

CAVELIER

ABOGADOS

www.cavelier.com
cavelier@cavelier.com

EDIFICIO SISKI
CARRERA 4 No. 72 - 35
BOGOTÁ 8, COLOMBIA

Teléfono: (57-1) 347 3611
Telefax: (57-1) 211 8650
(57-1) 700 4814
Fax in U.S.A.: (1-305) 675 7743

Señor Director
DIRECCION DE NUEVAS CREACIONES
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-178631- -00002-0000

Fecha: 2012-03-30 11:09:30 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 63

Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 62 /

63

Referencia : Expediente No. 11.178.631
Asunto : Solicitud de patente para **COMPUESTO HIDRATO DE SULFONILUREA, PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR EL MISMO Y FORMULACION EN SUSPENSION QUE CONTIENE EL MISMO**
Solicitante : **SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED**
Clase : C07D 487/000
Fecha de Solicitud : 06 de diciembre de 2011

CONTESTACION OFICIO No. 3935

1. Yo, Luz Clemencia de PAEZ, en mi condición de apoderada de la sociedad solicitante, **SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED**, al requerimiento efectuado por este Despacho mediante Oficio No. **3935** notificado por fijación en lista del 12 de marzo de 2012, para lo cual presento los siguientes documentos:

1.1. Un (1) documento en que consta la cesión del derecho a la patente efectuado por los dos (2) inventores en favor de la sociedad **SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED**.

Se presenta este documento en original, el cual fue debidamente suscrito, notariado y legalizado por Apostilla, junto con su correspondiente traducción oficial al español.

2. **Prioridad:** Adicionalmente, presento con este escrito copia certificada de la solicitud de patente No. 2010-289619 presentada en Japón el 27 de diciembre de 2010, de la cual se reclama prioridad en esta solicitud de patente, junto con la correspondiente traducción al español.

La copia certificada del documento de prioridad está siendo presentada dentro del término legal correspondiente, esto es 27 de abril de 2012, de conformidad con lo establecido en los artículos 10 y 11 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.

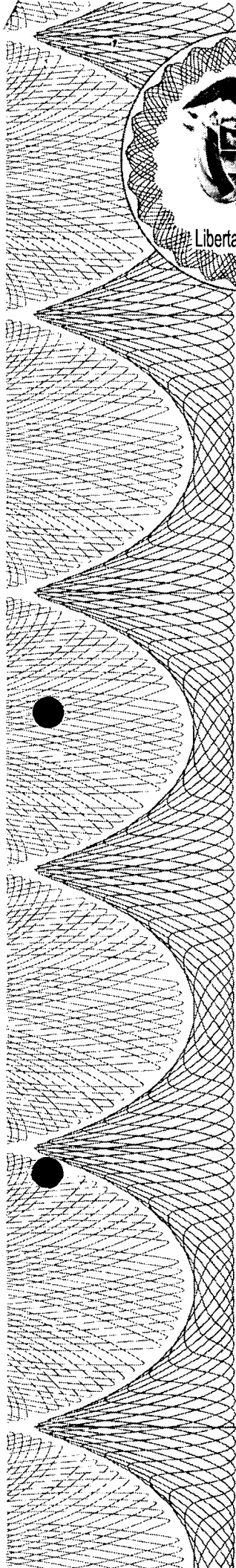
CAVELIER
ABOGADOS

3. De acuerdo con lo anterior, comedidamente solicito a Usted proseguir con el trámite de este asunto y ordenar la publicación de la solicitud de la patente identificada en la referencia.

Señor Director,


LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
C.C. 35.456.344 de Usaquén
T.P.A. No. 23.555


COLO-17818-801-001-5
SDC\SCT\ID-214080\WPC17818
No. M-2012-214080\SDC



REPÚBLICA DE COLOMBIA
MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES
LEGALIZACION

País: **REPUBLICA DE COLOMBIA**
(Country: - Pays:)

El presente documento público
(This public document - Le présent acte public)

Ha sido firmado por: **CALADO NOGUERA EDUARDO**
(Has been signed by: - A été signé par:)

Actuando en calidad de: **TRADUCTOR OFICIAL**
(Acting in the capacity of: - Agissant en qualité de:)

Lleva el sello/estampilla de: **TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL**
(Bears the seal/stamp of: - Est revêtu du sceau de / timbre de:)

Certificado
(Certified - Attesté)

En: **BOGOTA D.C**
(At: - Á:)

El: **2/2/2012 12:36:01 p.m.**
(On: - Le:)

Por: **APOSTILLA Y LEGALIZACIÓN**
(By: The Ministry of Foreign Affairs of Colombia - Par: Ministère des Affaires Étrangères de la Colombie)

No: **LMCC12361650**
(Under Number: - Sous le numéro:)

Nombre del Titular: **8295**
(Name of the holder of document: - Nom du titulaire:)

Tipo de documento: **TRADUCCION APOSTILLA**
(Type of document: - Type du document:)

Número de hojas: **3**
(Number of pages: - Nombre de pages:)

01304100116685001313

Firmado Digitalmente por: (Digitally Signed by:)
Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia
AMPARO DE LA CRUZ TAMAYO RODRIGUEZ
Reason: DOCUMENT AUTHENTICITY
BOGOTA - COLOMBIA

La autenticidad de este documento puede ser verificada en el Registro Electrónico que se encuentra en la siguiente página
The authenticity of this document may be verified by accessing the e-Register on the following web site:
L'authenticité de cette document peut être vérifiée en accédant l'e-Registre sur le site web suivant:

www.cancilleria.gov.co/legalizaciones

ABOGADOS
EDIFICIO SISKI
CARRERA 4a N° 72-35
BOGOTA, 8 - COLOMBIA

CESION

Yo, (nosotros) abajo firmado (s)

domiciliado(s) en

declaro(amos) bajo juramento ser único(s) y verdadero(s) inventor(es)

declaro(amos) así mismo que cedo(emos) y transfiero(erimos), sin limitación, a favor de la sociedad

constituida y existente de conformidad con las leyes de

domiciliada en

todos los derechos inherentes a dicha invención y que la citada Compañía queda facultada para solicitar en su nombre la patente de invención correspondiente en la República de Colombia.

ASSIGNMENT

I (we), the undersigned

1- Yu YANAGISAWA

2- Daisaku KAMO

Of

1- c/o SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED, 1-98, Kasugadenaka 3-chome, Konohana-ku, Osaka-shi, Osaka 554-8558 Japan

2- c/o SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED, 2-1, Takatsukasa 4-chome, Takarazuka-shi, Hyogo 665-8555 Japan

state(s) under oath to be sole and true inventor(s) of the invention:

HYDRATE OF SULFONYLUREA COMPOUND, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME AND SUSPENSION FORMULATION CONTAINING THE SAME

state as well, that assign, without reservations or limitations in favor of

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

a corporation constituted and existing in conformity with the laws of

Japan

domiciled in

27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-8260, Japan

all rights inherent to said invention and that the above mentioned company hereby is enabled to apply, in its name, for the corresponding patent invention, in the Republic of Colombia

Dado y firmado hoy/Given and signed this 16th day of December, 2011
en/in Osaka, Japan

por/by Yu YANAGISAWA

Firma/Signature

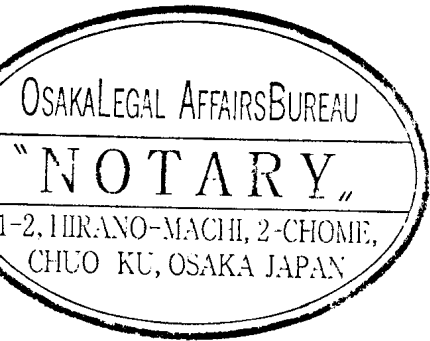
Yu Yanagisawa

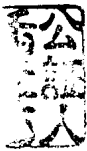
Dado y firmado hoy/Given and signed this 16th day of December, 2011
en/in Hyogo, Japan

por/by Daisaku KAMO

Firma/Signature

Daisaku Kamo





重吉孝一郎

5

登簿平成23年第 730 号



嘱託人 柳澤勇及び加茂大作は、代理人稲本暢子を通じ当公証人の面前で、別紙編綴の証書にある上記嘱託人の署名は同嘱託人がしたものであることを自認する旨陳述した。 —
よってこれを認証する。 —

平成23年12月22日 —

公証人重吉孝一郎役場において。 —

大阪市中央区平野町2丁目1番2号（沢の鶴ビル内）

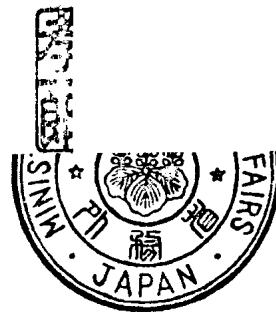
大阪法務局所属

公証人

重吉孝一郎



大阪法務局所属 公証人役場



APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: **JAPAN**

This public document

2. has been signed by Koichiro SHIGEYOSHI

3. acting in the capacity of Notary Public of the Osaka
Legal Affairs Bureau

4. bears the seal/stamp of Koichiro SHIGEYOSHI, Notary Public

Certified

5. at **Osaka**

6. **DEC. 22, 2011**

7. by **the Ministry of Foreign Affairs**

8. No. **8295**

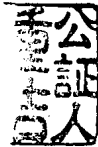
9. Seal/stamp:



10. Signature:

Naomi ASANO

For the Minister for Foreign Affairs



NOTARIAL ATTESTATION

REGISTER NUMBER: 730 / 2011

This is to certify that Nobuko INAMOTO, an agent of Yu YANAGISAWA and Daisaku KAMO, has stated in my very presence that said Yu YANAGISAWA and Daisaku KAMO acknowledged themselves to have signed the attached document.

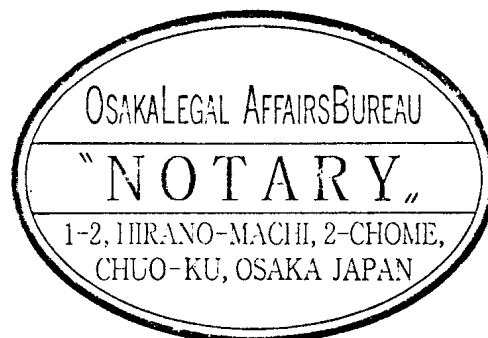
At the Office of Koichiro SHIGEYOSHI, Osaka, Japan
on this 22nd day of December, 2011

Koichiro Shigeyoshi

Koichiro SHIGEYOSHI

Notary attached to
The Osaka Legal Affairs Bureau

c/o Sawanotsuru Building
1-2, Hiranomachi 2-chome
Chuo-ku, Osaka, Japan



第 6696 号

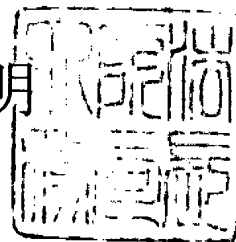
証 明

この認証の付与は、在職中の公証人が
その権限に基づいてしたものであり、
かつ、その押印は、真実のものであること
を証明する。

平成23年12月22日

平成 年 月 日

大阪法務局長 石 井 寛 明



Registration No.

