나트륨 62.9부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 5mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤설푸론메틸을 0.5질량% 함유하는, 직경 3 ~ 7mm, 길이 3 ~ 20mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.85)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 직경 3 ~ 7mm, 길이 3 ~ 20mm의 입상 농약조성물은, 수중에 투입된 후 즉시 붕괴했지만, 양이온 계면활성제의 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드를 함유하는, 직경 0.5 ~ 0.7mm, 길이 1 ~ 6mm의 벤설푸론메틸 함유 기제는 비붕괴형이었다.

- [0075] 삭제
- [0076] 실시예 13
- [0077] 화합물 B (pKa6.17) 1부, 디올레일디메틸암모늄클로라이드 3부, N-메틸-2-피롤리돈 5부를 혼합하고, 화합물 B 용액을 얻었다. 1% 수성현탁액의 pH가 7 ~ 10인, 입도 16 ~ 35메시(1000 ~ 425 μ m)의 염기성의 산성 백토 20부에 앞서 조제된 화합물 B 용액을 흡착시키고, 입경 0.4 ~ 1.1mm의 화합물 B 함유 기체를 얻었다. 이 화합물 B 함유 기체와 함께, 화합물 B 1부, 폴리아크릴산나트륨 0.5부, 알킬나프탈렌설포산나트륨 5부, 디옥틸설포석시네이트 2부, 무기 중공체 20부, 안식향산나트륨 42.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 5mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 2질량% 함유하는, 직경 3 ~ 7mm, 길이 3 ~ 20mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.34)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 직경 3 ~ 7mm, 길이 3 ~ 20mm의 입상 농약조성물은, 수중에 투입된 후 즉시 붕괴했지만, 양이온 계면활성제의 디올레일디메틸암모늄클로라이드를 함유하는, 입경 0.4 ~ 1.1mm의 화합물 B 함유 기체는 비붕괴형이었다.
- [0078] 실시예 14
- [0079] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 1부, α 화 전분 3부, 탄산칼슘 95.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.44)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0080] 실시예 15
- [0081] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 3부, α 화 전분 3부, 탄산칼슘 93.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.68)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0082] 실시예 16
- [0083] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 89.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.51)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0084] 실시예 17
- [0085] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고, 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 89.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.93)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0086] 실시예 18
- [0087] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 탄산칼슘 1부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디라우릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 4.2인 점토 93.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH4.28)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조

성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0088] 실시예 19

[0089] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디라우틸디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 4.2인 점토 89.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH5.81)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0090] 실시예 20

[0091] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 탄산칼슘 10부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디라우틸디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 84.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.62)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0092] 실시예 21

[0093] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 탄산칼슘 1부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디라우틸디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 4.2인 점토 93.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH4.07)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0094] 실시예 22

[0095] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디라우틸디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 89.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.51)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0096] 실시예 23

[0097] 트리시크라졸(pKa1.6) 2부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 88부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 트리시크라졸을 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.17)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0098] 실시예 24

[0099] EDDP(pKa10.5) 2부, 탄산칼슘 5부, 화이트카본 1부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 87부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, EDDP를 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH7.53)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0100] 실시예 25

[0101] PHC(pKa11.5) 2부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 디스테아릴

디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 점토 88부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, PHC를 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.86)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0102] 비교예 1

[0103] 벤셀푸론메틸 0.5부, 탄산칼슘 10.0부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, 알킬벤젠설포산나트륨 2부, α 화 전분 3부, 점토 84.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤셀푸론메틸 0.5질량%와 알킬벤젠설포산나트륨 2질량%를 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.35)을 얻었다.

[0104] 비교예 2

[0105] 피라조선폴론에틸 0.5부, 파라핀(용점 68 ~ 70℃) 2부, 염기성 화이트카본 1부를 80℃에서 혼합 용해하고, 실온에서 냉각한 후 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 나트륨벤토나이트 25부, 탈크 68.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 피라조선폴론에틸을 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.35)을 얻었다.

[0106] 비교예 3

[0107] 벤셀푸론메틸 0.5부, 나트륨벤토나이트 15부, 활성탄 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 탈크 76.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤셀푸론메틸을 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH7.89)을 얻었다.

