#### (12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

WIPO PCT

(19) 世界知的所有権機関 国際事務局





(10) 国際公開番号

WO 2023/120293 A1

(43) 国際公開日 2023年6月29日(29.06,2023)

(51) 国際特許分類:

 A01N 25/12 (2006.01)
 A01N 47/02 (2006.01)

 A01N 25/10 (2006.01)
 A01N 51/00 (2006.01)

 A01N 43/56 (2006.01)
 A01P 3/00 (2006.01)

 A01N 43/80 (2006.01)
 A01P 7/04 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2022/045796

(22) 国際出願日: 2022年12月13日(13.12.2022)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

特願 2021-209505 2021年12月23日(23,12,2021) JP

- (71) 出願人: 住 友 化 学 株 式 会 社 (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMIT-ED) [JP/JP]; 〒1036020 東京都中央区日本橋 二丁目7番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 笹川 満弘 (SASAKAWA, Mitsuhiro); 〒6658555 兵庫県宝塚市高司四丁目2番1 号住友化学株式会社内 Hyogo (JP). 古川 雄 基(FURUKAWA, Yuki); 〒6658555 兵庫県宝塚 市高司四丁目2番1号住友化学株式会社内 Hyogo (JP). 山根三慶(YAMANE, Mitsuyoshi);

〒6658555 兵庫県宝塚市高司四丁目2番1号住友化学株式会社内 Hyogo (JP).

- (74) 代理人:中山 亨,外(NAKAYAMA, Tohru et al.); 〒5418550 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号住友化学株式会社内 Osaka (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,

(54) Title: AGROCHEMICAL GRANULE

(54) 発明の名称: 農薬粒剤

(57) **Abstract:** The purpose of the present invention is to provide an agrochemical granule having a high circularity coefficient and being excellent in rapid releasability of an agrochemical active ingredient in the environment, and a method for manufacturing the same. The present invention provides: an agrochemical granule containing a) an agrochemical active ingredient, b) a petroleum wax having a melting point of 55-110°C inclusive, c) a lubricant, and d) a superabsorbent resin having a medium volume diameter of 100 μm or less, wherein, relative to the total weight of the agrochemical granule, the content of the petroleum wax is 11-19 wt%, the content of the lubricant is 0.5-5 wt%, the content of the superabsorbent resin is 0.5-15 wt%, and the circularity coefficient is 0.90 or more, said agrochemical granule being excellent in rapid releasability of the agrochemical active ingredient in the environment; and a manufacturing method by which the agrochemical granule can be efficiently manufactured in a labor-saving manner within a short period of time.

(57) 要約:本発明は、高い円形度係数を有しており、環境中での農薬活性成分の速放性が優れた農薬粒剤、およびその製造方法を提供することを目的とする。本発明は、a)農薬活性成分、b)融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、c)滑沢剤、およびd)体積中位径が100 $\mu$ m以下の高吸水性樹脂、を含有する農薬粒剤であって、農薬粒剤の総重量に対する、前記石油系ワックスの含有量は、11~19重量%の範囲であり、前記滑沢剤の含有量は、0.5~5重量%の範囲であり、前記高吸水性樹脂の含有量は、0.5~15重量%の範囲であり、円形度係数が0.90以上である、農薬粒剤、であって、環境中での農薬活性成分の速放性に優れた農薬粒剤;および、短時間で効率よく且つ省力的に製造することができるその製造方法、を提供する。



# 

DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

### 添付公開書類:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

## 明 細 書

発明の名称: 農薬粒剤

技術分野

「0001 本発明は、農薬粒剤、およびその製造方法に関する。

### 背景技術

- [0002] 農薬製剤は、その剤型として、固形剤(例えば、粒剤、顆粒剤、粉剤、錠剤)、液剤(例えば、乳剤、懸濁剤、フロアブル剤)、およびその他(例えば、燻製剤)等が知られている。なかでも、粒剤は、そのままの形態で散布できる簡便さや、ドリフトが少ないため周辺環境への影響が比較的小さいことから、一般的に多く使用されている。
- [0003] 農薬粒剤は一般的に、農薬活性成分を含む粉状の組成物を、加水混練工程、押出造粒工程、乾燥工程等により粒剤化することで製造する。また、例えば、農薬製剤の高機能化を目的として、この粒剤を芯粒剤としてコーティングしたコーティング粒剤が知られている(例えば特許文献1を参照)。
- [0004] 従来の加水混練工程および押出造粒工程により製造される農薬粒剤は円柱 状粒剤であり、よって、当該農薬粒剤を芯粒剤として使用する場合、その円 柱状の形状から更に均一なコーティングを施すことは容易ではなかった。均 ーなコーティングを施すためには、高い円形度係数を有する農薬粒剤を芯粒 剤として使用することが好ましいと考えられる。例えば、押出造粒工程に加 えて、マルメライザーのような球状整粒機を使用した整粒工程により、粒剤 を球形に整粒できる。しかしながら、マルメライザーを使用する方法では、 高い円形度係数を有する農薬粒剤を効率よく得ることができない問題があった。加えて、当該農薬粒剤を芯粒剤とし、更にコーティングされたコーティ ング粒剤を薬剤として使用する場合、また、当該農薬粒剤をコーティングせずにそのま すにそのまま薬剤として使用する場合、芯粒剤やコーティングせずにそのま ま薬剤として使用する当該農薬粒剤には、農薬活性成分の速放性が求められ る場合が多い。しかしながら、マルメライザーを使用して製造した農薬粒剤

は、短時間で農薬活性成分を十分に放出できず、速放性が劣るという問題もあった。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0005] 特許文献1:特開2013-103891号

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0006] 本発明は、高い円形度係数を有しており、環境中での農薬活性成分の速放性が優れた農薬粒剤、および効率よく製造することができる当該農薬粒剤の製造方法を提供することを目的とする。

## 課題を解決するための手段

[0007] 本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、所定の構成成分およびそれぞれの 含有量が特定された組成とし、高い円形度係数を有する農薬粒剤とすること によって、上記課題を解決できることを見出した。また、本発明は、所定の 構成成分を有する粉状組成物について、加熱混練工程および撹拌工程を含む 処理を施すことにより、高い円形度係数を有しており、環境中での農薬活性 成分の速放性が優れた農薬粒剤の製造方法を提供する。

本発明は、以下の態様を包含するが、これらに限定されるものではない。

- [1] a) 農薬活性成分、
  - b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
  - c)滑沢剤、および
  - d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂、

を含有する農薬粒剤であって、

農薬粒剤の総重量に対する、

前記石油系ワックスの含有量は、11~19重量%の範囲であり、

前記滑沢剤の含有量は、0.5~5重量%の範囲であり、

前記高吸水性樹脂の含有量は、0.5~15重量%の範囲であり、

円形度係数が0.90以上である、

#### 農薬粒剤。

- [2] 円形度係数が0.95以上である、[1]に記載の農薬粒剤。
- [3] 前記滑沢剤が、無機鉱物である、[1]または[2]に記載の農薬 粒剤。
- [4] 前記滑沢剤が、ホワイトカーボンである、[1]~[3]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [5] 前記石油系ワックスが、マイクロクリスタリンワックスである、[1]~[4]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [6] 前記高吸水性樹脂が、合成ポリマー系樹脂である、[1]~[5] のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [7] 前記高吸水性樹脂が、ポリアクリル酸塩系樹脂である、[1]~[6]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [8] 前記農薬活性成分が、融点が55℃以上の化合物である、[1] ~ [7] のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [9] 前記農薬活性成分の含有量が、0.05~20重量%の範囲である、「1]~「8]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [10] 前記石油系ワックスの含有量が、13~18重量%の範囲である、[1]~[9]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [11] 前記滑沢剤の含有量が、O.5~3重量%の範囲である、[1] ~ [10] のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [12] 前記高吸水性樹脂の含有量が、0.5~10重量%の範囲である、[1]~[11]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [13] 前記石油系ワックスと前記高吸水性樹脂との重量比が、1:1. 25~36:1の範囲である、[1]~[12]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。
- [14] 前記石油系ワックスと前記滑沢剤との重量比が、3:1~36:1である、[1]~[13]のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

- [15] a)農薬活性成分、
  - b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
  - c)滑沢剤、および
  - d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂、

を含有する粉状組成物を、加熱混練および撹拌造粒の工程に供することを含 み、

これらの工程において、前記石油系ワックスの融点以上、前記農薬活性成分の融点以下で加熱しながら攪拌することを含む、

円形度係数が0.90以上である、

農薬粒剤の製造方法。

[16] 前記加熱混練工程および撹拌造粒工程が同時に行われる、[15] に記載の製造方法。

#### 発明の効果

[0008] 本発明は、高い円形度係数を有しており、環境中での農薬活性成分の速放性が優れた農薬粒剤を提供する。本発明の農薬粒剤は、コーティングせずにそのまま使用することもできる。本発明の農薬粒剤を芯粒剤として使用することにより、均一なコーティングが期待できる。また、本発明は、加熱混練工程および攪拌造粒工程を含む所定の工程で球状の農薬粒剤を製造できるため、加水混練工程と押出造粒工程とマルメライザーでの整粒工程とを組み合わせた従来の農薬粒剤の製造方法と比較して、短時間で効率よく且つ省力的に球状の農薬粒剤を製造できる。

## 図面の簡単な説明

[0009] [図1]本発明の農薬粒剤の製造方法に使用できる装置概要を示す、模式断面図である。

[図2]本発明の農薬粒剤の製造方法の操作例を示す、フローチャートである。

## 発明を実施するための形態

[0010] (農薬粒剤)

本発明は、

- a) 農薬活性成分、
- b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
- c)滑沢剤、および
- d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂、

を含有する農薬粒剤であって、

農薬粒剤の総重量に対する、

前記石油系ワックスの含有量は、11~19重量%の範囲であり、 前記滑沢剤の含有量は、0.5~5重量%の範囲であり、

前記高吸水性樹脂の含有量は、O.5~15重量%の範囲であり、 円形度係数がO.90以上である、

農薬粒剤、

を提供する。

#### [0011] (農薬活性成分)

本発明で使用される「農薬活性成分」とは、例えば、農作物の栽培等における、害虫等の防除、植物病害の防除、雑草等の除草、および植物の成長のための調節等において使用される、活性成分を挙げられる。具体的な農薬活性成分としては、例えば、殺虫活性成分、殺菌活性成分、除草活性成分、および植物成長調節活性成分を含むが、これらに限定されるものではない。

本発明で使用される農薬活性成分は、本願明細書中に記載する農薬活性成分の1つまたは2つ以上の活性成分を含み得る。

[0012] 殺虫活性成分としては、例えば、フェニトロチオン、フェンチオン、ダイアジノン、アセフェート、シアノホス、ジメトエート、フェントエート、マラチオン、トリクロルホン、モノクロトホス、エチオン等の有機リン系化合物、BPMC、ベンフラカルブ、カルボスルファン、メソミル、アルジカルブ、オキサミル、フェノチオカルブ等のカーバメート系化合物、エトフェンプロックス、フェンバレレート、エスフェンバレレート、フェンプロパトリン、シペルメトリン、ペルメトリン、シハロトリン、デルタメトリン、フルバリネート、ビフェンスリン、ハルフェンプロックス、トラロメトリン、シ