CERTIFICATE

This is to certify that the annexed Notarial Certificate has
been executed by Notary, duly authorized and practising in Osaka,
Japan, and that the Official seal appearing on the same is genuine.

Date DEC. 22. 2011

Director of the Osaka Legal Affairs Bureau

TRADUCCIÓN OFICIAL 047/2012 REALIZADA POR EDUARDO CALADO NOGUERA, TRADUCTOR OFICIAL APROBADO POR RESOLUCIÓN 541 DEL 27 DE FEBRERO DE 1976 EXPEDIDA POR EL MINISTERIO DE JUSTICIA Y DEBIDAMENTE REGISTRADO ANTE EL MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES DE COLOMBIA, DE LOS SELLOS, AUTENTICACIONES Y APOSTILLA QUE APARECEN EN UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLÉS Y EN ESPAÑOL POR EL CUAL 1- YU YANASIGAWA, 2- DAISAKU KAMO, RESIDENTES RESPECTIVAMENTE EN 1- C/O SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED, 1-98, KASUGADENAKA 3-CHOME, KONOYANA-KU, OSAKA-SHI, OSAKA 554-8558, JAPÓN Y 2- C/O SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED 2-1, TAKATSUKASA 4-CHOME, TAKARAZUKA-SHI, HYOGO 665-8555 JAPÓN, DECLARAN BAJO JURAMENTO SER LOS INVENTORES ÚNICOS Y VERDADEROS DEL INVENTO: **COMPUESTO HIDRATO DE SULFONILUREA, PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR EL MISMO Y FORMULACIÓN EN SUSPENSIÓN QUE CONTIENE EL MISMO**, Y ADEMÁS QUE CEDEN, SIN RESERVAS NI LIMITACIONES A FAVOR DE **SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED**, UNA SOCIEDAD CONSTITUIDA Y EXISTENTE DE CONFORMIDAD CON LAS LEYES DE JAPÓN, DOMICILIADA EN 27-1, SHINKAWA 2-CHOME, CHUO-KU, TOKIO 104-8260, JAPÓN, TODOS LOS DERECHOS SOBRE DICHA INVENCION.

DADO Y FIRMADO HOY 16 DE DICIEMBRE DE 2011 EN OSAKA, JAPÓN POR YU YANAGISAWA. FIRMA ILEGIBLE

DADO Y FIRMADO HOY 16 DE DICIEMBRE DE 2011 EN HYOGO, JAPÓN POR DAISAKU KAMO.

SELLO: OFICINA DE ASUNTOS JURÍDICOS DE OSAKA, NOTARIO, 1-2, HIRANO-MACHI 2-CHOME, CHUO-KU, OSAKA, JAPÓN

Eduardo Calado N.
Eduardo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976

CERTIFICACIÓN NOTARIAL

NÚMERO DE REGISTRO 730/2011

Por la presente se certifica que NOBUKO INAMOTO, agente de Yu YANAGISAWA Y DAISAKU KAMO ha declarado en mi presencia que dichos señores reconocieron haber firmado el documento adjunto.

En la oficina de KOICHIRO SHIGEYOSHI, OSAKA, JAPÓN, el 22 de diciembre de 2011.

FIRMADO: KOICHIRO SHIGEYOSHI, notario adjunto a la oficina de Asuntos jurídicos de Osaka.

C/o SAWANOTSURU BUILDING

1-2, HIRANOMACHI 2-CHOME

CHUO-KU, OSAKA, JAPÓN

SELLO: OFICINA DE ASUNTOS JURÍDICOS DE OSAKA, NOTARIO, 1-2, HIRANO-MACHI 2-CHOME, CHUO-KU, OSAKA, JAPÓN

CERTIFICACIÓN

Por la presente se certifica que la certificación notarial adjunta ha sido firmada por un notario debidamente autorizado y practicante en Osaka, Japón y que el sello oficial que aparece sobre el mismo es genuino. Fecha: 22 de diciembre de 2011. Director de la Oficina de Asuntos Jurídicos de Osaka.

APOSTILLE

(CONVENCIÓN DE LA HAYA DEL 5 DE OCTUBRE DE 1961)

1. PAIS: JAPÓN

ESTE DOCUMENTO PÚBLICO:

2. HA SIDO FIRMADO POR KOICHIRO SHIGEYOSHI


Eduardo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976

4. LLEVA EL SELLO/ESTAMPILLA DE KOICHIRO SHIGEYOSHI, NOTARIO PÚBLICO

5. EN OSAKA

6. 22 DE DICIEMBRE DE 2011

7. POR EL MINISTERIO DE ASUNTOS EXTERIORES.

8. NO: 8295

9. SELLO/ESTAMPILLA: MINISTERIO DE ASUNTOS EXTERIORES DE JAPÓN

10. FIRMA: NAOMI ASANO, A NOMBRE DEL MINISTRO DE ASUNTOS EXTERIORES.

COLO-17818-801-001-5 1 HORA 20 MINUTOS. 500 PALABRAS

ECN\ECN\ID-209826\WPC17818

Bogotá, 2 de febrero de 2012.

Edmundo Calado N.
Edmundo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2010年12月27日

出願番号
Application Number: 特願2010-289619

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

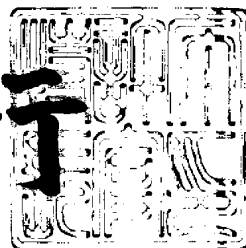
J P 2 0 1 0 - 2 8 9 6 1 9

出願人
Applicant(s): 住友化学株式会社

2011年11月28日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

岩井良行



15892

出証番号 出証特2011-3045275

【書類名】 特許願
【整理番号】 S25825JP01
【提出日】 平成22年12月27日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C07D487/02
A01N 47/36

【発明者】
【住所又は居所】 大阪市此花区春日出中三丁目1番98号 住友化学株式会社内
【氏名】 柳澤 勇

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県宝塚市高司四丁目2番1号 住友化学株式会社内
【氏名】 加茂 大作

【特許出願人】
【識別番号】 000002093
【氏名又は名称】 住友化学株式会社

【代理人】
【識別番号】 100113000
【弁理士】
【氏名又は名称】 中山 亨
【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】
【識別番号】 100151909
【弁理士】
【氏名又は名称】 坂元 徹
【電話番号】 06-6220-3405

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 010238
【納付金額】 15,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 明細書 1
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 0800158

【書類名】明細書

【発明の名称】スルホニルウレア化合物の水和物、製造方法、およびそれを用いて製造される水性懸濁剤

【技術分野】

【0001】

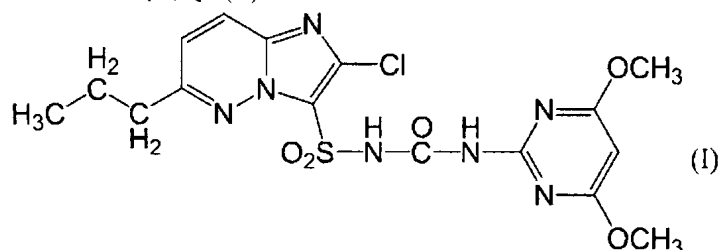
本発明は、除草活性を有するスルホニルウレア化合物の水和物、該水和物およびスルホニルウレア化合物の混合物、その製造方法、および、それを用いて製造される水性懸濁剤に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、農業就労者の高年齢化、減少等の理由から、雑草を防除するために、より簡便な方法で除草活性化合物を散布することができる製剤が求められている。除草活性化合物が固体かつ水難溶性である場合、それを含有する製剤としては例えば湛水下の水田に畦畔から直接散布することができる水性懸濁剤が実用化されている。

また、式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物が除草活性を有すること、および該化合物を含有する水性懸濁剤が特許文献1に記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開平2004-123690公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

除草活性化合物を有する水性懸濁剤は、微粉碎された固体かつ水難溶性である除草活性化合物、界面活性剤、増粘剤、水等を混合し、該除草活性化合物を水中に懸濁させることにより製造することができる。水性懸濁剤中の除草活性化合物は、懸濁安定性、除草効力、散布操作性等の観点から、製造直後だけでなく、保存した後の施用時にもその粒径が細かい（約 $10\mu\text{m}$ 以下）ことが求められている。

上記式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物を含有する通常的水性懸濁剤は、保存中、時間の経過と共に該スルホニルウレア化合物の粒子成長（即ち、粒径が大きくなること）が生じ易く、施用時に使用される散布機のノズルが詰まる問題が発生したり、十分な除草効力が発揮されなかったり、さらには、長期保存後に多量の沈澱が発生したりすることがあり、該粒子成長が生じないように水性懸濁剤の組成を工夫しなければならない課題があった。

【課題を解決するための手段】

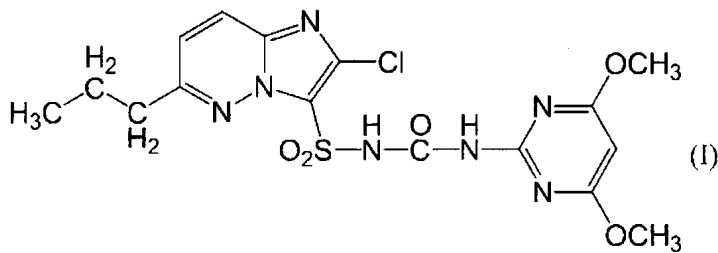
【0005】

本発明者らは、このような課題を解決するために鋭意検討した結果、以下に示す本発明物が水性懸濁剤の製造においてその有効成分原料として用いられた場合、時間が経過しても該水性懸濁剤中で懸濁物である本発明物の粒子成長が生じにくいことを見出し本発明に至った。

【0006】

即ち、本発明は以下の通りである。

[1] 式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物の水和物（以下、本発明水和物と記す。）。

〔2〕 〔1〕記載の水和物と、式(I)で示されるスルホニルウレア化合物との混合物（以下、本発明混合物と記す。）。

〔3〕 式(I)で示されるスルホニルウレア化合物を水と混合し、得られた混合物を攪拌する工程を含む、〔1〕記載の水和物の製造方法。

〔4〕 式(I)で示されるスルホニルウレア化合物を水と混合し、得られた混合物を攪拌する工程を含む、〔2〕記載の混合物の製造方法。

〔5〕 式(I)で示されるスルホニルウレア化合物を水を含有する有機溶媒に溶解し、結晶を析出させる工程を含む、〔1〕記載の水和物の製造方法。

〔6〕 〔1〕記載の水和物、増粘剤、界面活性剤、及び水を用いて製造される水性懸濁剤。

〔7〕 〔2〕記載の混合物、増粘剤、界面活性剤、及び水を用いて製造される水性懸濁剤。

〔8〕 混合物が水和物を0.2重量%以上含有する混合物である〔7〕記載の水性懸濁剤。

〔9〕 〔1〕記載の水和物、増粘剤、界面活性剤、水、及び必要により農薬補助剤を混合する工程を含む、水性懸濁剤の製造方法。

〔10〕 〔2〕記載の混合物、増粘剤、界面活性剤、水、及び必要により農薬補助剤を混合する工程を含む、水性懸濁剤の製造方法。

（以下、本発明水和物と本発明混合物とを総じて本発明物と記し、上記〔6〕および〔7〕の水性懸濁剤を総じて本発明水性懸濁剤と記す。）

【発明の効果】

【0007】

本発明物は、保存中、時間が経過しても粒子成長がほとんど生じず、安定な水性懸濁剤の除草活性成分として有用である。

【発明を実施するための形態】

【0008】

式(I)で示されるスルホニルウレア化合物（すなわち無水和物）と本発明水和物との混合物である本発明混合物は本発明水和物を0.2重量%以上含有すればよく、0.8重量%以上含有することが好ましい。本発明混合物としては、式(I)で示されるスルホニルウレア化合物（すなわち無水和物）と本発明水和物とを構成成分とする結晶も含まれる。