[0108] 비교예 4

[0109] 벤셀푸론메틸 0.5부, N-메틸-2-피롤리돈 8부를 혼합하고, 벤셀푸론메틸용액을 얻었다. 1% 수성현탁액의 pH가 7 ~ 10인, 입도 16 ~ 35메시(1000 ~ 425 μ m)의 염기성의 산성 백토류 천연 기재 91.5부에 앞서 조제된 벤셀푸론메틸용액을 흡착시키고, 벤셀푸론메틸을 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.39)을 얻었다.

[0110] 비교예 5

[0111] 벤셀푸론메틸 0.5부, 다임론 4.5부, 나트륨벤토나이트 25부, α 화 전분 3부, 탈크 67부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤셀푸론메틸 0.5질량%, 다임론 4.5질량%를 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.12)을 얻었다.

[0112] 비교예 6

[0113] 화합물 A 0.5부, 알킬벤젠설포산나트륨 2부, α 화 전분 3부, 탄산칼슘 94.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.85)을 얻었다.

[0114] 비교예 7

[0115] 벤셀푸론메틸 2부, 폴리비닐알코올 3부, 염기성 화이트카본 2부, 탄산칼슘 15부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 0.6mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤셀푸론메틸 함유 기제를 얻었다. 얻어진 벤셀푸론메틸 함유 기제와 함께, 효소변성 텍스트린 2부, 알킬나프탈렌설포산나트륨 5부, 라우릴황산나트륨 2부, 수분을 85부 함유하는 플라스틱 증공체 14부, 무수황산나트륨 66.9부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 5mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤셀푸론메틸을 2질량% 함유하는 입상조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.89)을 얻었다.

- [0116] 비교예 8
- [0117] 화합물 B 2부, 폴리비닐알코올 3부, 염기성 화이트카본 2부, 탄산칼슘 15부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 0.6mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B 함유 기체를 얻었다. 얻어진 화합물 B 함유 기체와 함께, 효소변성 텍스트린 2부, 알킬나프탈렌설포나트륨 5부, 라우릴황산나트륨 2부, 수분을 85부 함유하는 플라스틱 중공체 14부, 무수황산나트륨 66.9부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 5mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 2질량% 함유하는 입상조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.80)을 얻었다.
- [0118] 비교예 9
- [0119] 벤설파루메틸(pKa5.03) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 점토 91.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 벤설파루메틸을 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.01)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0120] 비교예 10
- [0121] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 점토 91.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.68)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0122] 비교예 11
- [0123] 화합물 A(pKa5.75) 0.5부, 디라우릴메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 4.2인 점토 94.5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말을 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 A를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH4.54)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0124] 비교예 12
- [0125] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 점토 91.5부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.72)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0126] 비교예 13
- [0127] 화합물 B(pKa6.17) 0.5부, 디라우릴디메틸암모늄클로라이드 2부, α 화 전분 3부, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 pH가 4.2인 점토 94.5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말을 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 화합물 B를 0.5질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH4.77)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.
- [0128] 비교예 14
- [0129] 트리시크라졸(pKa1.6) 2부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α

화 전분 3부, 점토 90부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, 트리스크라졸을 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.79)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0130] 비교예 15

[0131] EDDP(pKa10.5) 2부, 탄산칼슘 5부, 화이트카본 1부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 점토 89부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, EDDP를 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH8.32)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0132] 비교예 16

[0133] PHC(pKa11.5) 2부, 탄산칼슘 5부를 균일하게 혼합하고 해머 밀로 분쇄하였다. 얻어진 분말과 함께, α 화 전분 3부, 점토 90부를 고속교반기 속에서 균일하게 혼합하고, 적당량의 물을 첨가해서 혼련한 후, 바스켓형 조립기를 이용하여 개구 1.2mm의 스크린으로부터 압출 조립하고, 조립물을 60℃에서 정치 건조해서, PHC를 2질량% 함유하는, 직경 1.1 ~ 1.3mm, 길이 3 ~ 7mm의 입상 농약조성물(1질량% 수성현탁액의 pH9.27)을 얻었다. 얻어진 입상 농약조성물을 수중에 투하하고, 30분 후에 입자의 붕괴성의 유무를 관찰한 결과, 비붕괴형이었다.