ラフルオフェン、フェノトリン、シフェノトリン、レスメトリン、シフルト リン、テフルトリン、トランスフルスリン、テトラメトリン、アレトリン、 プラレトリン、エンペントリン、イミプロスリン等のピレスロイド系化合物 、ブプロフェジン等のチアジアジン誘導体、ニトロイミダゾリジン誘導体、 カルタップ、チオシクラム、ベンスルタップ等のネライストキシン誘導体、 N-9アノ-N-4チル-N'-(6-60ロロ-3-2ピリジルメチル)アセ トアミジン等のN-シアノアミジン誘導体、エンドスルファン、ジコホル等 の塩素化炭化水素化合物、クロルフルアズロン、テフルベンズロン、フルフ ェノクスロン等のベンゾイルフェニルウレア系化合物、アミトラズ、クロル ジメホルム等のホルムアミジン誘導体、ジアフェンチウロン等のチオ尿素誘 導体、N-フェニルピラゾール系化合物、イミダクロプリド、クロチアニジ ン、ニテンピラム、チアメトキサム等のネオニコチノイド系化合物、テブフ ェノジド、クロマフェノジド等のジアシルヒドラジン系化合物、メタアルデ ヒド、ブロモプロピレート、テトラジホン、キノメチオネート、プロパルギ ット、ヘキシチアゾクス、クロフェンテジン、ピリダベン、フェンピロキシ メート、デブフェンピラド、ピリミジフェン、ミルベメクチン、アバメクチ ン、イベルメクチン、アザジラクチン、スピノサド、スピネトラム、フルベ ンジアミド、クロラントラニリプロール、およびオキサゾスルフィルが挙げ られる。

[0013] 殺菌活性成分としては、例えば、ベノミル、カルベンダジム、チアベンダゾール、チオファネートメチル等のベンズイミダゾール系化合物、ジエトフェンカルブ等のフェニルカーバメート系化合物、プロシミドン、イプロジオン、ビンクロゾリン等のジカルボキシイミド系化合物、ジニコナゾール、プロペナゾール、エポキシコナゾール、テブコナゾール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、フルシラゾール、トリアジメフォン等のアゾール系化合物、メタラキシル等のアシルアラニン系化合物、フラメトピル、メプロニル、フルトラニル、イソチアニル、ボスカリド等のカルボキシアミド系化合物、トルクロホスメチル、フォセチルアルミニウム、ピラゾホス等の有機リ

ン系化合物、ピリメサニル、メパニピリム、シプロジニル等のアニリノピリミジン系化合物、フルジオキソニル、フェンピクロニル等のシアノピロール系化合物、ブラストサイジンS、カスガマイシン、ポリオキシン、バリダマイシン等の抗生物質、アゾキシストロビン、クレソキシムメチル、SSFー126等のメトキシアクリレート系化合物、クロロタロニル、マンゼブ、キャプタン、フォルペット、トリシクラゾール、ピロキロン、プロベナゾール、フサライド、シモキサニル、ジメトモルフ、CGA245704、ファモキサドン、オキソリニック酸、フルアジナム、フェリムゾン、ジクロシメット、テトラクロオロイソフタロニトリル、パラヒドロキシ安息香酸エステル、デヒドロ酢酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム、マンデストロビン、インピルフルキサム、およびピリダクロメチルが挙げられる。

- [0014] 除草活性成分としては、例えば、アトラジン、メトリブジン等のトリアジン系化合物、フルオメツロン、イソプロチュロン等のウレア系化合物、プロモキシニル、アイオキシニル等のヒドロキシベンゾニトリル系化合物、ペンディメサリン、トリフルラリン等の2、6ージニトロアニリン系化合物、2,4ーD、ジカンバ、メコプロップ等のアリロキシアルカノイック酸系化合物、イプフェンカルバゾン等のテトラゾリノン系化合物、イマザピル、イマザキン、イマゼタピル等のイミダゾリノン系化合物、メソトリオン、テフリルトリオン、フェンキノトリオン等のトリケトン系化合物、フェノキサスルホン等のスルホニルイソキサゾリン系化合物、ピリミノバックメチル等のピリミジニルカルボン酸系化合物、ビスピリバックナトリウム塩、アシフルオルフェンナトリウム塩、パラコート、フルメツラム、フェノキサプロップーpーエチル、ジフルフェニカン、ノルフルラゾン、イソキサフルトール、グリフォセート、ベンタゾン、ベンゾビシクロン、メフェナセット、プロパニル、ピラクロニル、フルチアミド、フルミクロラックペンチル、フルミオキサジン、およびブロモブチドが挙げられる。
- [0015] 植物成長調節活性成分としては、例えば、チジアズロン、イナベンフィド 、パクロブトラゾール、ウニコナゾール、アブシジン酸、および6-ベンジ

ルアミノプリンが挙げられる。

- [0016] 本発明の農薬活性成分は、製造時の取扱い性の観点から、常温(25℃)で固体の農薬活性成分が好適に使用される。かかる常温で固体の農薬活性成分としては、例えば以下の殺虫活性成分、殺菌活性成分、除草活性成分、植物成長調節活性成分が挙げられる。
- Γ00177 かかる殺虫活性成分としては、例えば、アセフェート、ジメトエート、ト リクロルホン、モノクロトホス、BPMC、メソミル、アルジカルブ、オキ サミル、フェノチオカルブ、エトフェンプロックス、フェンバレレート、エ スフェンバレレート、シペルメトリン、ペルメトリン、デルタメトリン、ビ フェンスリン、トラロメトリン、レスメトリン、シフルトリン、テフルトリ ン、トランスフルスリン、テトラメトリン、ブプロフェジン、カルタップ、 チオシクラム、ベンスルタップ、N-シアノ-N-メチル-N'-(6-ク ロロー3ーピリジルメチル)アセトアミジン、エンドスルファン、ジコホル 、クロルフルアズロン、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、アミトラ ズ、クロルジメホルム、ジアフェンチウロン、イミダクロプリド、クロチア ニジン、ニテンピラム、チアメトキサム、テブフェノジド、クロマフェノジ ド、メタアルデヒド、ブロモプロピレート、テトラジホン、キノメチオネー ト、ヘキシチアゾクス、クロフェンテジン、ピリダベン、フェンピロキシメ ート、デブフェンピラド、ピリミジフェン、ミルベメクチン、アバメクチン 、イベルメクチン、アザジラクチン、スピノサド、スピネトラム、フルベン ジアミド、クロラントラニリプロール、およびオキサゾスルフィルが挙げら れる。
- [0018] かかる殺菌活性成分としては、例えば、ベノミル、カルベンダジム、チアベンダゾール、チオファネートメチル、ジエトフェンカルブ、プロシミドン、イプロジオン、ビンクロゾリン、ジニコナゾール、プロペナゾール、エポキシコナゾール、テブコナゾール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、フルシラゾール、トリアジメフォン、メタラキシル、フラメトピル、メプロニル、フルトラニル、イソチアニル、ボスカリド、トルクロホスメチル、

フォセチルアルミニウム、ピラゾホス、ピリメサニル、メパニピリム、シプロジニル、フルジオキソニル、フェンピクロニル、ブラストサイジンS、カスガマイシン、ポリオキシン、バリダマイシン、アゾキシストロビン、クレソキシムメチル、SSF-126、クロロタロニル、マンゼブ、キャプタン、フォルペット、トリシクラゾール、ピロキロン、プロベナゾール、フサライド、シモキサニル、ジメトモルフ、CGA245704、ファモキサドン、オキソリニック酸、フルアジナム、フェリムゾン、ジクロシメット、テトラクロオロイソフタロニトリル、パラヒドロキシ安息香酸エステル、デヒドロ酢酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム、マンデストロビン、インピルフルキサム、およびピリダクロメチルが挙げられる。

- [0019] かかる除草活性成分としては、例えば、アトラジン、メトリブジン、フルオメツロン、イソプロチュロン、ブロモキシニル、アイオキシニル、ペンディメサリン、トリフルラリン、2,4-D、ジカンバ、メコプロップ、イプフェンカルバゾン、イマザピル、イマザキン、イマゼタピル、メソトリオン、テフリルトリオン、フェンキノトリオン、フェノキサスルホン、ピリミノバックメチル、ビスピリバックナトリウム塩、アシフルオルフェンナトリウム塩、パラコート、フルメツラム、フェノキサプロップーρーエチル、ジフルフェニカン、ノルフルラゾン、イソキサフルトール、グリフォセート、ベンタゾン、ベンゾビシクロン、メフェナセット、プロパニル、ピラクロニル、フルチアミド、フルミクロラックペンチル、フルミオキサジン、およびブロモブチドが挙げられる。
- [0020] かかる植物成長調節活性成分としては、例えば、チジアズロン、イナベンフィド、パクロブトラゾール、ウニコナゾール、アブシジン酸、6-ベンジルアミノプリンが挙げられる。
- [0021] 本発明においてより好適に使用される、農薬活性成分としては、上記常温で固体であって、融点が55℃以上である、農薬活性成分が挙げられる。融点が55℃以上の農薬活性成分を使用することで、保管時の安定性が向上し、また、本発明で得られた農薬粒剤を、更にコーティング工程に付して農薬

製剤を製造する際に芯粒剤として使用するとき、コーティングのための加熱 工程にて農薬活性成分が融け出すという問題を回避することができる。

- [0022] かかる殺虫活性成分としては、例えば、アセフェート、トリクロルホン、モノクロトホス、メソミル、アルジカルブ、オキサミル、エスフェンバレレート、シペルメトリン、デルタメトリン、ビフェンスリン、トラロメトリン、シフルトリン、テトラメトリン、ブプロフェジン、カルタップ、チオシクラム、ベンスルタップ、NーシアノーNーメチルーN'ー(6ークロロー3ーピリジルメチル)アセトアミジン、エンドスルファン、ジコホル、クロルフルアズロン、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、アミトラズ、ジアフェンチウロン、イミダクロプリド、クロチアニジン、ニテンピラム、チアメトキサム、テブフェノジド、クロマフェノジド、メタアルデヒド、ブロモプロピレート、テトラジホン、キノメチオネート、ヘキシチアゾクス、クロフェンテジン、ピリダベン、フェンピロキシメート、デブフェンピラド、ピリミジフェン、ミルベメクチン、アバメクチン、イベルメクチン、アザジラクチン、スピノサド、スピネトラム、フルベンジアミド、クロラントラニリプロール、およびオキサゾスルフィルが挙げられる。
- [0023] かかる殺菌活性成分としては、例えば、ベノミル、カルベンダジム、チアベンダゾール、チオファネートメチル、ジエトフェンカルブ、プロシミドン、イプロジオン、ビンクロゾリン、ジニコナゾール、プロペナゾール、エポキシコナゾール、テブコナゾール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、フルシラゾール、トリアジメフォン、メタラキシル、フラメトピル、メプロニル、フルトラニル、イソチアニル、ボスカリド、トルクロホスメチル、フォセチルアルミニウム、ピリメサニル、メパニピリム、シプロジニル、フルジオキソニル、フェンピクロニル、ブラストサイジンS、カスガマイシン、ポリオキシン、バリダマイシン、アゾキシストロビン、クレソキシムメチル、SSF-126、クロロタロニル、マンゼブ、キャプタン、フォルペット、トリシクラゾール、ピロキロン、プロベナゾール、フサライド、シモキサニル、ジメトモルフ、CGA245704、ファモキサドン、オキソリニ