本発明物における本発明水和物の含有量の上限は特に特定されず、100重量%以下である。

【0009】

本発明水和物は、式(I)で示されるスルホニルウレア化合物を水含有の有機溶媒に溶解し、結晶を析出させること、すなわち、再結晶化することにより製造することができる。すなわち、式(I)で示されるスルホニルウレア化合物と水含有の有機溶媒とを混合し、得られた混合物を60℃～80℃で1～2時間攪拌して該化合物を該水含有の有機溶媒中に溶解させた後、それを室温にて放冷する。更に、放冷したものを氷冷した後、析出物を濾過により集め、減圧乾燥することにより本発明水和物を得ることが出来る。

【0010】

使用される有機溶媒としては親水性の有機溶媒が好ましく、更に好ましくはテトラヒド

ロフラン、アセトニトリル、メタノール、エタノール、ジメチルスルホキシド、t-ブタノール、イソプロピルアルコール等である。有機溶媒中の水分含量は有機溶媒 99 重量部に対して 1 重量部以上が好ましい。

使用される水含有の有機溶媒の量は式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物を溶解でき、再結晶化できる量であればよいが、例えばテトラヒドロフランを用いて再結晶を行う際には、通常、無水和物 1 g に対して水有機溶媒 11 mL から 25 mL である。

【0011】

また、本発明物は、式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物を水と混合し、その混合物を攪拌することにより製造することができる。攪拌温度は通常、5℃～95℃、好ましくは 20℃～60℃である。攪拌時間は、本発明混合物を製造する場合は 7 日間以上であることが好ましく、本発明水和物を製造する場合は 14 日間以上であることが好ましい。使用される水の量は該混合物の攪拌に支障が生じない量であれば特に限定されない。

【0012】

尚、本発明水和物は、式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物および水に加えて別途製造した本発明水和物を混合することにより、より短時間で製造することができる。この製造において、混合される本発明水和物の量は式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物 92 重量部に対して 8 重量部以上であることが好ましく、攪拌時間は 7 日間以上であることが好ましい。攪拌温度は通常、5℃～95℃、好ましくは 20℃～60℃である。

得られた本発明物は、濾過を行い水と分離する。分離した化合物は減圧乾燥により乾燥することが好ましい。好ましい温度は 20℃～60℃である。

【0013】

上記の製造方法において、無水和物（すなわち、式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物）から本発明物への転移は適切な分析方法、例えば赤外吸収スペクトル、水分含量測定、熱分析、X線粉末回折等により確認できる。

【0014】

すなわち、無水和物と比較し、赤外吸収スペクトルにおいて水分子を示すピークの増加やシフト、かつ水分含量測定における水分含量増加は、無水和物から本発明物への転移を示す。

【0015】

熱分析においては、例えば熱重量分析 (TG) / 示差熱分析 (DTA) を用いて分析する場合、136℃付近における吸熱ピークおよび重量減少の確認は、無水和物から本発明物への転移を示す。

【0016】

X線粉末回折 (Cu-K α) においては、 $2\theta = 9.6^\circ$ 、 11.0° のピークの検出は、無水和物から本発明物への転移を示す。

【0017】

本発明水和物を製造する際に用いられる式 (I) で示される化合物は例えば特開 2004-123690 号公報に記載された方法により製造することができる。

【0018】

次に、本発明水性懸濁剤について説明する。

【0019】

本発明水性懸濁剤は、本発明物、すなわち本発明水和物又は本発明混合物；増粘剤；界面活性剤；水；及び必要により農薬用補助剤を用いて製造される。本発明混合物を使用する場合、本発明混合物は本発明水和物を 0.2 重量%以上 100 重量%未満含有する。すなわち、式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物と本発明水和物とを好ましくは 99.8:0.2～0:100、より好ましくは 99.2:0.8～0:100 の重量比で使用して本発明水性懸濁剤は製造される。

本発明水性懸濁剤を製造する際、本発明水性懸濁剤に対して、本発明物を通常 0.5～50 重量%、好ましくは 1～40 重量%、増粘剤を通常 0.01～5 重量%、好ましくは 0.1～3 重量%、界面活性剤を通常 0.1～10 重量%、水を通常 30～90 重量

％、好ましくは50～80重量％使用する。

【0020】

本発明水性懸濁剤は、本発明物以外に、他の農薬活性化合物を含有していてもよく、そのような他の農薬活性化合物としては、例えばシメトリン、ダイムロン、プロパニル、メフェナセツト、フェントラザミド、エトベンザニド、スエップ、オキサジクロメフォン、オキサジアゾロン、ピラゾレート、プロジアミン、カフェンストロール、ペントキサゾン、クロメプロップ、ピリフタリド、ベンゾビシクロン、ブロモブチド、ピラクロニル、イマゾスルフロン、スルホスルフロン等が挙げられる。

【0021】

本発明水性懸濁剤中、本発明物は通常0.5～50重量％、好ましくは1～40重量％含有される。本発明水性懸濁剤中に他の農薬活性化合物が含有される場合、本発明物と他の農薬活性化合物はその合計量が本発明の水性懸濁剤に対して通常0.5～50重量％、好ましくは1～40重量％である。

【0022】

使用される増粘剤としては、キサンタンガム、グアガム、アラビアガム、カゼイン、デキストリン、カルボキシメチルセルロース、カルボキシメチルスターチナトリウム塩、アルギン酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシエチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸とその誘導体、モンモリロナイト、タルク、サポナイト等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

上記カルボキシメチルセルロースは通常塩として用いられ、具体的には、ナトリウム塩、カルシウム塩等が挙げられる。本発明において、カルボキシメチルセルロース塩としては水に溶解した際の粘度が比較的小さいものが好ましく使用することができ、具体的には2重量％水溶液における粘度が1～100 mPa・s（B型粘度計、60 rpm、25℃）であるカルボキシメチルセルロース塩が好ましい。

本発明において使用されるカルボキシメチルセルロース塩は、市販されているものを使用することができ、例えばセロゲン6A（第一工業製薬製）、セロゲン7A（第一工業製薬製）、CMCダイセル1110（ダイセル化学工業製）、CMCダイセル1210（ダイセル化学工業製）が挙げられる。

本発明水性懸濁剤中、増粘剤は通常0.01～5重量％、好ましくは0.1～3重量％含有される。

【0023】

使用される界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレンアリールフェニルエーテル燐酸塩（例えば、ニューカルゲンFS-3EG、ニューカルゲンFS-3PG：いずれも竹本油脂製）、アルキル硫酸塩（例えば、モノゲンY-500：第一工業製薬製）、ポリオキシエチレンアリールフェニルエーテル硫酸塩（例えば、アグリゾールFL-2017：花王製）、ポリオキシアルキレンアリールフェニルエーテル硫酸塩（例えば、ニューカルゲンFS-7：竹本油脂製）、ジオクチルスルホコハク酸塩（例えば、ネオコールYSK：第一工業製薬製、サンモリンOT-70：三洋化成工業製）等のアニオン性界面活性剤；

蔗糖脂肪酸エステル（例えば、ニューカルゲンFS-100：竹本油脂製）、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー（例えば、ニューポールPE68：三洋化成工業製）、ポリオキシアルキレンポリアルキレンポリアミン（例えば、ニューカルゲンD-3020：竹本油脂製）、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル（例えば、ニューカルゲンD-410：竹本油脂製）、ポリオキシエチレンアリールフェニルエーテルホルムアルデヒド縮合物（例えば、ニューカルゲンE-300：竹本油脂製）等のノニオン性界面活性剤が挙げられる。本発明の水性懸濁剤にはこれらの2種以上が含有されていてもよい。

本発明において、界面活性剤は少なくとも1種以上のアニオン性界面活性剤及び少なくとも1種以上のノニオン性界面活性剤の組み合わせであることが好ましい。

本発明水性懸濁製剤中、界面活性剤は通常 0.1～10 重量%含有される。

【0024】

使用される水は特に制限されず、水道水、井水、イオン交換水等の通常の農薬製剤に用いることができる水が挙げられる。

本発明水性懸濁製剤中、水は通常 30～90 重量%、好ましくは 50～80 重量%含有される。

【0025】

本発明水性懸濁製剤は、本発明物、増粘剤、界面活性剤、及び、必要に応じて含有される本発明物以外の農薬活性化合物、必要に応じて含有される下記に記載する農薬補助剤が、水中に分散又は溶解されてなる組成物である。

【0026】

本発明水性懸濁製剤は、通常的水性懸濁製剤において用いられる農薬補助剤を必要に応じて含有していてもよい。該農薬補助剤としては、例えば凍結防止剤、pH調整剤、消泡剤、防腐剤が挙げられる。これらの農薬補助剤は、用いられる本発明物の含有量、界面活性剤等の種類等に応じて、適宜選択することができる。

【0027】

凍結防止剤としては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール等が挙げられる。

pH調整剤としては、例えばクエン酸一水和物、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム等が挙げられる。

消泡剤としては、例えばシリコン系消泡剤等が用いられる。

防腐剤としては、例えば、ブチルパラベン（*n*-ブチルパラヒドロキシベンゾエート）、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム等が用いられる。

【0028】

凍結防止剤が用いられる場合、凍結防止剤は本発明水性懸濁製剤中、通常 1～20 重量%、好ましくは 3～12 重量%含有される。

pH調整剤が用いられる場合、pH調整剤は本発明水性懸濁製剤中、通常 0.01～5 重量%、好ましくは 0.5～3 重量%含有される。

消泡剤が用いられる場合、消泡剤は本発明水性懸濁製剤中、通常 0.05～0.5 重量%、好ましくは 0.05～0.3 重量%含有される。

防腐剤が用いられる場合、防腐剤は本発明水性懸濁製剤中、通常 0.01～3 重量%、好ましくは 0.01～1.5 重量%含有される。

【0029】

本発明水性懸濁製剤は、例えば以下に示す方法により、製造することができる。

（製法 1） 本発明物、増粘剤、界面活性剤、所望により本発明物以外の農薬活性化合物、その他の農薬補助剤、及び水を混合し、得られた混合物を、例えば、高速攪拌機により十分に攪拌、混合した後に、ダイノミル、マイクロフルイダイザー等の湿式粉碎機で微粉碎および分散する方法。