[0134] 시험예 1(수중용출시험)

[0135] 내경 15cm의 유리용기에 3도 경수 900ml를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 1, 2, 4, 8 ~ 11, 비교예 1 ~ 6, 8의 각 입상 농약조성물을 10아르당 1kg 상당으로 되도록 첨가하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수(採水)하여, 고속 액체 크로마토그래피(HPLC)분석에 의해 수중의 활성성분농도를 측정하고, 입상물 중의 전체함유량에 대한 비율을 수중용출률로서 구하였다. 그 결과를 표 1에 나타낸다.

[0136] 표 1에서, 각 실시예의 입상 농약조성물은, 그 농약활성성분인 제초제의 설폰닐우레아계 화합물 또는 디플루오르메탄설폰닐아닐리드 유도체 또는 그 염에 대해서, 그 수중용출률이, 처리 1일 후에서 35일 후까지의 모든 시험에 있어서, 비교예 2 및 3을 제외한 비교예에 대해서 낮게 추이하고 있기 때문에, 서방화되고 있는 것을 알 수 있다.

[0137] 또, 비교예 2 및 3에서는, 수중농도는 낮은 채로 추이하고, 농약활성성분의 용출은 초기의 극히 일부에만 머무르며, 계속되지 않았다. 따라서 입상 농약조성물 중의 농약활성성분의 대부분이 미이용인 채로 잔존하고 있는 점에서, 이들은 명백히 뒤떨어진다.

표 1

[0138]

	농약활성성분	수중용출률(%)				
		1일	3일	7일	21일	35일
실시예1	벤셀푸론메틸	42	56	64	76	82
실시예2	피라조설폰메틸	58	72	80	83	86
실시예4	벤셀푸론메틸	49	61	69	79	86
	아짐설폰	62	68	76	83	89
실시예8	화합물 B	25	32	40	45	50
실시예9	벤셀푸론메틸	57	67	78	84	92
실시예10	화합물 A	19	23	31	35	41
	펜트라자마이드	32	78	97	100	100
실시예11	이마조설폰	56	72	77	86	89
	헵톡사존	4	9	12	12	18
비교예1	벤셀푸론메틸	98	100	100	100	100
비교예2	피라조설폰메틸	12	9	11	15	9
비교예3	벤셀푸론메틸	4	0	3	0	0
비교예4	벤셀푸론메틸	100	100	100	100	100
비교예5	벤셀푸론메틸	97	100	100	100	100
	다임론	27	51	68	82	94

비교예6	화합물 A	100	100	100	100	100
비교예8	화합물 B	99	100	100	100	100

[0139] 시험예 2(수중용출성: 양이온 계면활성제 첨가량의 영향)

[0140] 내경 15cm의 유리용기에 3도 경수 900ml를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 3, 14, 15, 비교예 6의 각 입상 농약조성물을 10아르당 1kg 상당으로 되도록 첨가하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수하여, HPLC 분석에 의한 수중의 활성성분농도를 수중용출률로 하였다. 그 결과를 표 2에 나타낸다.

[0141] 표 2에서, 입상 농약조성물 중의 양이온 계면활성제의 함유비율이 많아짐에 따라서 화합물 A의 수중용출률이 억제되고, 양이온 계면활성제 무첨가의 비교예 6에 대해서 낮게 추이하는 것을 알 수 있다.

표 2

	양이온 계면활성제 함유비율	수중용출률(%)				
		1일	3일	7일	21일	35일
실시예14	1%	33	48	56	67	71
실시예3	2%	24	31	42	46	50
실시예15	3%	12	18	22	29	33
비교예6	-	99	97	100	100	100

[0143] 시험예 3(수중용출성: 서방성의 제어)

[0144] 내경 15cm의 유리용기에 3도 경수 900ml를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 3, 5, 6, 7, 비교예 6의 각 입상 농약조성물을 10아르당 1kg 상당으로 되도록 첨가하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수하여, HPLC 분석에 의한 수중의 활성성분농도를 수중용출률로 하였다. 그 결과를 표 3에 나타낸다.

[0145] 표 3에서, 비교예의 비서방성 입상 농약조성물과 비교해서, 실시예의 입상 농약조성물은, 화합물 A의 서방성을 제어할 수 있는 것을 알 수 있다.