ック酸、フルアジナム、フェリムゾン、ジクロシメット、テトラクロオロイソフタロニトリル、パラヒドロキシ安息香酸エステル、デヒドロ酢酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム、マンデストロビン、インピルフルキサム、およびピリダクロメチルが挙げられる。

- [0024] かかる除草活性成分としては、アトラジン、メトリブジン、フルオメツロン、イソプロチュロン、ブロモキシニル、アイオキシニル、ペンディメサリン、2,4-D、ジカンバ、メコプロップ、イプフェンカルバゾン、イマザピル、イマザキン、イマゼタピル、メソトリオン、テフリルトリオン、フェンキノトリオン、フェノキサスルホン、ピリミノバックメチル、ビスピリバックナトリウム塩、アシフルオルフェンナトリウム塩、パラコート、フルメツラム、フェノキサプロップーpーエチル、ジフルフェニカン、ノルフルラゾン、イソキサフルトール、グリフォセート、ベンタゾン、ベンゾビシクロン、メフェナセット、プロパニル、ピラクロニル、フルチアミド、フルミクロラックペンチル、フルミオキサジン、およびブロモブチドが挙げられる。
- [0025] かかる植物成長調節活性成分としては、例えば、チジアズロン、イナベンフィド、パクロブトラゾール、ウニコナゾール、アブシジン酸、および6-ベンジルアミノプリンが挙げられる。
- [0026] 本発明の農薬粒剤中の、農薬活性成分の含有量は、使用される農薬活性成分の種類および農薬粒剤の用途に応じて変わり得るが、例えば、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で、通常、0.05%~20%、好ましくは0.1%~15%、およびより好ましくは0.5%~10%の範囲である。農薬粒剤中の農薬活性成分の含有量が高いと、散布時のムラが生じ易く、含有量が低いと、生産効率が悪くなる。

#### [0027] (石油系ワックス)

本発明で使用される「石油系ワックス」は、農薬製剤上、ワックスとして使用可能であることが知られる、石油の蒸留や精製などの加工を経て得られる熱可塑性物質であり、通常、その融点が55℃以上110℃以下である物質が使用される。

- [0028] ここで、本発明で得られた農薬粒剤を、更にコーティング工程に付して農薬製剤を製造する際に芯粒剤として使用するとき、コーティングのための加熱工程にてワックスが融け出すという問題を回避することが望まれ、また、保管時の安定性が向上することから、融点が55℃以上である石油系ワックスが使用される。また、農薬製剤の製造における設備上の取り扱い易さの観点で、融点が110℃以下である石油系ワックスが使用される。
- [0029] 本発明で使用される石油系ワックスは、本願明細書中に記載する石油系ワックスとしての1つまたは2つ以上の成分を含み得る。
- [0030] 本発明における石油系ワックスとは、マイクロクリスタリンワックス、セミクリスタリンワックス、パラフィンワックス、ペトロラタム等の石油ワックスに加えて、石油ワックスを樹脂など他の物質とを混合した配合品ワックス、石油ワックスを酸化、ケン化、エステル化などの化学反応により改良した化成品ワックス、ポリエチレンワックス等の石油系重合体ワックス等も含まれるが、これらに限定されるものではない。特に好ましい石油系ワックスとしては、マイクロクリスタリンワックスが挙げられる。
- [0031] 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックスとして、パラフィンワックス155(融点69℃、日本精蝋株式会社)、パラフィンワックス140(融点61℃、日本精蝋株式会社)、パラフィンワックス135(融点58℃、日本精蝋株式会社)、パラフィンワックス135(融点58℃、日本精蝋株式会社)、パラフィンワックス135(融点58℃、日本精蝋株式会社)、HNP-3(融点64℃、日本精蝋株式会社)、HNP-5(融点63℃、日本精蝋株式会社)、HNP-11(融点63℃、日本精蝋株式会社)、HNP-11(融点68℃、日本精蝋株式会社)、HNP-12(融点67℃、日本精蝋株式会社)、HNP-11(融点68℃、日本精蝋株式会社)、HNP-12(融点67℃、日本精蝋株式会社)、HNP-51(融点77℃、日本精蝋株式会社)、SP-0165(融点74℃、日本精蝋株式会社)、SP-0160(融点62℃、日本精蝋株式会社)、SP-0145(融点63℃、日本精蝋株式会社)、SP-1035(融点59℃、日本精蝋株式会社)、SP-0139(融点60℃、

日本精蝋株式会社)、SP-3040(融点63℃、日本精蝋株式会社)、 SP-3035 (融点60℃、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-209 5 (融点96℃、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-1090 (融点88 °C、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-3090(融点88°C、日本精蝋 株式会社)、Hi-Mic-1080(融点84℃、日本精蝋株式会社)、 Hi-Mic-3080 (融点83℃、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic -1070 (融点80℃、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-2065 ( 融点75℃、日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-1045(融点70℃、 日本精蝋株式会社)、Hi-Mic-2045(融点60℃、日本精蝋株式 会社)、NPS-6010(融点75℃、日本精蝋株式会社)、NPS-6 115(融点77℃、日本精蝋株式会社)、OX-O2OT(融点94℃、 日本精蝋株式会社)、OX-120(融点82℃、日本精蝋株式会社)、L UVAX-1266 (融点69℃、日本精蝋株式会社)、LUVAX-21 91 (融点84℃、日本精蝋株式会社)、LUVAX-0321 (融点75 ℃、日本精蝋株式会社)、JP-1500(融点77℃、日本精蝋株式会社) )、JP-105(融点73℃、日本精蝋株式会社)、JP-131T(融 点 7 5 ℃、日本精蝋株式会社)、JP-064R(融点 7 6 ℃、日本精蝋株 式会社)、JP-052RU(融点87℃、日本精蝋株式会社)、JP-0 56U(融点84℃、日本精蝋株式会社)、JP-011P(融点92℃、 日本精蝋株式会社)、OZOACE-O355(融点70°、日本精蝋株式 会社)、OZOACE-3201 (融点78°C、日本精蝋株式会社)、OZ OACE-0015A(融点69℃、日本精蝋株式会社)、135-P(融 点59℃、日本精蝋株式会社)、EMUSTAR-0001 (融点84℃、 日本精蝋株式会社)、EMUSTAR−042X(融点84℃、日本精蝋株 式会社)、EMUSTAR-1155 (融点69°C、日本精蝋株式会社)、 EMUSTAR-0135 (融点60℃、日本精蝋株式会社)、およびEM USTAR−0136(融点60℃、日本精蝋株式会社)などが挙げられる

[0032] 本発明の農薬粒剤中の、石油系ワックスの含有量は、通常、良好な形状の本発明の農薬粒剤を製造する観点から、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で、11%以上とし、また、本発明の農薬粒剤として適当な円形度係数の観点から、19%以下とする。従って、本発明の農薬粒剤中の、石油系ワックスの含有量は、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で、通常、11%~19%である。また、石油系ワックスの含有量が、農薬粒剤の総重量に対して13%以上の場合、本発明の農薬粒剤の製造時間を更に短縮でき、18%以下の場合、本発明の農薬粒剤として更に適当な円形度係数を有することから13%~18%の範囲が好ましい。

#### [0033] (滑沢剤)

本発明で使用される「滑沢剤」は、農薬製剤上、滑沢剤として使用可能であることが知られる物質であれば、特に限定されるものではない。

- [0034] 本発明で使用される滑沢剤は、本願明細書中に記載する滑沢剤としての1つまたは2つ以上の成分を含み得る。
- [0035] 本発明における滑沢剤としては、無機物(例えば、鉱物類)および有機物 (例えば、ステアリン酸塩)が挙げられる。
- [0036] 前記無機物としては、例えば、鉱物類(天然ケイ酸塩、大理石、軽石、石灰岩、希土類鉱物、氷晶石、活性白土、石灰、活性炭、タルク、アタパルジャイト、ナトリウムモンモリロナイト、カルシウムモンモリロナイト、カオリナイト、カルサイト、ドロマイト、ダイアトマイト、ベントナイト、ゼオライト、セピオライト、パイロフィライト、バーミキュライト、ホワイトカーボン、結晶性シリカ、非晶質シリカ等)、二酸化ケイ素、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸バリウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、硫酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、硝酸アンモニウム、リン酸カルシウム、硫黄、炭酸カルシウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、合成ケイ酸塩、およびこれらの粉砕物;および、

前記有機物としては、例えば、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸 カルシウム、ステアリン酸、ラウリル硫酸ナトリウムおよびこれらの粉砕物 、穀物粉末類(米ぬか、米粉、トウモロコシ粉末、小麦粉等)、糖類(セルロース、澱粉、乳糖、グルコース、フルクトース、スクロース等)、植物由来の粉末類(ナッツシェル粉砕物、ココナッツ、クルミ、ピーナッツ等のナッツシェル粉砕物)、樹木由来の粉末(樹皮粉末やおがくず等)、その他の植物粉砕物(タバコの茎、大豆、綿実殻等))、リグニン、貝殻、尿素、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリビニルアルコール、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、エチレンー酢酸ビニル共重合体、エチレンーメタクリル酸メチル共重合体、ポリビニルピロリドンーメタアクリル酸共重合体、ポリビニルピロリドンー所酸ビニル共重合体、セルロース誘導体類、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、が挙げられる。

滑沢剤の好ましい具体例としては、例えば、タルクおよびホワイトカーボンなどの無機鉱物、およびステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、およびステアリン酸などのステアリン酸またはその塩が挙げられる。

[0037] 本発明の農薬粒剤中の、滑沢剤の含有量は、良好な形状の本発明の農薬粒剤を製造する観点から、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で、通常、O. 5%~5%の範囲である。また、滑沢剤の含有量が、農薬粒剤の総重量に対して、3%以下の場合は、本発明の農薬粒剤の製造時間を更に短縮できることから、O. 5%~3%の範囲が好ましい。

#### [0038] (高吸水性樹脂)

本発明で使用される「高吸水性樹脂」とは、自重の数百倍から1000倍の水を吸収し、保持する機能を有する高分子材料のことをいい、農薬製剤上、高吸水性樹脂として使用可能であることが知られる物質であれば、特に限定されるものではないが、本発明においては、その体積中位径が $100\mu$ m以下である物質が使用される。

[0039] ここで、高吸水性樹脂の体積中位径が100μmより大きいものを使用するとき、かかる高吸水性樹脂が適切に粒剤に取り込まれず、造粒後に粉のまま残存するという問題が生じる。