（製法 2） 本発明物をジェットマイザー等の乾式粉碎機によって微粉碎した後、これを他の成分とともに、水に添加し、得られた混合物を高速攪拌機で約 30～90 分程度攪拌、混合して、分散させる方法。

本発明水性懸濁製剤中の本発明物は、水中に微粒子の形で分散させられており、該微粒子の平均粒径は 10 μ m 以下、好ましくは 0.2～5 μ m である。

【0030】

本発明水性懸濁製剤は、公知の方法に従ってそのまま或いは所望により水で希釈して散布することにより使用することができる。例えば湛水下水田等へ畦畔より本発明水性懸濁製剤をそのまま直接散布することもでき、その場合は、本発明水性懸濁製剤が入った容器を使用前に軽く振り混ぜた後、畦畔に沿って少量ずつ散布する。本発明水性懸濁製剤を水で希釈して散布する場合は、その水希釈液は水田、畑地、果樹園、芝地、非農耕地等に、公知の散布器等を用いて土壌表面散布、茎葉散布等に使用することができる。また、該水

希釈液は、種子処理、育苗箱処理等に使用することもできる。

【実施例】

【0031】

本発明を以下の実施例によって更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。

【0032】

水分含量はCA-07型水分測定装置（三菱化学製）を用いて測定した。

【0033】

赤外吸収スペクトル（IR）は、フーリエ変換赤外分光光度計 Varian Fast Image 670-IR（バリアン製）を用いて、下記の条件で測定した。

検出器：DTGS

積算回数：32回

スキャンスピード：5 kHz

【0034】

熱分析（TG/DTA）にはTG/DTA 6200R（エスアイアイ・ナノテクノロジー製）を用いて測定した。

【0035】

X線回折（XRD（ 2θ ））は粉末X線回折装置RINT 2500V（Rigaku製）を用いて、下記の条件で測定した。

Target：Cu-K α

Voltage：40 kV

Current：300 mA

【0036】

プロトン核磁気共鳴スペクトル（ ^1H -NMR）は、内標準物質としてテトラメチルシランを用い、DPX 300（Bruker製）で測定し、全デルタ値を ppm で示した。

【0037】

製造例1

特開 2004-123690 号公報に記載された方法で調製した式（I）で示される化合物（以下、試料Aと記す。）217.8 g に含水率1.0重量%のTHF（テトラヒドロフラン）2413 mL を加え、得られた混合物を70℃で1時間攪拌し、試料Aを該THFに溶解させた。得られた溶液を室温まで冷却し、次に氷冷した。その後析出した結晶を濾過により集め、該結晶を減圧下で乾燥し、121.8 g の乾燥結晶（以下、試料Bと記す。）を得た。

試料A及び試料Bに関してIR、TG/DTA、XRD（ 2θ ）、 ^1H -NMRを測定した。そのいくつかの特徴的な物性値を確認し、表1に示す。

試料A及び試料BのNMRスペクトルは一致していた。一方、IRスペクトルに於ける水を示すピーク及び水分含量は異なっていた。また、試料Aと試料BのX線結晶回折パターンは異なる特徴を有していた。更に、試料A及び試料Bの熱分析において、試料Bでは、試料Aで確認される208℃の吸熱ピークに加え、136℃付近にも吸熱ピークが観測され、TGの1.9%の減少が確認された。この値は、試料Aの半水和物の理論的水分量である1.9%と一致した。このことから、試料Aは無水和物の形態であり、試料Bは半水和物の形態であると同定した。

【0038】

19/18

【表 1】

	試料A	試料B
¹ H-NMR (DMSO -d ₆ , δ)	0. 7 0 (3H, t, J=7. 3Hz) , 1. 4-1. 5 (2H, m), 2. 6-2. 7 (2H, m), 3. 9 7 (6H, s), 6. 0 8 (1H, s), 7. 5 7 (1H, d, J=9. 4Hz) , 8. 2 6 (1H, d, J=9. 4Hz) , 10. 6 8 (1H, b r s), 13. 4-13. 5 (1H, m)	0. 7 0 (3H, t, J=7. 3Hz) , 1. 4-1. 5 (2H, m), 2. 6-2. 7 (2H, m), 3. 9 7 (6H, s), 6. 0 8 (1H, s), 7. 5 7 (1H, d, J=9. 4Hz) , 8. 2 6 (1H, d, J=9. 4Hz) , 10. 6 8 (1H, b r s), 13. 4-13. 5 (1H, m)
I R	3 6 4 9 c m ⁻¹	3 6 3 8 c m ⁻¹
水分含量	0. 0 6%	1. 9 0%
XRD(2 θ)	6. 2 8. 6 9. 1 13. 7 15. 4	9. 6 11. 0
TG/DTA	208℃ (吸熱)	136℃ (吸熱、TGの減少: 1 . 9%) 208℃ (吸熱)

【0039】

製造例2

852mgの試料Aを50mLの脱イオン水と混合した。得られた混合物をスターラーを用いて室温で攪拌開始した。攪拌開始から2日後、7日後及び14日後に、攪拌された混合物からそれぞれ10mLの混合物を分取した。分取された混合物をそれぞれ濾過して結晶を集めた後、該結晶を減圧下乾燥して、分取順に107mg、143mg、144mgの乾燥結晶を得た（以下、それぞれ、試料C、試料D、試料Eと記す。）。各試料のXRD(2θ)を測定し、試料Cは無水和物であり、試料Dは半水和物が9.1重量%含有した無水和物と半水和物との混合物であり、試料Eは半水和物であると同定できた。

【0040】

以下に、その他の本発明混合物のいくつかを試料記号と共に表2に示す。

【0041】

【表 2】

試料記号	混合物中の半水和物の含有量 (重量%)
試料G	7. 9
試料H	5. 7
試料I	5. 6
試料J	0. 9
試料K	0. 5
試料L	0. 3
試料M	0. 2

【0042】

製造例3

製造例1で得られた試料B 1.8重量部、ソルビン酸 0.1重量部、シリコン系消泡剤（アンチホームE-20、花王製） 0.3重量部、ショ糖脂肪酸エステル（ニューカルゲンFS-100、竹本油脂） 0.5重量部、ポリオキシエチレンアリアルフェニルエーテルリン酸塩（ニューカルゲンFS-3PG、竹本油脂製） 1.5重量部、及び、ナトリウムモンモリロナイト（クニピアF、クニミネ工業製） 0.35重量部にイオン交換水 30.45重量部を加え、混合・分散させた後、ダイノミルKDL（シンマルエンタープライゼス製）を用いて湿式粉碎して、試料Bの水性懸濁液（1）を得た。

一方、カルボキシメチルセルロースナトリウム（セロゲン7A、第一工業製薬製） 1.0重量部、ナトリウムモンモリロナイト（クニピアF、クニミネ工業製） 0.65重量部、及び、キサントガム（ロードポール23、ローディア日華製） 0.1重量部を、イオン交換水 56.65重量部に加えて、溶解・分散させて、増粘剤液（1）を得た。試料Bの水性懸濁液（1） 35重量部に、増粘剤液（1） 58.4重量部、及び、プロピレングリコール 6.6重量部を加えて全量を100重量部とし、攪拌・混合し、試料Bが1.8重量%含有する水性懸濁剤（1）を得た。

【0043】

製造例4

試料Bに代えて、試料Gを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（2）を得た。

【0044】

製造例5

試料Bに代えて、試料Hを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（3）を得た。

【0045】

製造例6

試料Bに代えて、試料Iを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（4）を得た。

【0046】

製造例7

試料Bに代えて、試料Jを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（5）を得た。

【0047】

製造例8

試料Bに代えて、試料Kを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（6）を得た。

【0048】

製造例9

試料Bに代えて、試料Lを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（7）を得た。

【0049】

製造例10

試料Bに代えて、試料Mを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（8）を得た。

【0050】

比較製造例1

試料Bに代えて、試料Aを用いた他は製造例3と同様に操作し、水性懸濁剤（9）を得た。

【0051】

試験例1（粒径測定）

水性懸濁剤（1）～（9）について、製造直後、および一定条件下で保管した後に懸濁物の粒径（体積中位径（ μm ））を測定した。その結果を表3および表4に示す。

＜粒径測定方法＞
レーザー回折式粒度分布測定装置（HEROS & RODOS、日本レーザー製、測定条件：焦点距離20mm、分散媒はイオン交換水）を用いて、体積中位径を測定した。

【 0 0 5 2 】

【表 3】

水性懸濁製剤	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
製造直後	2 . 0	1 . 9	2 . 0	1 . 9	1 . 8
5 0℃ 1 週間	1 . 9	2 . 2	2 . 5	2 . 4	2 . 6
5 0℃ 2 週間	1 . 9	2 . 2	2 . 5	2 . 4	2 . 6
6 0℃ 1 週間	2 . 0	2 . 2	2 . 5	2 . 5	2 . 7
6 0℃ 2 週間	2 . 0	2 . 3	2 . 5	2 . 5	2 . 7

【 0 0 5 3 】

【表 4】

水性懸濁製剤	(6)	(7)	(8)	(9)
製造直後	2 . 0	1 . 8	1 . 8	2 . 0
5 0℃ 1 週間	2 . 9	2 . 9	2 . 8	2 . 8
5 0℃ 2 週間	2 . 9	2 . 9	2 . 8	1 3 . 5
6 0℃ 1 週間	3 . 2	3 . 0	3 . 0	1 1 . 4
6 0℃ 2 週間	3 . 2	3 . 0	3 . 0	1 1 . 3

【産業上の利用可能性】

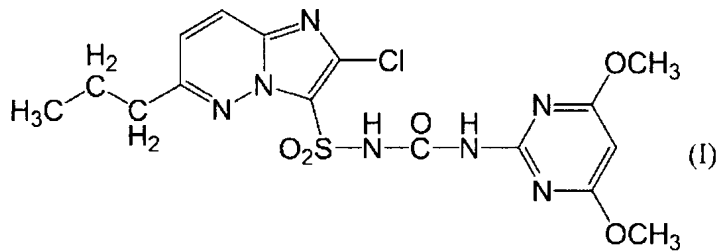
【 0 0 5 4 】

本発明物は、通常の水性懸濁製剤に含有させ、保存させた後（時間経過後）も粒子成長がほとんど生じない、水性懸濁製剤に適した有用な物である。

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

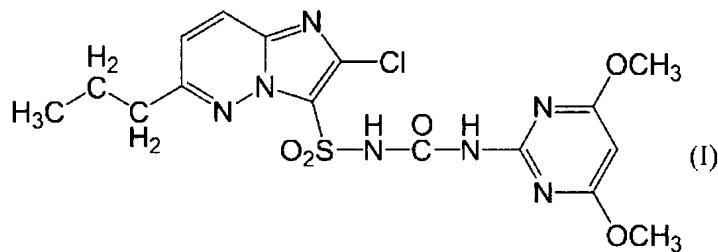
式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物の水和物。