표 3

	수중용출률(%)				
	1일	3일	7일	21일	35일
실시예3	20	28	38	42	47
실시예5	33	41	49	55	60
실시예6	58	62	67	71	72
실시예7	82	86	90	91	95
비교예6	100	100	99	100	100

[0147] 시험예 4(수중용출성)

[0148] 세로 75cm, 가로 35cm의 컨테이너에 3도 경수 9L를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 12, 13, 비교예 7, 8의 입상 농약조성물을 10아르당 0.25kg 상당으로 되도록 시용(施用) 처리하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수하여, HPLC분석에 의한 수중의 활성성분농도를 수중용출률로서 구하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

[0149] 삭제

[0150] 표 4에서, 실시예에서는 비교예에 비해서 수중농도가 낮게 추이하여, 농약활성성분이 서방화되고 있는 것을 알 수 있다.

표 4

	농약활성성분	수중용출률(%)				
		1일	3일	7일	21일	35일
실시예12	벤설푸론메틸	48	58	65	71	74

실시예13	화합물 B	58	62	70	78	85
비교예7	벤설푸론메틸	100	100	100	100	100
비교예8	화합물 B	100	100	100	100	100

[0152] 시험예 5(생물효과시험: 논벼)

[0153] 100cm²의 플라스틱 포트에 수전토양을 충전하고, 입수(入水), 썩레질한 후, 논피(Echinochloa oryzoides), 물달개비(Monochoria vaginalis) 및 올챙이고랭이(Scirpus juncooides)의 각 종자를 0.5cm의 깊이로 파종하였다. 또한 2엽기의 논벼를 이식 심도 2cm로 2개 이식하고, 수심 5cm로 담수(湛水)하였다. 이식 다음날에 실시예 3, 5, 6, 7, 비교예 6에서 얻어진 각 입상 농약조성물을, 유효성분량이 5g/10아르가 되도록 칭량(稱量)하고, 플라스틱 포트에 균일하게 시용 처리하였다. 이 플라스틱 포트의 식생(植生)을 온실 내에서 육성하고, 28일 후에 이하의 평가기준에 따라서 제초효과 및 약해도를 판정하였다. 그 결과를 표 5에 나타낸다.

표 5에서, 실시예의 입상 농약조성물은, 우수한 제초효과를 나타내며, 논벼에 대한 약해도 거의 없는 데에 대해서, 비교예 6에서는, 논벼에 대한 약해가 상당히 확인된다.

[0154] 삭제

[0155] 제초효과(생육억제도) 및 약해도의 평가기준

- [0156] 5 : 90%이상
- [0157] 4이상 5미만: 70%이상 90%미만
- [0158] 3이상 4미만: 50%이상 70%미만
- [0159] 2이상 3미만: 30%이상 50%미만
- [0160] 1이상 2미만: 10%이상 30%미만
- [0161] 0이상 1미만: 10%미만

표 5

[0162]	제초효과			약해	
	논피	물달개비	올챙이고랭이	논벼	
	실시예3	4.5	5.0	5.0	0
	실시예5	5.0	5.0	5.0	0
	실시예6	5.0	5.0	5.0	0.5
	실시예7	5.0	5.0	5.0	0.5
	비교예6	5.0	5.0	5.0	1.5

[0163] 시험예 6(생물효과시험: 잔효성 시험)

[0164] 200cm²의 플라스틱 포트에 수전토양을 충전하고, 입수, 썩레질한 후, 수심 5cm로 담수하고, 실시예 5, 6, 7, 비교예 6에서 얻어진 각 입상 농약조성물을, 유효성분량이 2.5g/10아르로 되도록 칭량하여 시용 처리하였다. 처리 직후부터 1일에 2cm의 비율로 3일간, 플라스틱 포트 바닥부로부터 누수시키고, 누수 후에 수심이 5cm로 되도록 플라스틱 포트 상부로부터 입수한다. 처리 후 0, 20, 40일째에, 논피, 물달개비, 올챙이고랭이의 종자를 파종하고, 파종 후 30일째에 잡초의 생육을 관찰하였다. 제초효과의 평가기준은 시험예 5의 그것에 따랐다. 그 결과를 표 6에 나타낸다. 표 6에서, 실시예의 입상 농약조성물은, 비교예에 비해서 우수한 잔효성을 나타내는 것을 알 수 있다.