- [0040] 本発明で使用される高吸水性樹脂は、本願明細書中に記載する高吸水性樹脂としての1つまたは2つ以上の成分を含み得る。
- [0041] 本発明における高吸水性樹脂としては、例えば合成ポリマー系樹脂が挙げられ、より具体的には、ポリアクリル酸塩系樹脂を挙げられる。
- [0042] 本発明に使用する高吸水性樹脂として具体的には、例えば、澱粉-アクリル酸グラフト重合体、澱粉-アクリルニトリルグラフト重合体加水分解物、澱粉-スチレンスルホン酸グラフト重合体、澱粉-ビニルスルホン酸グラフト重合体、澱粉-ビニルスルホン酸グラフト重合体、澱粉-アクリルアミドグラフト重合体、およびセルロース誘導体などが挙げられる。高吸水性樹脂の具体例としては、セルロース-アクリロニトリルグラフト重合体、セルロース-スチレンスルホン酸グラフト重合体、カルボキシメチルセルロースの架橋体、ヒアルロン酸、アガロース、コラーゲン、ポリビニルアルコール架橋重合体、ポリビニルアルコール吸水ゲル凍結・解凍エラストマー、ポリアクリル酸ナトリウム架橋体、アクリル酸ナトリウムービニルアルコール共重合体、ポリアクリルニトリル系重合体ケン化物、ヒドロキシエチルメタクリレートポリマー、無水マレイン酸系(共)重合体、ビニルピロリドン系(共)重合体、ポリエチレングリコール・ジアクリレート架橋重合体、エステル系ポリマー、アミド系ポリマー、およびポリアルキレンオキサイド系のノニオン型高吸水性樹脂などを挙げることができる
- [0043] 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂としては、サンフレッシュS T-500MPSA(体積中位径20~50μm、三洋化成工業株式会社)、サンフレッシュST-100MC(体積中位径20~50μm、三洋化成工業株式会社)、サンフレッシュST-100PS(体積中位径10~20μm、三洋化成工業株式会社)、サンフレッシュST-100T(体積中位径5~10μm、三洋化成工業株式会社)、サンフレッシュST-100MPS(体積中位径20~50μm、三洋化成工業株式会社)、サンウェット
  IM-300MPS(体積中位径20~50μm、三洋化成工業株式会社)、サンウェットIM-100MPS(体積中位径20~50μm、三洋化成

工業株式会社)、アクアキープCA180N(体積中位径70 $\mu$ m、住友精化株式会社)、およびアクアキープ10SH-NF(体積中位径25 $\mu$ m、住友精化株式会社)などが挙げられる。

- [0044] 本発明の農薬粒剤中の、高吸水性樹脂の含有量は、通常、水中での農薬活性成分の溶出性の観点から、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で0.5%以上とし、また、コストの観点から、15%以下とする。従って、本発明の農薬粒剤中の、高吸水性樹脂の含有量は、農薬粒剤の総重量に対して、重量比で、通常、0.5%~15%、好ましくは、0.5%~10%、より好ましくは、0.5%~7%の範囲である。
- [0045] 本発明の農薬粒剤中の、前記石油系ワックスと前記高吸水性樹脂との重量 比は、本発明の農薬粒剤の製造の観点から、1:1.25以上が好ましく、 また、本発明の農薬粒剤として適当な円形度係数の観点から、36:1以下 であることが好ましい。従って、本発明の農薬粒剤中の、前記石油系ワック スと前記高吸水性樹脂との重量比は、例えば、1:1.25~36:1の範 囲が挙げられる。
- [0046] 本発明の農薬粒剤中の、前記石油系ワックスと前記滑沢剤(例えば、ホワイトカーボン)との重量比は、本発明の農薬粒剤の製造の観点から、3:1以上が好ましく、36:1以下であることが好ましい。従って、本発明の農薬粒剤中の、前記石油系ワックスと前記滑沢剤との重量比は、例えば、3:1~36:1の範囲が挙げられる。
- [0047] 本発明の農薬粒剤の構成成分としては、上述の農薬活性成分、石油系ワックス、滑沢剤、高吸水性樹脂に加えて、他の構成成分を含んでもよく、例えば、製剤化のための基剤を含み得る。該基剤の具体例としては、通常農薬粒剤の製剤化において使用される成分であれば、特に限定されるものではないが、例えば、ロウ石、サポナイト、ヘクトライト、ソーコナイト、スチーブンサイト、ノントロナイト、モンモリロナイト、バイデライト等のスメクタイト鉱物、カオリナイト、ディッカナイト、ナクライト、ハロサイト等のカオリン鉱物、クリソタイル、リザータイト、アンチコライト、アメサイト等

の蛇紋石、パイロフィライト、タルク、ロウ石、白雲母、フェンジャイト、セリサイト、イライト等の雲母、アタパルジャイト、セピオライト等の含水ケイ酸マグネシウム、ゼオライト、およびバーミキュライトが挙げられる。 基剤は、製剤化する上で、上述の農薬活性成分、石油系ワックス、滑沢剤、高吸水性樹脂に加えて、重量を調整するためのバランサーとして添加される。本発明の農薬粒剤が基剤を含む場合、その含有量は、農薬粒剤を所望の重量とするために適宜選択される。

- [0048] 本発明の農薬粒剤は、円形度係数が O. 9 O 以上である。円形度係数が O. 9 O 未満である場合、粒同士が凝集した形状の粒が増え、所望の農薬粒剤を得ることができない。本発明の農薬粒剤を使用して、更にコーティングを施す場合は均一なコーティングの観点から、球状により近いことが好ましく、円形度係数が、 O. 9 5 以上であることがより好ましい。
- [0049] 本発明における円形度係数とは、凸凹を表す係数のことで、農薬粒剤の球状の程度を表す指標をいう。円形度係数の最大、すなわち真円は1であり、粒子の形状が真円から離れるにしたがって値が小さくなる。円形度係数は、以下の式により算出される。

円形度係数= $4\pi\times$ 円の面積/(周囲長)<sup>2</sup>

かかる円形度係数は、例えば、本願発明で製造される球状の農薬粒剤の一定数(例えば、100粒)について、各粒子の表面上の複数の平面についてその垂直方向からの光学的な画像を撮影し、そのデータを公知の画像解析式粒度分布測定ソフトウェア(例えば、株式会社マウンテック製の画像解析式粒度分布測定ソフトウェアMac-View)にて画像解析し、かかる解析結果から平均値の円形度係数を算出することにより、決定する。

#### [0050] (製造方法)

本発明の1態様によれば、本発明の農薬粒剤は、

- a) 農薬活性成分、
- b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
- c)滑沢剤、および

d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂、

を含有する粉状組成物を、加熱混練および撹拌造粒の工程に供することを含 み、

これらの工程において、前記石油系ワックスの融点以上、前記農薬活性成分の融点以下で加熱しながら攪拌することを含む、工程によって、 製造することができる。

- [0051] 本発明で使用する「加熱混練」とは、農薬製剤の製造における操作として 知られる方法に準じて、熱可塑性物質の結合剤を含む本発明の粉状組成物の 粉粒体を結合剤の融点以上の温度で混練する方法のことをいう。
- [0052] 本発明で使用する「撹拌造粒」とは、農薬製剤の製造における操作として 知られる方法に準じて、回転する撹拌造粒処理用の羽根等によって、結合剤 を含む粉状物を練り込み、圧密化された粒状物を得る方法のことをいう。
- [0053] 本発明は、加熱混練処理および攪拌造粒処理を含む製造方法を採用できる。更に、本発明の農薬粒剤の製造方法は、加熱混練処理および攪拌造粒処理を同時に行う溶融造粒法を含むことが好ましい。また、本発明の農薬粒剤においては、熱可塑性物質の結合剤として、融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックスが使用される。
- [0054] 本発明の溶融造粒法において用いることのできる装置としては、混合槽(容器部)の外側に、内部へ投入された粉体原料(粉状組成物)を加熱することができる加熱部と、容器部内の底面に取り付けられたアジテータ羽根と側面部に高速回転のチョッパー羽根を備え、投入した原料を所望の温度に保ちながら両羽根の作用により、短時間で混合(攪拌)、分散、せん断することができる装置が好ましい。アジテータ羽根とチョッパー羽根以外にも、必要に応じて、更に多種類の羽根を追加してもよい。アジテータ羽根の大きさは、容器部の底部の直径よりも小さければよいが、小さいと攪拌の効率が悪くなるため、容器部の底部の直径の8割以上の大きさであることが好ましい。チョッパー羽根の大きさは、アジテータ羽根、容器部の上蓋および底面と接触しない大きさであれば、特に制限されない。

- [0055] 本発明において、農薬粒剤の製造のための溶融造粒法に使用し得る装置の概要を説明する。図1に、例示的な装置の模式断面図を示す。ここで、上方に開口部を有する水平皿型の容器部、上蓋、丸皿型の容器部の底面の中心を通る垂直線を回転軸とするアジテータ羽根(羽根の枚数は例えば3枚が挙げられるが、これに限定されない;3枚のうちの2枚を図示する)、丸皿型の容器部の側面を貫通する水平線を回転軸とするチョッパー羽根(羽根の枚数は例えば3枚が挙げられるが、これに限定されない;3枚のうちの2枚を図示する)、製造した粒剤の排出部である原料排出シュート部、内部に温水が循環することにより容器部を加熱する加熱部であるジャケット、空気の対流により装置内部への粉体の侵入を抑制するエアーシールライン、駆動部(モーター部ともいう)、および電気系統部、を備える。
- [0056] このような装置は市販のものを使用することができ、例えば、深江パウテック株式会社(現株式会社アーステクニカ)製ハイスピードミキサーおよびハイフレックスグラルが挙げられる。更に、同様の性能を有する装置として、株式会社ダルトン製SPグラニュレーター、フロイント産業株式会社製グラニュマイスト、および株式会社パウレック製バーチカルグラニュレーターを挙げることができる。ただし、これら装置に限定されるものではない。
- [0057] また、かかる装置を用いる溶融造粒法を含む操作例を、フローチャートとして図2に示す。

図2を使用して、溶融造粒法を含む本発明の製造方法の一例を説明する。

#### [0058] (粉状農薬の準備)

本発明の製造方法では、まず、ロウ石と農薬活性成分とを予め均一に混合し、粉砕装置で全量粉砕して、体積中位径が2μm~100μmの農薬活性成分を含有する粉状農薬を準備してもよい。粉状農薬の体積中位径が小さいと、粉立ちが強く取扱性が悪くなり、体積中位径が大きいと、かかる粉状農薬が適切に粒剤に取り込まれず、造粒後に粉のまま残存するという問題が生じる。粉砕装置としては、例えば、株式会社セイシン企業製の縦型ジェットミル(JOM-0101型ジェット粉砕装置)を挙げることができるが、こ

れに限定されるものではない。

[0059] (工程1:仕込み)

次に、図2に記載の通り、所定量の原料(ロウ石、粉状農薬、滑沢剤、高吸水性樹脂、およびワックス)を装置の開口部より容器部に投入する。原料を投入する順番は、限定されるものではなく、予め混合した原料を容器部に投入してもよい。