【請求項 2】

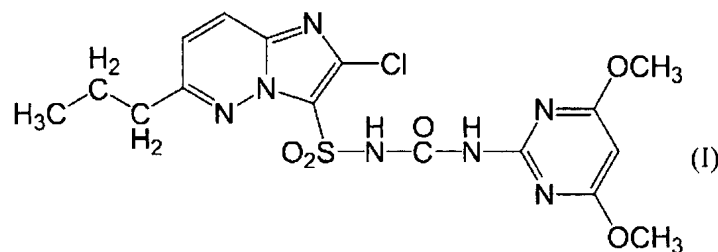
請求項1記載の水和物と、式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物との混合物。

【請求項 3】

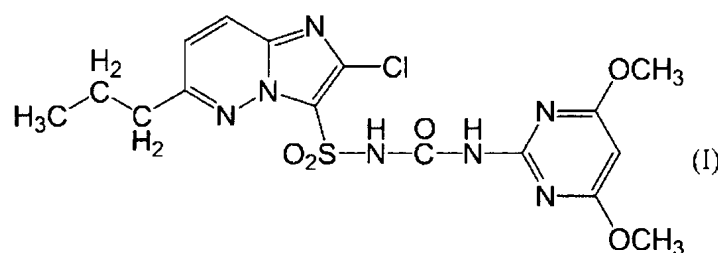
式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物を水と混合し、得られた混合物を攪拌する工程を含む、請求項 1 記載の水和物の製造方法。

【請求項 4】

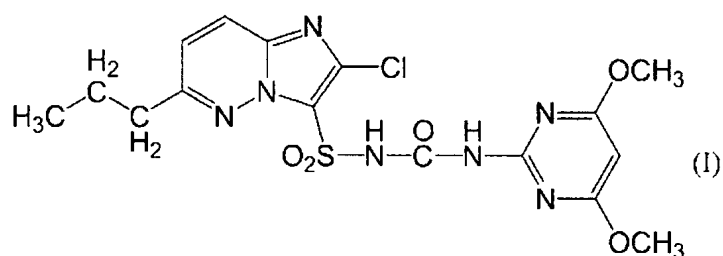
式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物を水と混合し、得られた混合物を攪拌する工程を含む、請求項2記載の混合物の製造方法。

【請求項 5】

式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物を水を含む有機溶媒に溶解し、結晶を析出させる工程を含む、請求項 1 記載の水和物の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 記載の水和物、増粘剤、界面活性剤、及び水を用いて製造される水性懸濁剤

。

【請求項 7】

請求項 2 記載の混合物、増粘剤、界面活性剤、及び水を用いて製造される水性懸濁剤

。

【請求項 8】

混合物が水和物を 0.2 重量%以上含有する混合物である請求項 7 記載の水性懸濁剤

。

【請求項 9】

請求項 1 記載の水和物、増粘剤、界面活性剤、水、及び必要により農薬補助剤を混合する工程を含む、水性懸濁剤の製造方法。

【請求項 10】

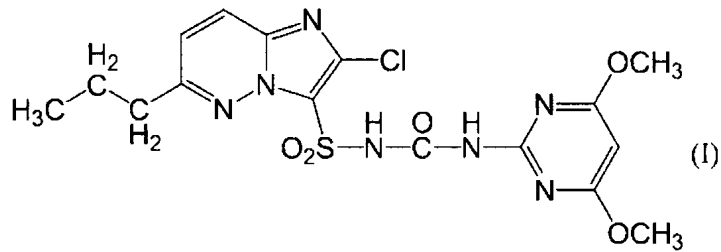
請求項 2 記載の混合物、増粘剤、界面活性剤、水、及び必要により農薬補助剤を混合する工程を含む、水性懸濁剤の製造方法。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】保存後の水性懸濁剤中においても粒子成長が生じにくい、水性懸濁剤に適した除草活性化合物を提供すること。

【解決手段】式 (I)



で示されるスルホニルウレア化合物の水和物、並びに当該水和物および式 (I) で示されるスルホニルウレア化合物の混合物を使用した水性懸濁剤は保存後も粒子成長が生じにくいいため、該水和物、および該混合物は水性懸濁剤の除草活性成分として有用である。

【選択図】なし

特願 2 0 1 0 - 2 8 9 6 1 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 0 9 3]

1. 変更年月日	2 0 1 0 年 3 月 8 日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都中央区新川二丁目 2 7 番 1 号
氏 名	住友化学株式会社

25
26

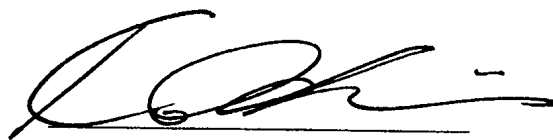
Verification of Translation

I, Ko OCHIAI, of c/o IMP Building, 1-3-7, Shiromi, Chuo-ku, Osaka 540-0001 Japan, hereby certify that I am conversant with the English and Japanese languages and further that, to the best of my knowledge and belief, the attached document is a true and correct translation made by me of the documents in the Japanese language attached hereto or identified as follows:

Japanese Patent Application No. 2010-289619
filed on December 27, 2010.

Dated this 12th day of January , 2012

Signature of translator:


Ko OCHIAI

26
77

JAPAN PATENT OFFICE

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: December 27, 2010

Application Number: Patent Application No. 2010-289619

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is JP 2010-289619

Applicant(s): SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

November 28, 2011

Commissioner,
Japan Patent Office Yoshiyuki IWAI

Document Name: Application for Patent

Docket No.: S25825JP01

Date of Application: December 27, 2010

Addressee: Commissioner, Patent Office

International Patent
Classification: C07D487/02
AO1N 47/36

Inventor:

Address: c/o SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED,
1-98, Kasugadenaka 3-chome, Konohana-ku,
Osaka-shi

Name: Yu YANAGISAWA

Inventor:

Address: c/o SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED,
2-1, Takatsukasa 4-chome, Takarazuka-
shi, Hyogo-ken

Name: Daisaku KAMO

Applicant:

Identification No.: 000002093

Name: SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

Attorney:

Identification No.: 100113000

Patent Attorney

Name: Tohru NAKAYAMA

Telephone No.: 06-6220-3405

Appointed Attorney:

Identification No.: 100151909

Patent Attorney

Name: Toru SAKAMOTO

Telephone No.: 06-6220-3405

Payment of Fees:

Prepayment Book No.: 010238

Amount to be paid: 15,000 yen

28
25

Attached document:

Item:	Specification	1 copy
Item:	Claims	1 copy
Item:	Abstract	1 copy

Registration No. of General Power:	0800158
------------------------------------	---------

DOCUMENT NAME: SPECIFICATION

TITLE OF INVENTION: HYDRATE OF SULFONYLUREA COMPOUND,
PROCESS FOR PRODUCING THE SAME AND SUSPENSION FORMULATION
CONTAINING THE SAME

5

FIELD OF THE INVENTION

[0001]

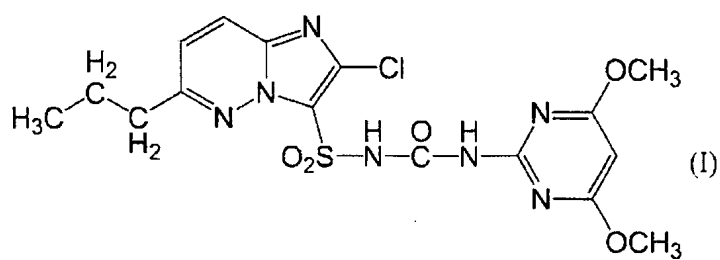
The present invention relates to a hydrate of
sulfonylurea compound having herbicidal activity, a process
10 for producing the same, an aqueous suspension formulation
containing the same, and the like.

BACKGROUND OF THE INVENTION

[0002]

15 Recently, there is a need for a formulation that
allows a herbicidal compound to be sprayed in a more simple
way in order to control weeds because of the aging or
decreasing population of farmers, and the like. Regarding
a solid and poorly water-soluble herbicidal compound, for
20 example, aqueous suspension formulations containing said
compound, which can be sprayed directly from levee into
paddy field under flood irrigation, have been developed for
practical use.

Patent Literature 1 discloses a sulfonylurea compound
25 represented by formula (I):



which has herbicidal activity, and an aqueous suspension formulation containing said compound.

5 Citation List

Patent Literature

[0003]

Patent Literature 1: JP 2004-123690 A

10 SUMMARY OF THE INVENTION

TECHNICAL PROBLEM

[0004]

Aqueous suspension formulations containing a herbicidal compound can be produced by mixing a finely-ground, solid and poorly water-soluble herbicidal compound, a surfactant, a thickening agent, water, and the like.

In view of suspension stability, herbicidal activity, spraying operability, and the like, a herbicidal compound in an aqueous suspension formulation is needed to have a small particle size (about 10 μm or less) immediately after the production of the suspension formulation as well as when using the aqueous suspension formulation after storage.

In common aqueous suspension formulations containing a sulfonylurea compound represented by formula (I), particles of the sulfonylurea compound tend to grow (i.e., the particle size thereof tends to increase) in the aqueous suspension formulations over time during the storage period. If the aqueous suspension formulations after storage are applied, there are sometimes problems that (i) the nozzle of sprayer used is clogged up by the particles, (ii) the herbicidal activity is not sufficiently obtained, and (iii) a large amount of precipitate is formed after long storage. It is thus necessary to contemplate the compositions of the aqueous suspension formulations in order to prevent the growth of particles in the aqueous suspension formulations.

SOLUTION TO PROBLEM

[0005]

In these circumstances, the present inventors have conducted intensive studies for overcoming the above problems and finally found that when the present inventive product as described below is used as an active ingredient for the preparation of an aqueous suspension formulation, particles of the present inventive product in the aqueous suspension formulation are hardly grown over time, thereby reaching the present invention.

[0006]

[1] A hydrate of a sulfonylurea compound represented by formula (I) (hereinafter referred to as "the present inventive hydrate"):



10 [3] A process for producing the hydrate according to the above [1], comprising mixing a sulfonylurea compound represented by formula (I) with water and stirring the resultant mixture.

15

20

[6] An aqueous suspension formulation obtainable from the

hydrate according to the above [1], a thickening agent, a surfactant and water.

[7] An aqueous suspension formulation obtainable from the mixture according to the above [2], a thickening agent, a surfactant and water.

[8] The aqueous suspension formulation according to the above [7], wherein the mixture contains 0.2% by weight or more of water.

[9] A process for producing an aqueous suspension formulation, comprising mixing the hydrate according to the above [1], a thickening agent, a surfactant, and optionally an agricultural formulation additive.

[10] A process for producing an aqueous suspension formulation, comprising mixing the mixture according to the above [2], a thickening agent, a surfactant, and optionally an agricultural formulation additive.

Hereinafter the present inventive hydrate and the present inventive mixture are collectively referred to as "the present inventive product", and the aqueous suspension formulations according to the above [6] and [7] are collectively referred to as "the present inventive aqueous suspension formulation".