표 6

[0165]	제초효과								
	논피			물달개비			올챙이고랭이		
	0일	20일	40일	0일	20일	40일	0일	20일	40일

실시예5	4.3	4.5	4.0	4.7	4.9	4.5	4.7	4.9	4.8
실시예6	4.5	4.5	3.5	4.9	4.8	4.5	4.8	4.9	4.5
실시예7	4.8	4.5	3.7	4.9	4.3	3.5	4.9	4.8	4.5
비교예6	4.3	3.5	3.0	4.8	4.3	3.0	4.8	4.8	3.7

[0166] 시험예 7(수중용출성)

[0167] 내경 15cm의 유리용기에 3도 경수 900ml를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 1, 16, 17, 비교예 9, 10, 12의 각 입상 농약조성물을 10아르당 1kg 상당으로 되도록 첨가하고, 실시예 23, 24, 25, 비교예 14, 15, 16의 각 입상 농약조성물을 10아르당 3kg 상당으로 되도록 첨가하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수하고, HPLC분석에 의한 수중의 활성성분농도를 수중용출률로 하였다. 그 결과를 표 7에 나타낸다.

[0168] 표 7에서, 산성 농약활성성분의 pKa가 2 ~ 7인 경우는 수중용출률이 억제되었고, 특히 디플루오르메탄설폰닐아닐리드 유도체인 화합물 A, 화합물 B의 수중용출률이 강하게 억제되었다. 살충제인 실시예 25, 살균제인 실시예 23 및 24에 대해서도 수중용출률을 억제하는 효과가 확인되었다.

표 7

[0169]

	활성성분	수중용출률(%)				
		1일	3일	7일	21일	35일
실시예23	트리시크라졸	72	77	89	100	97
실시예1	벤설푸론메틸	55	60	69	82	87
실시예16	화합물 A	15	30	32	48	53
실시예17	화합물 B	11	28	25	35	44
실시예24	EDDP	6	11	21	25	23
실시예25	PHC	64	70	69	75	74
비교예14	트리시크라졸	100	100	100	94	98
비교예9	벤설푸론메틸	92	99	100	100	100
비교예10	화합물 A	97	100	100	100	100
비교예12	화합물 B	100	99	100	98	100
비교예15	EDDP	18	31	48	41	37
비교예16	PHC	81	100	95	91	89

[0170] 시험예 8(수중용출성)

[0171] 내경 15cm의 유리용기에 3도 경수 900ml를 투입하여 수심 5cm로 하였다. 이것에 실시예 18, 19, 20, 21, 22, 비교예 11, 13의 각 입상 농약조성물을 10아르당 1kg 상당으로 되도록 첨가하였다. 처리 1, 3, 7, 21, 35일 후에 채수하여, HPLC분석에 의한 수중의 활성성분농도를 수중용출률로 하였다. 그 결과를 표 8에 나타낸다.

[0172] 표 8에서, 염기성 물질의 함유량이 많아질수록 수중용출률이 억제되었고, 1중량% 수성현탁액으로 했을 때의 입상 농약조성물 pH가, 산성 농약활성성분의 pKa보다 높은 경우에는 수중용출률이 억제되었다.

표 8

[0173]

	활성성분	수중용출률(%)				
		1일	3일	7일	21일	35일
실시예18	화합물 B	54	68	68	71	75
실시예19	화합물 B	42	59	55	61	65
실시예20	화합물 B	12	10	24	40	45
실시예21	화합물 A	39	54	47	52	75
실시예22	화합물 A	9	18	21	40	42
비교예13	화합물 B	82	87	95	100	96
비교예11	화합물 A	79	84	96	96	100

산업상 이용 가능성

[0174] 본 발명의 입상 농약조성물은, 간편한 방법에 의해 조제할 수 있으며, 또한 농약활성성분의 용출을 적당히 서방

화시키고, 그것에 의해 장기간에 걸쳐서 농약활성성분의 약효를 발휘시키는 동시에, 환경 중에의 농약활성성분의 방출속도를 저감시킴으로써 환경부하를 저감시키고, 농약활성성분에 의해 발생하는 약해, 예를 들면 대상작물에 대한 약해 등을 경감 또는 방지할 수 있다고 하는 현저한 효과를 나타낸다.