[0060] (工程2:攪拌·加熱)

次に、加熱部により容器部を所定の温度に加熱し、投入した原料を、加熱 状態を維持しながら、アジテータ羽根およびチョッパー羽根をそれぞれ所定 の回転速度で撹拌・混練することで、加熱混練および撹拌造粒の加工処理を 同時に行う。このように同時に処理する方法を溶融造粒法と呼び、本方法に より、高い円形度係数を得ることができる。ここで、容器部は、原料の投入 前に予め加熱しておいてもよい。加熱部としては、図1のようなジャケット であってもよく、ジャケットに加熱媒体である温水を流すことで、容器部を 加熱してもよい。

- [0061] 所定の温度とは、ワックスの融点以上且つ農薬活性成分の融点以下の温度であり、更に、製造コストの観点から、上限温度は、ワックスの融点より20℃を超えない温度が好ましく、ワックスの融点より15℃を超えない温度が更に好ましい。
- [0062] アジテータ羽根およびチョッパー羽根の回転速度は、装置の容量に応じて変わり得る。例えば、ハイスピードミキサー装置-1において、アジテータ羽根の回転速度は、通常200rpm~1300rpm、好ましくは300rpm~1000rpm、更に好ましくは400rpm~900rpmの範囲であり、チョッパー羽根の回転速度は、通常100rpm~3000rpm、好ましくは200rpm~1500rpm、更に好ましくは300rpm~1000rpmの範囲である。ハイスピードミキサー装置-2において、アジテータ羽根の回転速度は、通常50rpm~600rpm、好ましくは100rpm~550rpm、更に好ましくは150rpm~500rp

mの範囲であり、チョッパー羽根の回転速度は、通常200rpm~500 0rpm、好ましくは1000rpm~4000rpm、更に好ましくは1 500rpm~3000rpmの範囲である。アジテータ羽根の回転数が低いと、混練が不十分となり、粒剤を得ることができず、回転数が高いと応力が大きくなり、粒剤が潰れて高い円形度係数を有する粒剤を得ることができない。チョッパー羽根の回転数が低いと、粒同士の凝集が生じ易くなり、回転数が高いと粉化が生じ易くなる。

[0063] 攪拌・混練は、球状粒剤が形成されるまで実施する。この時、混練が不足していると粒剤が粉化しやすくなるため、通常3分以上、好ましくは5分以上混練することが望ましい。

#### [0064] (工程3:冷却)

次に、得られた球状粒剤を室温まで放冷する。冷却手段は、放冷でもよいが、例えば、冷風により冷却してもよい。

### [0065] (工程4:排出)

放冷後、排出部から球状粒剤を取り出す。図2では、球状粒剤を放冷し、 排出部から取り出しているが、先に排出部から取り出し、室温まで冷却して もよい。また、排出部としては、図1のようなシュート状の形状を有してい てもよい。

#### [0066] (工程5:篩い)

最後に、所定の大きさの篩にかけて、目的の球状農薬粒剤を得る。篩の大きさは、目的とする球状農薬粒剤の大きさに応じて変わり得るが、例えば、目開きが $1000\mu$ mの篩の上に目開きが $2000\mu$ mの篩を重ねて、球状粒剤の篩過作業を行い、目開きが $1000\mu$ mの篩上に残った球状粒剤を回収すると、粒子径が $1000\mu$ m以上 $2000\mu$ m以下の球状農薬粒剤を得ることができる。この時、球状粒剤を目開きが $2000\mu$ mの篩で篩って、篩上に残った球状粒剤を取り除き、残った球状粒剤を目開きが $1000\mu$ mの篩で篩って、篩上に残った球状粒剤を回収することで、粒子径が $1000\mu$ m以上 $2000\mu$ m以下の球状農薬粒剤を得てもよい。

## 実施例

[0067] 以下、実施例、製造例、比較例、および試験例により本発明をさらに詳細 に説明するが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。

また、本発明に使用される、原料、試薬および装置を下記に記載するが、 これらのものに限定されるものではない。

[0068] (使用した装置)

ハイスピードミキサー装置-1 (深江パウテック株式会社(現株式会社アーステクニカ)製LFS-GS-1J型)

上方に開口部を有する水平皿型の容器部、上蓋、丸皿型の容器部の底面の中心を通る垂直線を回転軸とするアジテータ羽根、丸皿型の容器部の側面を貫通する水平線を回転軸とするチョッパー羽根、製造した粒剤の排出部である原料排出シュート部、内部に温水が循環することにより容器部を加熱する加熱部であるジャケット、空気の対流により装置内部への粉体の侵入を抑制するエアーシールライン、駆動部(モーター部ともいう)、および電気系統部、を有する攪拌装置。丸皿型の容器部の容量が約2L、内径が約18cmであり、アジテータ羽根は半径約9cmの3枚の羽根が容器部の底面および内壁に沿うように回転可能に容器部の底面に取り付けられている。チョッパー羽根は半径2cmの2枚の羽根が2対を備え、容器部の底面とアジテータ羽根に接触しないように、回転可能に容器部の側壁面に取り付けられている

[0069] ハイスピードミキサー装置-2 (深江パウテック株式会社(現株式会社アーステクニカ)製HFS-GS-25G型)

上方に開口部を有する水平皿型の容器部、上蓋、丸皿型の容器部の底面の中心を通る垂直線を回転軸とするアジテータ羽根、丸皿型の容器部の側面を貫通する水平線を回転軸とするチョッパー羽根、製造した粒剤の排出部である原料排出シュート部、内部に温水が循環することにより容器部を加熱する加熱部であるジャケット、空気の対流により装置内部への粉体の侵入を抑制するエアーシールライン、駆動部(モーター部ともいう)、および電気系統

部、を有する攪拌装置。丸皿型の容器部の容量が約25L、内径が約40cmであり、アジテータ羽根は半径約20cmの3枚の羽根が容器部の底面および内壁に沿うように回転可能に容器部の底面に取り付けられている。チョッパー羽根は半径3.5cmの2枚の羽根が2対を備え、容器部の底面とアジテータ羽根に接触しないように、回転可能に容器部の側壁面に取り付けられている。

### [0070] 実施例1

#### 粉状農薬1

70. 〇重量部のオキサゾスルフィルおよび30. 〇重量部のロウ石(商品名:勝光山クレーS、株式会社勝光山鉱業所製)を均一に混合し、縦型ジェットミル(JOM-O1O1型ジェット粉砕装置、株式会社セイシン企業製)にて全量粉砕して、体積中位径が3.  $9\mu$ m(MALVERN製マスターサイザー(MASTERSIZER)2000で測定した)のオキサゾスルフィルを含有する粉状農薬(以下、「粉状農薬1」と記す。)を得た。

### [0071] 実施例2

#### 粉状農薬2

粉状農薬1の製造方法に準じて、40.0重量部のインピルフルキサムおよび60.0重量部のロウ石を用いて、体積中位径が11.2 $\mu$ mのインピルフルキサムを含有する粉状農薬(以下、「粉状農薬2」と記す。)を得た

#### [0072] 実施例3

#### 粉状農薬3

粉状農薬1の製造方法に準じて、70.0重量部のイソチアニルおよび30.0重量部のロウ石を用いて、体積中位径が4.1μmのイソチアニルを含有する粉状農薬(以下、「粉状農薬3」と記す。)を得た。

#### [0073] 実施例4

#### 粉状農薬4

粉状農薬1の製造方法に準じて、70.0重量部のクロチアニジンおよび

30.0重量部のロウ石を用いて、体積中位径が9.8 μmのクロチアニジンを含有する粉状農薬(以下、「粉状農薬4」と記す。)を得た。

#### [0074] 製造例1

ハイスピードミキサー装置-1の容器内に、28.41gの粉状農薬1、 80.0gの石油系ワックス(マイクロクリスタリンワックス、商品名:L UVAX2191、日本精鑞株式会社製、融点:84℃)、5.0gのホワ イトカーボン (二酸化ケイ素、商品名:トクシールGU-N、オリエンタル シリカズコーポレーション製)、20.0gの高吸水性樹脂(アクリル酸重 合体部分ナトリウム塩架橋物、商品名:サンフレッシュ ST-500MP SA、三洋化成工業株式会社製、平均粒子径:26.4μm)、366.5 9 g のロウ石(商品名:勝光山クレーS、株式会社勝光山鉱業所製)を投入 し、粉状組成物とした。次に、該装置のアジテータ羽根(回転数:637 r pm)およびチョッパー羽根(回転数:500rpm)を回転させ、装置内 の粉状組成物を攪拌させた。次に、容器を加熱し、攪拌状態にある上記粉状 組成物の温度が84℃になるまで回転を維持した。その後、加熱状態を維持 しながら1.5分毎に回転を停止、上方の開口部より上記粉状組成物の状態 を観察、回転を再開の操作を球状粒剤が形成されるまで繰り返した。球状粒 剤の形成を確認後、容器から球状粒剤を取り出し、室温になるまで冷却した 。その後、目開きが $1000\mu$ mの篩の上に目開きが $2000\mu$ mの篩を重 ねて、当該球状粒剤の篩過作業を行い、目開きが1000μmの篩上に残っ た球状粒剤を回収し、オキサゾスルフィルを含有する球状農薬粒剤(以下、 「球状農薬粒剤A」と記す。)を得た。

[0075] 製造例2~13、16~20

ハイスピードミキサー装置-1の容器内に仕込んだ粉状組成物を下表に示す組成比に変更した以外は製造例1と同様の操作を行い、球状農薬粒剤 $B\sim M$ 、および $P\sim T$ を得た。

[0076] 製造例14、15

ハイスピードミキサー装置-1をハイスピードミキサー装置-2に、アジ

テータ羽根の回転数を300rpmに、チョッパー羽根の回転数を2500rpmに、およびハイスピードミキサー装置の容器内に仕込んだ粉状組成物を下表に示す組成比に変更した以外は製造例1と同様の操作を行い、球状農薬粒剤N、およびOを得た。

#### [0077] 製造例21、22、参考製造例1~3

ハイスピードミキサー装置 - 1 の容器内に仕込んだ粉状組成物を下表に示す組成比に変更した以外は製造例 1 と同様の操作を行い、球状農薬粒剤 U ~ Y を得た。

#### [0078] 比較例1~4、6~10

ハイスピードミキサー装置-1の容器内に仕込んだ粉状組成物を下表に示す組成比に変更した以外は製造例1と同様の操作を行った。比較例1、2、3、6、7、8、9は球状農薬粒剤を得ることができなかった。比較例4、10では球状農薬粒剤d、jを得た。

#### [0079] 比較例5

ハイスピードミキサー装置-1をハイスピードミキサー装置-2、アジテータ羽根の回転数を300rpm、チョッパー羽根の回転数を2500rpm、ハイスピードミキサー装置の容器内に仕込んだ粉状組成物を下表に示す組成比に変更した以外は製造例1と同様の操作を行った。比較例5は球状農薬粒剤を得ることができなかった。