EFFECT OF THE INVENTION

[0007]

The present inventive product is hardly grown in an aqueous suspension formulation over time during the storage period and thus useful as a herbicidal ingredient for a stable aqueous suspension formulation.

5

DETAILED DESCRIPTION OF THE EMBODIMENTS

[0008]

10 The present inventive mixture of the sulfonylurea compound represented by formula (I) (i.e., nonhydrate) and the present inventive hydrate may contain the present inventive hydrate in an amount of not less than 0.2% by weight, preferably not less than 0.8% by weight. The present inventive mixture includes a crystal composed of the sulfonylurea compound represented by formula (I) (i.e.,
15 nonhydrate) and the present inventive hydrate.

The upper limit of the content of the present inventive hydrate in the present inventive mixture is not particularly limited, but may be not more than 100% by weight.

20

[0009]

The present inventive hydrate can be produced by dissolving the sulfonylurea compound represented by formula (I) into a water-containing organic solvent, and precipitating a crystal, i.e. recrystallizing. Namely, the
25 present inventive hydrate can be obtained, for example, by

mixing the sulfonylurea compound represented by formula (I) with a water-containing organic solvent, stirring the resultant mixture at a temperature of 60°C to 80°C for 1 to 2 hours to dissolve the compound into the water-containing organic solvent, allowing the resultant solution to cool at room temperature, ice-cooling the resultant solution, collecting the precipitated crystal by filtration, and then drying the collected crystal under reduced pressure.

[0010]

The "organic solvent" to be used includes preferably hydrophilic organic solvents, more preferably tetrahydrofuran (THF), acetonitrile, methanol, ethanol, dimethylsulfoxide, t-butanol, isopropyl alcohol, and the like. The water content in the organic solvent is preferably not less than 1 part by weight relative to 99 parts by weight of the organic solvent.

The amount of "water-containing organic solvent" to be used may be an amount capable of dissolving and recrystallizing the sulfonylurea compound represented by formula (I). For example, when tetrahydrofuran is used to recrystallize the sulfonylurea compound, the amount of the water-containing organic solvent is generally from 11 mL to 25 mL relative to 1 g of a nonhydrate of the sulfonylurea compound.

[0011]

The present inventive product can be produced by mixing the sulfonylurea compound represented by formula (I) with water, and stirring the resultant mixture. The stirring temperature is generally from 5°C to 95°C, preferably from 20°C to 60°C. The stirring time is preferably 7 days or more when preparing the present inventive mixture, and 14 days or more when preparing the present inventive hydrate. The amount of "water" to be used is not limited as long as it does not cause any trouble in the stirring of the mixture.

[0012]

The present inventive hydrate can be produced in a shorter time by adding the present inventive hydrate produced separately to a mixture of the sulfonylurea compound represented by formula (I) and a water-containing organic solvent. In this process, the amount of the present inventive hydrate to be mixed is preferably not less than 8 parts by weight relative to 92 parts by weight of the sulfonylurea compound represented by formula (I). The stirring time is preferably 7 days or more. The stirring temperature is generally from 5°C to 95°C, preferably from 20°C to 60°C.

The obtained present inventive product is separated from water by filtration. The separated compound is preferably dried under reduced pressure. The preferred

temperature is from 20°C to 60°C.

[0013]

In the above production process, the conversion from a nonhydrate (i.e., the sulfonylurea compound represented by formula (I)) to the present inventive product may be monitored by various analytical methods such as infrared absorption spectrum analysis, water content measurement, thermal analysis, X-ray powder diffraction analysis, and the like.

[0014]

Namely, the increase in size or the shift of the peak corresponding to water molecule in infrared absorption spectrum analysis, and the increase in water content in water content analysis, compared with the nonhydrate show the conversion from the nonhydrate to the present inventive product.

[0015]

As to thermal analysis, the detection of an endotherm peak in the vicinity of 136°C and the decrease in weight in thermogravimetric analysis (TG)/differential thermal analysis (DTA) show the conversion from the nonhydrate to the present inventive product.

[0016]

As to X-ray powder diffraction (Cu-K α) analysis, the detection of peaks at $2\theta = 9.6^\circ$, 11.0° shows the conversion

38
39

from the nonhydrate to the present inventive product.

[0017]

The sulfonylurea compound represented by formula (I) to be used for producing the present inventive hydrate can be produced, for example, by a method as described in JP 2004-123690 A.

[0018]

Hereinafter, the present aqueous inventive suspension formulation will be explained.

[0019]

The present aqueous inventive suspension formulation can be obtained by mixing the present inventive product, i.e., the present inventive hydrate or the present inventive mixture; a thickening agent; a surfactant; and water; and optionally an agricultural formulation additive. When the present inventive mixture is used, the present inventive mixture contains the present inventive hydrate in an amount of not less than 0.2% by weight and less than 100% by weight. Namely, the sulfonylurea compound represented by formula (I) and the present inventive hydrate are used in a weight ratio of preferably from 99.8 : 0.2 to 0 : 100, more preferably from 99.2 : 0.8 to 0 : 100 to produce the present aqueous inventive suspension formulation.

When producing the present aqueous inventive

suspension formulation, the present inventive product is used in an amount of 0.5 to 50% by weight, preferably 1 to 40% by weight, the thickening agent is used in an amount of 0.01 to 5% by weight, preferably 0.1 to 3% by weight, the
5 surfactant is used in an amount of 0.1 to 10% by weight, and water is used in an amount of generally 30 to 90% by weight, preferably 50 to 80% by weight, based on the present aqueous inventive suspension formulation.

[0020]

10 The present aqueous inventive suspension formulation may contain other pesticidal compounds in addition to the present inventive product. Examples of the "other pesticidal compound" include simetryn, dymron, propanil, mefenaset, phentolazamide, ethobenzanide, swep,
15 oxadiclefomefone, oxadiazolone, pyrazolate, prodiamine, cafenstrole, pentoxazone, clomeprop, pyriphthalide, benzobicyclon, bromobutide, pyraclonil, imazosulfuron, sulfosulfuron, and the like.

[0021]

20 The present aqueous inventive suspension formulation contains the present inventive product in an amount of generally 0.5 to 50% by weight, preferably 1 to 40% by weight. When the "other pesticidal compound" is contained in the present aqueous inventive suspension formulation,
25 the total amount of the present inventive product and the

40
41

"other pesticidal compound" is generally 0.5 to 50% by weight, preferably 1 to 40% by weight, based on the present aqueous inventive suspension formulation.

[0022]

5 Examples of the thickening agent to be used in the present aqueous inventive suspension formulation include xanthan gum, guar gum, gum arabic, casein, dextrin, carboxymethyl cellulose, sodium carboxymethylstarch, sodium alginate, hydroxyethyl cellulose, carboxyethyl cellulose, 10 methyl cellulose, hydroxypropyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, polyvinyl alcohol, polyacrylic acid or a derivative thereof, montmorillonite, talc, saponite, and the like.

15 In the present invention, carboxymethyl cellulose is generally used in the form of a salt, specifically a sodium salt and a calcium salt. The preferred carboxymethyl cellulose salt to be used in the present invention includes, for example, those having a relatively low viscosity when being dissolved in water, specifically a viscosity of from 20 1 to 100 mPa·s (type B viscometer, 60 rpm, 25°C) in 2% by weight aqueous solution.

25 Typical examples of carboxymethyl cellulose salt include those commercially available, such as CELLOGEN 6A (manufactured by Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), CELLOGEN 7A (manufactured by Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co.,

Ltd.), CMC DAICEL 1110 (manufactured by Daicel Chemical Industry, Ltd.) and CMC DAICEL 1210 (manufactured by Daicel Chemical Industry, Ltd.).

5 The content of thickening agent in the present aqueous inventive suspension formulation is generally 0.01 to 5% by weight, preferably 0.1 to 3% by weight.

[0023]

10 Examples of the surfactant to be used in the present aqueous inventive suspension formulation include anionic surfactants such as polyoxyethylene arylphenyl ether phosphoric acid salts (e.g., NEWKALGEN FS-3EG, NEWKALGEN FS-3PG, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.), alkylsulfuric acid salts (e.g., MONOGEN Y-500, manufactured by Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), polyoxyethylene
15 arylphenyl ether sulfuric acid salts (e.g., AGRISOL FL-2017, manufactured by Kao Corporation), polyoxyalkylene arylphenyl ether sulfuric acid salts (e.g., NEWKALGEN FS-7, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.), dioctylsulfosuccinic acid salts (e.g., NEOCOL YSK:
20 manufactured by Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd., SANMORIN OT70: manufactured by Sanyo Chemical Industries, Ltd.), and the like; and nonionic surfactants such as sucrose fatty acid esters (e.g., NEWKALGEN FS-100, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.), polyoxyethylene
25 polyoxypropylene block polymers (e.g., NEWPOL PE68:

manufactured by Sanyo Chemical Industries, Ltd.),
polyoxyalkylene polyalkylene polyamine (e.g., NEWKALGEN D-
3020, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.),
polyoxyethylene alkylphenyl ether (e.g., NEWKALGEN D-410,
5 manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.),
polyoxyethylene aryl phenyl ether formaldehyde condensates
(e.g., NEWKALGEN E-300, manufactured by Takemoto Oil & Fat
Co., Ltd.), and the like. The present aqueous inventive
suspension formulation may contain two or more surfactants
10 as mentioned above.

In the present invention, it is preferable to use a
combination of at least one anionic surfactant and at least
one nonionic surfactant.

The content of surfactant in the present aqueous
15 inventive suspension formulation is generally 0.1 to 10% by
weight.

[0024]

The water to be used is not particularly limited, but
includes those used for conventional herbicidal composition,
20 for example, tap water, well water, ion-exchanged water,
and the like.

The water content of the present aqueous inventive
suspension formulation is generally 30 to 90% by weight,
preferably 50 to 80% by weight.

25 [0025]

43
74

The present aqueous suspension formulation is obtained by dispersing or dissolving the present inventive product, a thickening agent, a surfactant, and optionally the other pesticidal compound than the present inventive product, and optionally an agricultural formulation additive as described below, into water.

[0026]

The present aqueous suspension formulation optionally contains an agricultural formulation additive, which is used in a common aqueous suspension formulation. Examples of the agricultural formulation additive include anti-freezing agents, pH adjusters, antifoaming agents, preservatives, and the like. These agricultural formulation additives can be suitably selected depending on the content of the present inventive product, the kind of surfactant, and the like.

[0027]

Examples of the "anti-freezing agent" include ethylene glycol, diethylene glycol, glycerin, propylene glycol, and the like.

Examples of the "pH adjuster" include citric acid monohydrate, sorbic acid, potassium sorbate, and the like.

Examples of the "antifoaming agent" include silicone-based antifoaming agents, and the like.

Examples of the "preservative" include butylparaben

(n-butyl para-hydroxybenzoate), sorbic acid, potassium sorbate, and the like.

[0028]

When an anti-freezing agent is used, the content thereof is generally 1 to 20% by weight, preferably 3 to 12% by weight.

When a pH adjuster is used, the content thereof is generally 0.01 to 5% by weight, preferably 0.5 to 3% by weight.

When an antifoaming agent is used, the content thereof is generally 0.05 to 0.5% by weight, preferably 0.05 to 0.3% by weight.

When a preservative is used, the content thereof is generally 0.01 to 3% by weight, preferably 0.01 to 1.5% by weight.

[0029]

The present aqueous inventive suspension formulation may be produced, for example, by the following processes.

<Formulation process No. 1>

A process comprising mixing the present inventive product, a thickening agent, a surfactant and water, and if necessary, the other pesticidal compound than the present inventive product and an agricultural formulation additive, and then thoroughly stirring and mixing the mixture, for example, by a high speed stirrer, and finely-grinding and

dispersing the mixture, for example, by a wet-pulverizer such as dynamill and micro-fluidizer.

<Formulation process No. 2>

A process comprising finely-grinding the present inventive product by a dry-pulverizer such as jetmizer, adding the resultant product together with other components to water, and then stirring and mixing the mixture, for example, by a high speed stirrer for about 30 to 90 minutes to disperse the mixture.

In the present inventive aqueous suspension formulation, the present inventive product is dispersed in water in the form of fine particles. The average particle size of the fine particles is, for example, not more than 10 μm , preferably 0.2 μm to 5 μm .

[0030]

The present aqueous inventive suspension formulation can be used by spraying itself or, if desired, after dilution with water, according to known methods. For example, the present aqueous inventive suspension formulation can be sprayed directly from levee into paddy field under flood irrigation and the like. In this case, a vessel containing the present aqueous inventive suspension formulation is shaken slightly before use, and then the formulation is sprayed in portions along levee. When the present aqueous inventive suspension formulation is sprayed

after dilution with water, the water dilution is sprayed by using known spraying devices on the surface of soil, stem or leaves, or the like in paddy field, dry field, orchard, turf, non-cultivated field, and the like. In addition, the water dilution can be used in a seed treatment, nursery box treatment, and the like.

EXAMPLES

[0031]

10 The present invention is further described below in detail with reference to examples. The present invention is not limited to the examples.

[0032]

For water content analysis, CA-07 type water-content measuring instrument (manufactured by Mitsubishi Chemical Corporation) was used.

[0033]

For infrared absorption spectrum analysis (IR), Fourier transform infrared spectrophotometer, Varian Fast Image 670-IR (manufactured by Varian Inc.) was used. The measurement conditions were as follows:

- Detector: DTGS
- Scans: 32
- Scan speed: 5 kHz

25 [0034]

47
48

For thermal analysis (TG/DTA), TG/DTA6200R (manufactured by SII NanoTechnology Inc.) was used.

[0035]

For X-ray powder diffraction (Cu-K α) analysis (XRD(2 θ)), powder X-ray diffractometer RINT2500V (manufactured by Rigaku Corporation) was used. The measurement conditions were as follows:

- Target: Cu-K α
- Voltage: 40 kV
- Current: 300 mA

[0036]

For proton nuclear magnetic resonance spectrum analysis (^1H -NMR), DPX300 (manufactured by Bruker Corporation) was used. Tetramethylsilane was used as an internal standard substance, and all delta values were represented as ppm.

[0037]

Production Example 1

To 217.8 g of the sulfonylurea compound represented by formula (I) (hereinafter referred to as "sample A") produced by a method described in JP 2004-123690 A was added 2413 mL of tetrahydrofuran (THF) having a water content of 1.0% by weight. The resultant mixture was stirred at 70°C for 1 hour to dissolve the sample A into the above THF. The resultant solution was allowed to cool

to room temperature, and then the cooled solution was ice-cooled. After ice-cooling, the crystals precipitated by recrystallization were collected by filtration, and the collected crystals were dried under reduced pressure to
5 obtain 121.8 g of dried crystals (hereinafter referred to as "sample B").

As test samples, the sample A and the sample B were subjected to IR, TG/DTA, XRD(2 θ) and ^1H -NMR. As a result, some characteristic values were obtained (see Table 1).

10 The NMR spectrum of the sample A was identical with that of the sample B. On the other hand, peak corresponding to water molecule in IR spectrum and water content were different between the sample A and the sample B. In addition, the sample A and the sample B had
15 different characteristics in terms of crystal diffraction pattern by X-ray crystal diffraction analysis. Further, the sample A and the sample B were different in endotherm peaks observed by thermal analysis. Specifically, the sample B had an endotherm peak at 136°C, in addition to an
20 endotherm peak at 208°C as observed in the sample A. TG was decreased by 1.9%. Said value was identical with the theoretical water content, 1.9%, of a hemihydrate of the sample A. Therefore, it was confirmed that the sample A was in the form of a nonhydrate, and the sample B was in
25 the form of a hemihydrate.

[0038]

Table 1

	Sample A	Sample B
¹ H-NMR (DMSO-d ₆ , δ)	0.70 (3H, t, J = 7.3 Hz), 1.4 - 1.5 (2H, m), 2.6 - 2.7 (2H, m), 3.97 (6H, s), 6.08 (1H, s), 7.57 (1H, d, J = 9.4 Hz), 8.26 (1H, d, J = 9.4 Hz), 10.68 (1H, brs), 13.4 - 13.5 (1H, m)	0.70 (3H, t, J = 7.3 Hz), 1.4 - 1.5 (2H, m), 2.6 - 2.7 (2H, m), 3.97 (6H, s), 6.08 (1H, s), 7.57 (1H, d, J = 9.4 Hz), 8.26 (1H, d, J = 9.4 Hz), 10.68 (1H, brs), 13.4 - 13.5 (1H, m)
IR	3649 cm ⁻¹	3638 cm ⁻¹
Water content	0.06%	1.90%
XRD(2θ)	6.2 8.6 9.1 13.7 15.4	9.6 11.0
TG/DTA	208°C (endotherm)	136°C (endotherm, decrease of TG: 1.9%) 208°C (endotherm)

[0039]

Production Example 2

5 Firstly, 852 mg of the sample A was mixed with 50 mL of a deionized water, and then the resultant mixture was started to stir by a stirrer at room temperature. Two (2) days, 7 days and 14 days after the start of stirring, each 10-mL portion of the resultant mixture was collected. The

10 collected mixtures were independently subjected to filtration, collected the precipitated crystals obtained by recrystallization, and then dried the collected crystals

80-
4

under reduced pressure to obtain 107 mg, 143 mg and 144 mg of dried crystals in the order of collection (hereinafter referred to as "sample C", "sample D" and "sample E", respectively). For each sample, XRD(2 θ) was measured. As
5 a result, it was confirmed that the sample C was a nonhydrate, the sample D was a mixture of a hemihydrate and a nonhydrate, containing 9.1% by weight of the hemihydrate, and the sample E was a hemihydrate.

[0040]

10 Some of the other present inventive mixtures are shown in Table 2 along with the "sample symbol" and the "content (% by weight) of hemihydrate in the mixture".

[0041]

Table 2

Sample symbol	Content (% by weight) of hemihydrate in the mixture
Sample G	7.9
Sample H	5.7
Sample I	5.6
Sample J	0.9
Sample K	0.5
Sample L	0.3
Sample M	0.2

15 [0042]

Production Example 3

A mixture obtained by mixing 1.8 parts by weight of the sample B as produced in Production Example 1, 0.1 parts by weight of sorbic acid, 0.3 parts by weight of a
20 silicone-based antifoaming agent (Antifoam E-20,

51
52

manufactured by Kao Corporation), 0.5 parts by weight of sucrose fatty acid ester (NEWKALGEN FS-100, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.), 1.5 parts by weight of polyoxyethylenearyl phenyl ether phosphoric acid salt (NEW
5 KALGEN FS-3PG, manufactured by Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.), 0.35 parts by weight of sodium montmorillonite (KUNIPIA F, manufactured by Kuminine Industries Co., Ltd.), and 30.45 parts by weight of ion-exchanged water, and they were mixed and dispersed, then, wet-pulverized using
10 Dynamill KDL (manufactured by Shinmaru Enterprises Corporation) to obtain an aqueous suspension (1) of the sample B.

On the other hand, 1.0 part by weight of sodium carboxymethylcellulose (CELLOGEN 7A, manufactured by Dai-
15 ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), 0.65 parts by weight of sodium montmorillonite (KUNIPIA F, manufactured by Kuminine Industries Co., Ltd.), and 0.1 parts by weight of xanthan gum (Rhodopol 23, manufactured by Rhodia Nicca) were added to 56.65 parts by weight of ion-exchanged water, dissolved
20 and dispersed to obtain a solution (1) of thickening agent.

Then, 58.4 parts by weight of the thus obtained solution (1) of thickening agent, 35 parts by weight of the aqueous suspension (1) of the sample B as obtained above, and 6.6 parts by weight of propylene glycol were mixed to
25 become 100 parts by weight in total, and then stirred and

mixed the resultant mixture to obtain an aqueous suspension formulation (1) containing the sample B in an amount of 1.8% by weight.

[0043]

5 Production Example 4

An aqueous suspension formulation (2) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample G instead of the sample B.

[0044]

10 Production Example 5

An aqueous suspension formulation (3) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample H instead of the sample B.

[0045]

15 Production Example 6

An aqueous suspension formulation (4) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample I instead of the sample B.

[0046]

20 Production Example 7

An aqueous suspension formulation (5) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample J instead of the sample B.

[0047]

25 Production Example 8

An aqueous suspension formulation (6) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample K instead of the sample B.

[0048]

5 Production Example 9

An aqueous suspension formulation (7) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample L instead of the sample B.

[0049]

10 Production Example 10

An aqueous suspension formulation (8) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample M instead of the sample B.

[0050]

15 Comparative Production Example 1

An aqueous suspension formulation (9) was produced in the same manner as Production Example 3, except for using the sample A instead of the sample B.

[0051]

20 Test Example 1 (Particle Size Measurement)

For the aqueous suspension formulations (1) to (9), the particle size (volume median diameter (μm)) of particles in each suspension formulation was measured immediately after the production, and after storage in a certain condition. The results are shown in Tables 3 and 4.

54
55

<Particle Size Measurement Method>

5 The volume median diameter was measured by using a laser diffraction type particle size distribution measurement apparatus (HEROS & RODOS, manufactured by Japan Laser Corp., measurement conditions: focus length 20 mm, dispersing medium is ion-exchanged water).