#### 「0080】比較例11

体積中位径が100μmより大きい高吸水性樹脂(アクアキープ10SH-PF)を使用した場合の、本発明の球状農薬粒剤の製造可否を調べた。

[0081] ハイスピードミキサー装置-1の容器内に、54.43gのインピルフルキサム濃粉、75.0gの石油系ワックス(マイクロクリスタリンワックス、商品名:LUVAX2191、日本精鑞株式会社製、融点:84℃)、2.5gのホワイトカーボン(二酸化ケイ素、商品名:トクシールGU-N、オリエンタルシリカズコーポレーション)、20.0gの高吸水性樹脂(商品名:アクアキープ10SH-PF、粒子径:160μm、住友精化株式会

社製、平均粒子径:26.4 $\mu$ m)、348.07gの口ウ石(商品名:勝光山クレーS、株式会社勝光山鉱業所製)を仕込み、該装置のアジテータ羽根(回転数:637rpm)およびチョッパー羽根(回転数:500rpm)を回転させた。次に、容器を加熱し、上記粉体原料の温度が84 $^{\circ}$ Cになるまで回転を維持した。その後、加熱状態を維持しながら1.5分毎に回転を停止、上方の開口部より状態を観察、回転を再開の操作を球状粒剤が形成するまで繰り返した。球状粒剤を確認後、これを取り出し、室温になるまで冷却した。その後、目開きが1000 $\mu$ mの篩の上に目開きが2000 $\mu$ mの篩を重ねて、当該球状粒剤の篩過作業を行ったところ、1000 $\mu$ mの篩を通過した高吸水性樹脂が多量に回収され、粉のまま残存し、球状粒剤中に高吸水性樹脂を必要量含有させることができなかった。

#### [0082] 円形度係数

本発明における球状農薬粒剤の円形度係数について、以下に説明する。

本発明における粒状農薬粒剤の円形度係数は、下記に示す方法により測定される。ランダムに選んだ100粒の球状農薬粒剤を板硝子面等の滑らかな平面上に置いた。該平面に対して垂直方向から、該粒子の各々の平面として画像を取得した。次に平面画像として取り込んだ該画像を株式会社マウンテック製の画像解析式粒度分布測定ソフトウェアMac-Viewにて画像解析した。簡単選択ツールの非球形モードを選択し、付属のペンにて取り込まれた該画像の球状農薬粒剤1粒1粒をタッチしていき、球状農薬粒剤の輪郭を自動で描いた。これを100粒繰り返し、自動計算にて円形度係数を算出した。

## [0083] 試験例

#### 水中溶出試験

球状農薬粒剤 A  $\sim$  V および球状農薬粒剤 d、 j について、以下の操作により水中溶出試験を行った。まず、球状農薬粒剤約 15 mg を 1 L 容のガラスビーカーに入れた。ここに、イオン交換水 900g を加え、蓋をして  $25 ^{\circ}$  の恒温水槽に静置した。 7 日後、サンプル瓶中の水 2 mL を取り、水中の農

薬活性成分量を高速液体クロマトグラフィーで測定し、以下の式で溶出率を求めた。ここで、本発明の球状農薬粒剤において、7日後の水中の農薬活性成分の溶出率が高いほど、環境中での農薬活性成分の速放性が優れている。水中溶出率 (%) = (A/B) × 100

A : 水中に溶出した農薬活性成分量

B : 粒剤中の農薬活性成分含有量

[0084] 以下に、本願明細書中に上述した製造例および比較例について、球状農薬 粒剤の製造可否、円形度係数、および溶出率(7日後)をまとめた結果を、 下記表に示す。

[0085] 製造例1~6において得られた、球状農薬状粒剤A~Fの組成を下記表1 (重量部基準)および2(仕込み量基準)に示す。

石油系ワックスの含有量を変更した場合の製造例

### [0086] [表1]

	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製造例	製 造 例
	1	2	3	4	5	6
	球状農	球状農	球状農	球状農	球 状 農	球 状 農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	莱 粒 剤
	Α	В	С	D	E	F
粉状農薬1	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
(有効成分として)						
石油系ワックス	16.0	11.0	12.0	13.0	14.0	15.0
ホワイトカーボン	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
高吸水性樹脂	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
ロウ石	残	残	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
24) タネハッタナ目は	● 単 カワップ 士	ーユァ				

注)各成分の含有量は重量部で表示する。

[0087]

## [表2]

	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製造例	製造例	製 造 例
	1	2	3	4	5	6
	球状農	球状農	球状農	球 状 農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬粒剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	A	В	С	D	E	F
粉状農薬1	28. 41	28, 41	28.41	28.41	28. 41	28. 41
石油系ワックス	80.0	55.0	60.0	65.0	70.0	75.0
ホワイトカーボン	5.0	5. 0	5.0	5.0	5.0	5.0
高吸水性樹脂	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
ロウ石	366, 59	391, 59	386, 59	381.59	376,59	371.59
合計 (g)	500.0	500.0	500.0	500.0	500.0	500.0
注) タボムの合有暴け	主酸の井は	7. 黒 - 4 主 -	テナス			

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0088] 上記の製造例 1 ~ 6 で製造した球状農薬粒剤 A ~ F についての、製造可否 、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果を下記表3に示す。 (試験結果)

## [0089] [表3]

	製造例	製造例	製造例	製造例	製 造 例	製 造 例
	1	2	3	4	5	6
	球状農	球状農	球状農	球状農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬粒剤	薬 粒 剤
	A	В	C	D	E	F
製造可否	न्	可	Ħ	нſ	Π	B
円形度係数	0.99	0.99	0.98	0.99	0.99	0.98
7日後の溶出率	97.4	95.1	93. 3	97.5	95.3	97.3
(%)						

[0090] 製造例7~9において得られた、球状農薬状粒剤G~Iの組成を下記表4 (重量部基準) および5 (仕込み量基準) に示す。

石油系ワックスの含有量を変更した場合の製造例

[0091]

## [表4]

	製造例	製 造 例	製 造 例
	7	8	9
	球状農	球 状 農	球状農
	薬粒剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	G	Н	1
粉状農薬1	4.00	4.00	4.00
(有効成分として)			
石油系ワックス	17.0	18.0	19. 0
ホワイトカーボン	1.00	1.00	1.00
高吸水性樹脂	4.00	4.00	4.00
ロウ石	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0

注)各成分の含有量は重量部で表示する。

## [0092] [表5]

	製造例	製造例	製 造 例
	7	8	9
	球 状 農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	G	Η .	I
粉状農薬1	28. 41	28, 41	28. 41
石油系ワックス	85.0	90.0	95.0
ホワイトカーボン	5.0	5.0	<b>5.</b> 0
高吸水性樹脂	20.0	20.0	20.0
ロウ石	361.59	356. 59	351.59
合計 (g)	500.0	500.0	500.0

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0093] 上記の製造例7~9で製造した球状農薬粒剤G~Iについての、製造可否 、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果を表6に示す。 (試験結果)

[0094]

## [表6]

	製造例	製造 例	製 造 例
	7	8	9
	球状農	球 状 農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	莱 粒 剤
	G	ŀΙ	I
製造可否	न्	ग्	<u>a]</u>
円形度係数	0.97	0.96	0.92
7日後の溶出率 (%)	90.6	96.0	94. 3

[0095] 製造例10~13において得られた、球状農薬状粒剤J~Mの組成を下記表7(重量部基準)および8(仕込み量基準)に示す。

高吸水性樹脂の含有量を変更した場合の製造例

## [0096] [表7]

	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製 造 例
	10	1 1	1 2	1 3
	球状農	球 状 農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	J	K	L	M
粉状農薬1	4. 00	4.00	4.00	4. 00
(有効成分として)				
石油系ワックス	16.0	16.0	16.0	16.0
ホワイトカーボン	1.00	1.00	1.00	1.00
高吸水性樹脂	0.50	7.00	10.00	15.00
ロウ石	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0
口可 (里里即)	100.0	100.0	100.0	100.0

注) 各成分の含有量は重量部で表示する。

## [0097]

### [表8]

	製造例	製造例	製造例	製 造 例
	1 0	1 1	1 2	1 3
	球状農	球状農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	楽 粒 剤	薬 粒 剤
	J	K	L	M
粉状農薬1	28.41	28.41	28.41	28. 41
石油系ワックス	80.0	80.0	80.0	80.0
ホワイトカーボン	5.0	5.0	5.0	5.0
高吸水性樹脂	2.5	35.0	50.0	75.0
ロウ石	384.09	351.59	336. 59	311.59
合計 (g)	500.0	500.0	500.0	500.0

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0098] 上記の製造例10~13で製造した球状農薬粒剤J~Mについての、製造可否、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果を下記表9に示す。 (試験結果)

## [0099] [表9]

	製 造 例	製造例	製造例	製 造 例
	1 0	1 1	1 2	1 3
	球状農	球状農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	J	K	L	M
製造可否	可	可	可	可
円形度係数	0, 98	0.98	0.98	0.98
7日後の溶出率	83. 3	98. 5	98.4	99. 4
(%)				

[0100] 製造例 1 4 ~ 1 5 において得られた、球状農薬状粒剤 N ~ O の組成を下記表 1 O (重量部基準) および 1 1 (仕込み量基準) に示す。 ホワイトカーボンの含有量を変更した場合の製造例

[0101]

## [表10]

	製 造 例	製造例
	1 4	1 5
	粒状農	粒状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	N	O
粉状農薬1	4.00	4.00
(有効成分として)		
石油系ワックス	16.0	16.0
ホワイトカーボン	0,50	5.00
高吸水性樹脂	4.00	4.00
ロウ石	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0

注) 各成分の含有量は重量部で表示する。

## [0102] [表11]

	製 造 例	製 造 例
	1 4	1 5
	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	N	0
粉状農薬 1	397.67	397. 67
石油系ワックス	1120.0	1120.0
ホワイトカーボン	35.0	350.0
高吸水性樹脂	280.0	280.0
ロウ石	5167.33	4852.33
合計 (g)	7000.0	7000.0

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0103] 上記の製造例 1 4 ~ 1 5 で製造した球状農薬粒剤 N ~ O についての、製造 可否、円形度係数、および溶出率 (7日後)の試験結果を下記表 1 2 に示す

(試験結果)

[0104]

## [表12]

	製 造 例	製造例
	1 4	1 5
	球 状 農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	N	О
製造可否	刊	FJ
円形度係数	0.99	0.99
7日後の溶出率	96. 4	99.9
(%)		

[0105] 製造例 1 6~20 において得られた、球状農薬状粒剤 P~Tの組成を下記表 13 (重量部基準) および 14 (仕込み量基準) に示す。

石油系ワックスと高吸水性樹脂との重量比、石油系ワックスとホワイトカーボンとの重量比を変更した場合の製造例

## [0106] [表13]

	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製 造 例	製造例
	16	1 7	1 8	1 9	2 0
	球状農	球状農	球 状 農	球状農	球 状 農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	P	Q	R	S	T
粉状農薬1	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
(有効成分として)					
石油系ワックス	12.0	18.0	12.0	15.0	18.0
ホワイトカーボン	1.00	1.00	3.00	5.00	0.50
高吸水性樹脂	15.0	0.50	4.00	4.00	4.00
ロウ石	残	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