[0052]

[Table 3]

Aqueous suspension formulation	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Immediately after production	2.0	1.9	2.0	1.9	1.8
50°C, 1 week	1.9	2.2	2.5	2.4	2.6
50°C, 2 weeks	1.9	2.2	2.5	2.4	2.6
60°C, 1 week	2.0	2.2	2.5	2.5	2.7
60°C, 2 weeks	2.0	2.3	2.5	2.5	2.7

10 [0053]

[Table 4]

Aqueous suspension formulation	(6)	(7)	(8)	(9)
Immediately after production	2.0	1.8	1.8	2.0
50°C, 1 week	2.9	2.9	2.8	2.8
50°C, 2 weeks	2.9	2.9	2.8	13.5
60°C, 1 week	3.2	3.0	3.0	11.4
60°C, 2 weeks	3.2	3.0	3.0	11.3

INDUSTRIAL APPLICABILITY

[0054]

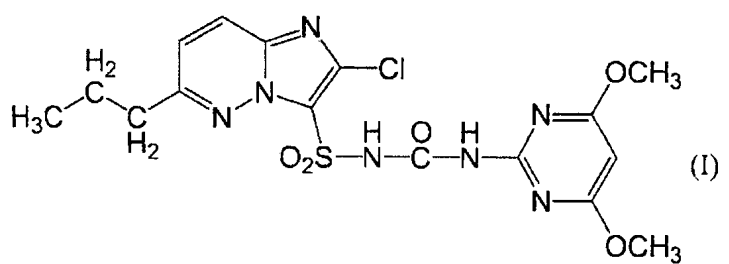
15 The present inventive product is useful for the preparation of an aqueous suspension formulation, because

the growth of particles is hardly occurred in the aqueous suspension formulation after storage (a certain period of time).

DOCUMENT NAME: ABSTRACT

PROBLEM: To provide a herbicidal compound useful for the preparation of an aqueous suspension formulation in which the growth of particles is hardly occurred after storage.

5 SOLUTION: A hydrate of sulfonylurea compound represented by formula (I):



and a mixture of said hydrate and a sulfonylurea compound represented by formula (I) are useful for as a herbicidal component for an aqueous suspension formulation, because the growth of particles is hardly occurred in an aqueous suspension formulation comprising said hydrate or said mixture after storage.

10

SELECTED FIGURE: None

Applicant Record

Identification No. [000002093]

1. Change of Date March 8, 2010

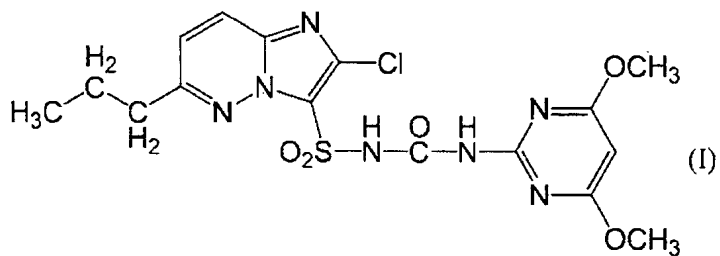
[Reason for Change] Change of name

Address: 27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku, Tokyo

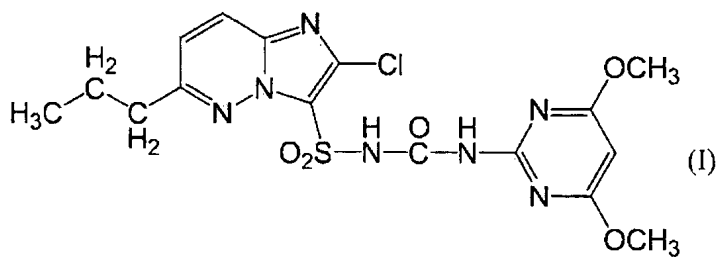
Name : SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

DOCUMENT NAME: CLAIMS

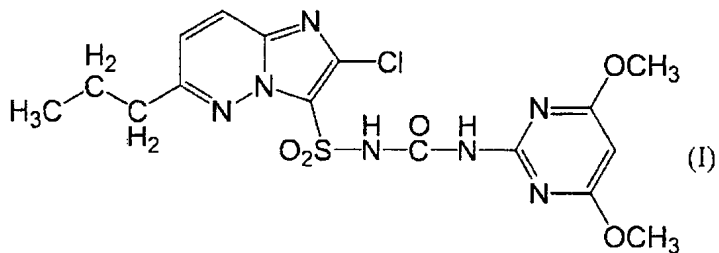
1. A hydrate of a sulfonylurea compound represented by formula (I):



2. A mixture of the hydrate according to claim 1 and a sulfonylurea compound represented by formula (I):

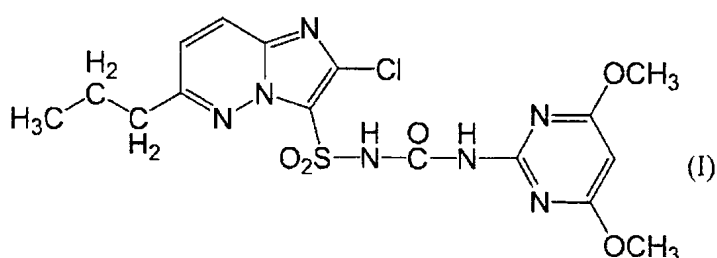


3. A process for producing the hydrate according to claim 1, comprising mixing a sulfonylurea compound represented by formula (I):



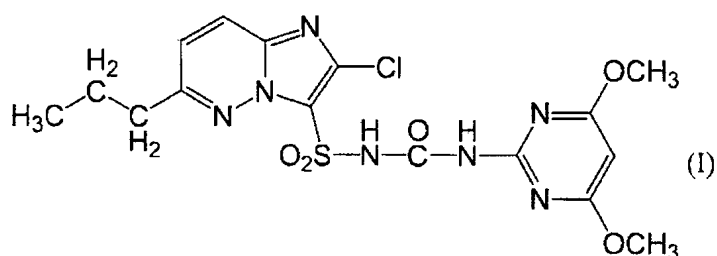
with water and stirring the resultant mixture.

4. A process for producing the mixture according to claim 2, comprising mixing a sulfonylurea compound represented by formula (I):



with water and stirring the resultant mixture.

- 5 5. A process for producing the hydrate according to claim 1, comprising dissolving a sulfonylurea compound represented by formula (I):



in a water-containing organic solvent and precipitating a crystal.

- 10 6. An aqueous suspension formulation obtainable from the hydrate according to claim 1, a thickening agent, a surfactant and water.

7. An aqueous suspension formulation obtainable from the mixture according to claim 2, a thickening agent, a surfactant and water.

- 15 8. The aqueous suspension formulation according to claim 7, wherein the mixture contains 0.2% by weight or more of water.

9. A process for producing an aqueous suspension formulation, comprising mixing the hydrate according to

claim 1, a thickening agent, a surfactant, and optionally an agricultural formulation additive.

10. A process for producing an aqueous suspension formulation, comprising mixing the mixture according to
5 claim 2, a thickening agent, a surfactant, and optionally an agricultural formulation additive.

TRADUCCIÓN OFICIAL No. 15892/2011 AL IDIOMA ESPAÑOL DE UN TEXTO ESCRITO EN INGLÉS, REALIZADA POR SERGIO ELEUTERIO LATORRE MENDOZA, TRADUCTOR OFICIAL AUTORIZADO POR RESOLUCIÓN No. 2839 DEL 30 DE DICIEMBRE DE 1991 EXPEDIDA POR EL MINISTERIO DE JUSTICIA Y DEBIDAMENTE REGISTRADO ANTE EL MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES DE COLOMBIA.

OFICINA DE PATENTES DE JAPÓN

Este es para certificar que adjunto hay una copia fiel de la siguiente solicitud como se presenta ante esta Oficina.

Fecha de Solicitud: 2010 12 27

Número de Solicitud: 2010 – 289619

El código y número de país de su solicitud de prioridad,

que se va a utilizar para presentación amplia

de conformidad con la Convención de Paris es

JP2010 – 289619

Solicitantes:

Aparece sello

2011 11 28

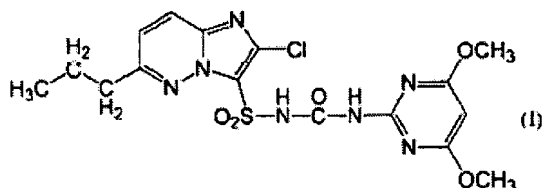
Comisionado

Oficina de Patentes de Japón

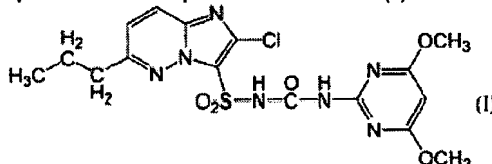
2011- 3045275

NOMBRE DEL DOCUMENTO: REIVINDICACIONES

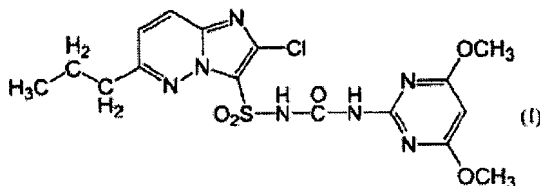
1. Un hidrato de un compuesto de sulfonilurea representado por la fórmula (I):



2. Una mezcla del hidrato de acuerdo con la reivindicación 1 y un compuesto de sulfonilurea representado por la fórmula (I):



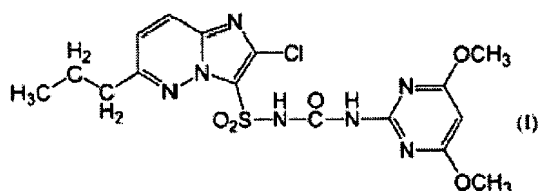
3. Un proceso para producir el hidrato de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende mezclar un compuesto de sulfonilurea representado por la fórmula (I):



Sergio Eleuterio Latorre Mend.
Traductor e Interpreté Oficial
Resol. No. 2839 Minjusticia 1991

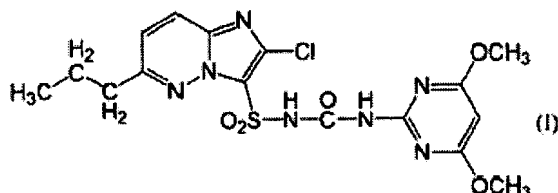
con agua y agitar la mezcla resultante.

4. Un proceso para producir la mezcla de acuerdo con la reivindicación 2, que comprende mezclar un compuesto de sulfonilurea representado por la fórmula (I):



con agua y agitar la mezcla resultante

5. Un proceso para producir el hidrato de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende disolver un compuesto de sulfonilurea representado por la fórmula (I):



en un disolvente orgánico que contiene agua y precipitar un cristal.

6. Una formulación en suspensión acuosa que se puede obtener a partir del hidrato de acuerdo con la reivindicación 1, un agente espesante, un tensoactivo y agua.
7. Una formulación en suspensión acuosa que se puede obtener a partir de la mezcla de acuerdo con la reivindicación 2, un agente espesante, un tensoactivo y agua.
8. La formulación en suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la mezcla contiene 0.2% en peso o más de agua.
9. Un proceso para producir una formulación en suspensión acuosa, que comprende mezclar el hidrato de acuerdo con la reivindicación 1, un agente espesante, un tensoactivo, y opcionalmente un aditivo para formulación agrícola
10. Un proceso para producir una formulación en suspensión acuosa, que comprende combinar la mezcla de acuerdo con la reivindicación 2, un agente espesante, un tensoactivo, y opcionalmente un aditivo para formulación agrícola

Sergio Eleuterio Latorre Mendoza
Traductor e Interpreté Oficial
Resol. No. 2839 Minjusticia 1991