注) 各成分の含有量は重量部で表示する。

[0107]

## [表14]

	製 造 例	製造例	製 造 例	製 造 例	製 造 例
	1 6	1 7	1 8	19	2 0
	球状農	球状農	球状農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	莱 粒 剤
	P	Q	R	S	Τ
粉状農薬1	28. 41	28.41	28, 41	28.41	28. 41
石油系ワックス	60.0	90.0	60.0	75.0	90.0
ホワイトカーボン	5.0	5.0	15.0	25.0	2.5
高吸水性樹脂	75.0	2.5	20.0	20.0	20.0
ロウ石	331.59	374.09	376. 59	351. 59	359.09
合計 (g)	500.0	500.0	500.0	500.0	500. 0

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0108] 上記の製造例 1 6 ~ 2 0 で製造した球状農薬粒剤 P ~ T についての、製造可否、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果を下記表 1 5 に示す

(試験結果)

## [0109] [表15]

	製 造 例	製 造 例	製造例	製造例	製造例
	1 6	1 7	1 8	19	2 0
	球状農	球 状 農	球 状 農	球 状 農	球 状 農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	葉 粒 剤
	P	Q	R	S	T
製造可否	可	可	可	म∫	ĦĴ
円形度係数	0.98	0.92	0.98	0.98	0.95
7日後の溶出率	91.9	82.5	92. 4	87.7	98.0
(%)					

注) 各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。

[0110] 製造例21、22、参考製造例1~3において得られた、球状農薬状粒剤 U~Yの組成を下記表16(重量部基準)および17(仕込み量基準)に示す。

粉状農薬1を粉状農薬2~4またはフラメトピル原体に変更した場合の製造 例および参考製造例

[0111]

[表16]

	製造例	製 造 例	参考製	参 考 製	参考製
	2 1	2 2	造例 1	造例 2	造例 3
	球状農	球状農	球状農	球状農	球状農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	U	V	W	X	Y
粉状農薬 2	4. 88	4.88			
(有効成分として)					
粉状農薬3			4.00		
(有効成分として)					
粉状農薬 4				4.00	
(有効成分として)					
フラメトピル原体					4.00
(有効成分として)					
石油系ワックス	16.0	16.0	16.0	16.0	16.0
ホワイトカーボン	0.50	0.50	1.00	1.00	1.00
高吸水性樹脂	2.00	3,00	4.00	4.00	4.00
ロウ石	残	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

注) 各成分の含有量は重量部で表示する。

## [0112] [表17]

	製造例	製造例	参考製造	参考製造	参考製造
	2 1	2 2	例1	例 2	例 3
	球状農薬	球状農薬	球状農薬	球状農薬	球状農薬
	粒剤U	粒剤V	粒剤W	粒剤X	粒剤Y
粉状農薬 2	61.40	61, 40			
粉状農薬3			29.07		
粉状農薬 4				28.90	
フラメトピル原体					20. 24
石油系ワックス	80.0	80. 0	80.0	80.0	80.0
ホワイトカーボン	2.5	2.5	5.0	5.0	5. 0
高吸水性樹脂	10.0	15.0	20.0	20.0	20.0
ロウ石	346.10	341.10	365.93	366. 10	374.76
合計 (重量部)	500.0	500.0	500.0	500.0	500. 0
注)各成分の含有量は	は実際の仕込	込み量で表示	する。		

[0113] 上記の製造例21、22、参考製造例1~3で製造した球状農薬粒剤U~ Yについての、製造可否、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果 を下記表18に示す。

(試験結果)

[0114]

[表18]

	製 造 例	製 造 例	参考 製	参考 製	参考製
	2 1	2 2	造例1	造例 2	造例3
	球状農	球 状 農	球 状 農	球 状 農	球 状 農
	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤	薬 粒 剤
	U	V	W	X	Y
製造可否	曰	F∫	可	可	可
円形度係数	0.99	0.99	0. 98	0.98	0.97
7日後の溶出率	100	98.8			
(%)					

注)表中、「一」は、未測定を意味する。

[0115] 比較例 1 ~ 5 における粉体原料、および球状農薬粒剤が得られた場合はその球状農薬粒剤、の組成を下記表 1 9 (重量部基準) および 2 0 (仕込み量基準) に示す。

## [0116] [表19]

	比較例	比較例	比較例	比較例	比 較 例
	1	2	3	4	5
				球状農	
				楽 粒 剤	
				d	
粉状農薬1	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
(有効成分とし					
て)					
石油系ワックス	10.0	20.0	25.0	16.0	16.0
ホワイトカーボ	1.00	1.00	1.00	1.00	7.00
ン					
高吸水性樹脂	4.00	4.00	4.00	0,00	4.00
ロウ石	残	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
注)各成分の含有量	は重量部	で表示する	) <sub>0</sub>		

[0117]

[表20]

	比 較 例	比較例	比 較 例	比 較 例	比 較 例
	1	2	3	4	5
				球状農	The state of the s
				薬 粒 剤	
				d	
粉状農薬1	28. 41	28. 41	28. 41	28.41	397. 67
石油系ワックス	50.0	100.0	125.0	80.0	1120.0
ホワイトカーボ	5.0	5.0	5.0	5.0	490.0
ン					
高吸水性樹脂	20.0	20.0	20.0	0.0	280.0
ロウ石	396. 59	346.59	321.59	386. 59	4712.33
合計 (g)	500.0	500.0	500.0	500.0	7000.0
主)各成分の含有量	は実際の	仕込み量で	表示する	o	

[0118] 上記の比較例 1 ~ 5 における粉体原料、および球状農薬粒剤が得られた場合はその球状農薬粒剤、についての、製造可否、円形度係数、および溶出率 (7日後)の試験結果を下記表 2 1 に示す。

## [0119] (試験結果)

## [0120] [表21]

	比 較 例	比 較 例	比 較 例	比 較 例	比 較 例
	1	2	3	4	5
				球状農	
				薬 粒 剤	
				d	
製造可否	不可	不可	不可	可	不可
円形度係数	_	_	201.7140	0.98	
7日後の溶出率			anglifus	26.2	
(%)					

[0121] 比較例6~10における粉体原料、および球状農薬粒剤が得られた場合は その球状農薬粒剤、の組成を下記表22(重量部基準)および23(仕込み 量基準)に示す。

[0122]

[表22]

	比 較 例	比 較 例	比較例	比較例	比 較 例
	6	7	8	9	10
					球状農
					薬 粒 剤
					· parent
粉状農薬1	4.00	4.00	4. 00	4.00	4.00
(有効成分とし					
て)					
石油系ワックス	11.0	12.0	19.0	11.0	19.0
ホワイトカーボ	5.00	5.00	0.50	1.00	1.00
ン					
高吸水性樹脂	4.00	4.00	4.00	15.0	0.50
ロウ石	残	残	残	残	残
合計 (重量部)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
注) 久武公の今右粤	)计重导如:	75主手ナス	_		

注) 各成分の含有量は重量部で表示する。

## [0123] [表23]

	比較例	比較例	比較例	比較例	比 較 例	
	6	7	8	9	1 0	
	201125-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11		***************************************		球状農	
					薬 粒 剤	
					j	
粉状農薬1	28. 41	28.41	28.41	28.41	28. 41	
石油系ワックス	55.0	60.0	95.0	55.0	95.0	
ホワイトカーボ	25.0	25.0	2.5	5.0	5.0	
ン						
高吸水性樹脂	20.0	20.0	20.0	75.0	2. 5	
ロウ石	371.59	366, 59	354.09	336, 59	369.09	
合計(g)	500.0	500.0	500.0	500.0	500.0	
主)各成分の含有量は実際の仕込み量で表示する。						

[0124] 上記の比較例6~10における粉体原料、および球状農薬粒剤が得られた場合はその球状農薬粒剤、についての、製造可否、円形度係数、および溶出率(7日後)の試験結果を下記表24に示す。

[0125] (試験結果)

[0126]

「表24]

	比 較 例	比 較 例	比 較 例	比 較 例	比 較 例
	6	7	8	9	1 0
					球状農
					薬 粒 剤
					j
製造可否	不可	不可	不可	不可	可
円形度係数			LANCE.		0.89
7日後の溶出率	<del></del>				75.0
(%)					

[0127] 比較例11の粉体原料の組成を下記表25に示す。

## [0128] [表25]

	比較例
	1 1
インピルフルキサム濃粉	4, 34
石油系ワックス	15.0
ホワイトカーボン	0. 50
アクアキーブ10SH-PF	4.00
ロウ石	残
合計 (重量部) 100.0	
注)各成分の含有量は重量部で表	示する。

[0129] 上記表の結果より、製造例と比較例とを比較した結果、本発明で得られた 円形度係数が O. 9 O以上の高い円形度係数を有する農薬粒剤は、環境中で の農薬活性成分の速放性が優れた農薬粒剤であることが分かった。

## 産業上の利用可能性

[0130] 本発明によれば、高い円形度係数を有しており、環境中での農薬活性成分の速放性が優れた農薬粒剤を提供することができる。本発明の農薬粒剤は、コーティングせずにそのまま使用することもできる。また、本発明の農薬粒剤を芯粒剤として使用することにより、均一なコーティングが期待できる。また、本発明は、加熱混練工程および攪拌造粒工程を同時に行い、1工程で球状の農薬粒剤を製造できるため、加水混練工程と押出造粒工程とマルメラ

イザーでの整粒工程とを組み合わせた従来の農薬粒剤の製造方法と比較して 、短時間で効率よく且つ省力的に球状の農薬粒剤を製造することができる。

## 請求の範囲

## 「請求項1]

- a) 農薬活性成分、
- b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
- c)滑沢剤、および
- d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂、

を含有する農薬粒剤であって、

農薬粒剤の総重量に対する、

前記石油系ワックスの含有量は、11~19重量%の範囲であり、 前記滑沢剤の含有量は、0.5~5重量%の範囲であり、

前記高吸水性樹脂の含有量は、0.5~15重量%の範囲であり、 円形度係数が0.90以上である、

農薬粒剤。

[請求項2]

円形度係数が0.95以上である、請求項1に記載の農薬粒剤。

「請求項3】

前記滑沢剤が、無機鉱物である、請求項1または2に記載の農薬粒剤。

[請求項4]

前記滑沢剤が、ホワイトカーボンである、請求項1~3のいずれか 1つに記載の農薬粒剤。

[請求項5]

前記石油系ワックスが、マイクロクリスタリンワックスである、請求項  $1 \sim 4$  のいずれか 1 つに記載の農薬粒剤。

[請求項6]

前記高吸水性樹脂が、合成ポリマー系樹脂である、請求項1~5のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項7]

前記高吸水性樹脂が、ポリアクリル酸塩系樹脂である、請求項1~6のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項8]

前記農薬活性成分が、融点が55℃以上の化合物である、請求項1 ~7のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項9]

前記農薬活性成分の含有量が、0.05~20重量%の範囲である、請求項1~8のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項10]

前記石油系ワックスの含有量が、13~18重量%の範囲である、

請求項1~9のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項11] 前記滑沢剤の含有量が、0.5~3重量%の範囲である、請求項1 ~10のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項12] 前記高吸水性樹脂の含有量が、 $0.5 \sim 10$  重量%の範囲である、 請求項 $1 \sim 11$  のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項13] 前記石油系ワックスと前記高吸水性樹脂との重量比が、1:1.2 5~36:1の範囲である、請求項1~12のいずれか1つに記載の 農薬粒剤。

[請求項14] 前記石油系ワックスと前記滑沢剤との重量比が、3:1~36:1 である、請求項1~13のいずれか1つに記載の農薬粒剤。

[請求項15] a)農薬活性成分、

- b) 融点が55℃以上110℃以下である石油系ワックス、
- c)滑沢剤、および
- d) 体積中位径が100μm以下の高吸水性樹脂

を含有する粉状組成物を、加熱混練および撹拌造粒の工程に供することを含み、

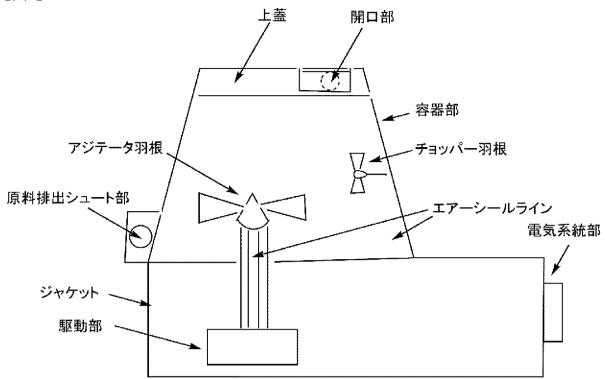
これらの工程において、前記石油系ワックスの融点以上、前記農薬 活性成分の融点以下で加熱しながら攪拌することを含む、

円形度係数が0.90以上である、

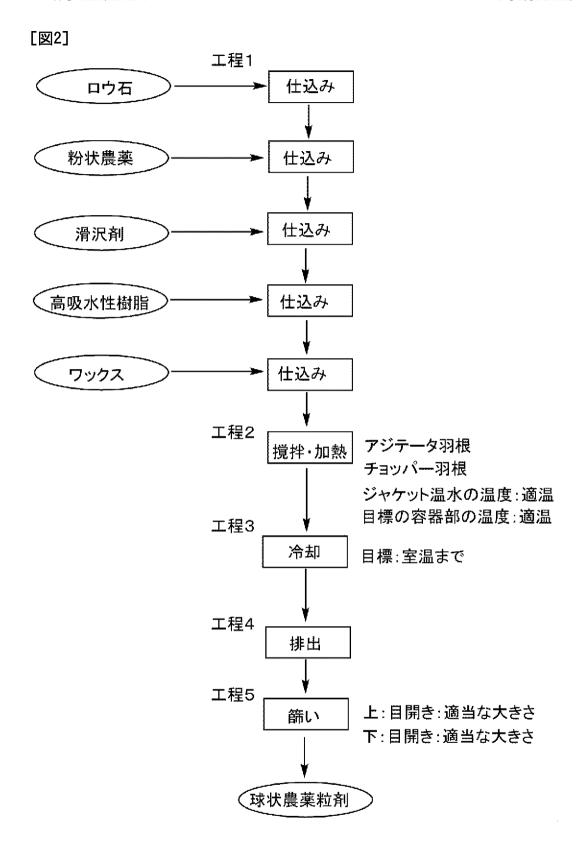
農薬粒剤の製造方法。

[請求項16] 前記加熱混練工程および撹拌造粒工程が同時に行われる、請求項1 5に記載の製造方法。 WO 2023/120293 PCT/JP2022/045796

# [図1]



WO 2023/120293 PCT/JP2022/045796



#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

#### PCT/JP2022/045796

#### A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**A01N 25/12**(2006.01)i; **A01N 25/10**(2006.01)i; **A01N 43/56**(2006.01)i; **A01N 43/80**(2006.01)i; **A01N 47/02**(2006.01)i; **A01N 51/00**(2006.01)i; **A01P 3/00**(2006.01)i; **A01P 7/04**(2006.01)i

FI: A01N25/12; A01N47/02; A01P7/04; A01N43/56 C; A01P3/00; A01N43/80 102; A01N51/00; A01N25/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

#### B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A01N25/12; A01N25/10; A01N43/56; A01N43/80; A01N47/02; A01N51/00; A01P3/00; A01P7/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023

Registered utility model specifications of Japan 1996-2023

Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

#### C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category\* Relevant to claim No. Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages X JP 2014-205640 A (SUMITOMO CHEMICAL CO) 30 October 2014 (2014-10-30) 1-16 claims, paragraphs [0006], [0008], production example 1, paragraphs [0043]-[0047] 1-16 Y Y JP 2002-80305 A (CHISSO CORP) 19 March 2002 (2002-03-19) 1-16 claims, paragraphs [0046]-[0047] JP 2003-55103 A (CHISSO CORP) 26 February 2003 (2003-02-26) 1-16 Α claims, examples, etc. JP 60-202801 A (NIPPON TOKUSHU NOYAKU SEIZO KK) 14 October 1985 (1985-10-14) 1-16 Α claims, examples, etc. JP 6-107509 A (E I DU PONT DE NEMOURS & CO) 19 April 1994 (1994-04-19) 1-16 Α claims, examples, etc. JP 8-92007 A (NIPPON BAYERAGROCHEM KK) 09 April 1996 (1996-04-09) 1-16 Α claims, examples, etc. Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex. later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered principle or theory underlying the invention to be of particular relevance earlier application or patent but published on or after the international document of particular relevance; the claimed invention cannot be "E' considered novel or cannot be considered to involve an inventive step filing date when the document is taken alone document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other document of particular relevance; the claimed invention cannot be special reason (as specified) considered to involve an inventive step when the document is document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document published prior to the international filing date but later than "P' document member of the same patent family the priority date claimed Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report **22 February 2023** 07 March 2023 Name and mailing address of the ISA/JP Authorized officer Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

ategory*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim N	
A	WO 95/09532 A1 (NIPPON SODA CO., LTD.) 13 April 1995 (1995-04-13) claims, examples, etc.	1-16	
A	JP 2001-233706 A (TAKEDA CHEMICAL INDUSTRIES LTD) 28 August 2001 (2001-08-28) claims, examples, etc.	1-16	
	Ciaims, examples, etc.		

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT Information on patent family members

International application No.

	Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)		r(s)	Publication date (day/month/year)
	JP	2014-205640	A	30 October 2014	(Famil	ly: none)		
	JP	2002-80305	A	19 March 2002	(Famil	ly: none)		
	JP	2003-55103	A	26 February 2003	(Family: none)			
	JР	60-202801	A	14 October 1985	(Family: none)			
	JP	6-107509	A	19 April 1994	US	5229356	A	
					EP CN	529975 1069853	A1 A	
						0-1993-0003817	A	
	JР	8-92007	A	09 April 1996	(Family: none)			
	WO	95/09532	<b>A</b> 1	13 April 1995	JP	2924180	В2	
ı					EP	721734	A1	
	JР	2001-233706	A	28 August 2001	(Family: none)			
l								

国際出願番号

PCT/JP2022/045796

## 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

A01N 25/12(2006.01)i; A01N 25/10(2006.01)i; A01N 43/56(2006.01)i; A01N 43/80(2006.01)i; A01N 47/02(2006.01)i; A01N 51/00(2006.01)i; A01P 3/00(2006.01)i; A01P 7/04(2006.01)i

FI: A01N25/12; A01N47/02; A01P7/04; A01N43/56 C; A01P3/00; A01N43/80 102; A01N51/00; A01N25/10

#### В. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

A01N25/12; A01N25/10; A01N43/56; A01N43/80; A01N47/02; A01N51/00; A01P3/00; A01P7/04

### 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

1971-2023年 日本国公開実用新案公報

日本国実用新案登録公報 1996-2023年

日本国登録実用新案公報 1994-2023年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

#### C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2014-205640 A (住友化学株式会社) 30.10.2014 (2014 - 10 - 30) 特許請求の範囲、段落0006、0008、製造例1、段落0043-0047	1-16
Y		1-16
Y	JP 2002-80305 A(チッソ株式会社)19.03.2002(2002 - 03 - 19) 特許請求の範囲、段落0046-0047	1-16
A	JP 2003-55103 A(チッソ株式会社)26.02.2003(2003 - 02 - 26) 特許請求の範囲、実施例等	1-16
A	JP 60-202801 A(日本特殊農薬製造株式会社)14.10.1985(1985 - 10 - 14) 特許請求の範囲、実施例等	1-16
A	JP 6-107509 A (イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・アンド・カンパニー) 19.04.1994 (1994 - 04 - 19) 特許請求の範囲、実施例等	1-16
A	JP 8-92007 A(日本バイエルアグロケム株式会社)09.04.1996(1996 - 04 - 09) 特許請求の範囲、実施例等	1-16

## ☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

【▽】パテントファミリーに関する別紙を参照。

- 引用文献のカテゴリー
- "A" 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- "E" 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に 公表されたもの "L" 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若し くは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を 付す)
- "0" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の 後に公表された文献 "P"
- 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵 触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引 用するもの
- 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性 又は進歩性がないと考えられるもの
- "Y" 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献 との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がな いと考えられるもの
- "&" 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日		
22. 02. 2023	07. 03. 2023		
名称及びあて先	権限のある職員(特許庁審査官)		
日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	高橋 直子 4H 4507		
	電話番号 03-3581-1101 内線 3443		

## 国際調査報告

国際出願番号

	[ FOI/JE2	PG1/JP2022/045796			
関連す	ると認められる文献				
月文献の テゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号			
A	WO 95/09532 A1 (日本曹達株式会社) 13.04.1995 (1995 - 04 - 13) 請求の範囲、実施例等	1-16			
A	JP 2001-233706 A(武田薬品工業株式会社)28.08.2001 (2001 - 08 - 28) 特許請求の範囲、実施例等	1-16			
, <u></u>					

## 国際調査報告 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

	引用文献		公表日	パテ:	ントファミリース	<b>文献</b>	公表日
JP	2014-205640	A	30.10.2014	(ファ	ミリーなし)		
JР	2002-80305	A	19,03,2002	(ファ	ミリーなし)		
JP	2003-55103	A	26,02,2003	(ファ	ミリーなし)		
JP	60-202801	A	14.10.1985	(ファ	ミリーなし)		
JP	6-107509	A	19.04.1994	US	5229356	A	
				EP	529975	A1	
				CN	1069853	A	
ı				KR 10-	-1993-0003817	A	
JP	8-92007	A	09.04.1996	(ファミリーなし)			
WO	95/09532	A1	13,04,1995	JР	2924180	В2	
ı				EP	721734	A1	
JР	2001-233706	A	28, 08, 2001	(ファミリーなし)			