



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

- PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL -

21. EXPEDIENTE No.

04-98565

54. TITULO

"COMPOSICION AGROQUIMICA GRANULAR"

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL

A01N25/12.

71. SOLICITANTE

KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

DOMICILIO

4-26, Ikenohata 1-chome, Taito-ku, Tokyo, JAPON

74. APODERADO

DRA. MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO

22. BOGOTA, D.C.,

04 OCT. 2004

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE:

①

☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad.☐ Capítulo I☒ Capítulo II

②

SOLICITANTE (71)

Nombre: KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

Dirección: 4-28, Ikenohata 1-chome, Taito-ku, Tokyo, JAPON

Nacionalidad o Domicilio: Tokyo - JAPON

Lugar de Constitución: JAPON

Teléfono: Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

③

REPRESENTANTE
O APODERADO (74)

Nombre: MARGARITA CASTELLANOS A.

Dirección: CARRERA 9 No. 93-09

Teléfono: 610 74 80 Fax: 610 07 08

E-mail: acastell@impeat.net.co

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐C.E. ☐ Otro ☐Número 38779.854 TPA 70.819

④

INVENTOR (ES) (72)

Nombre: EISUKE OZAKI, KAZUNORI KURITA y TETSUO OHKAWA

Dirección: 4-28, Ikenohata 1-chome, Taito-ku, Tokyo, JAPON

Nacionalidad o Domicilio JAPONESES

⑤

PCT (66)

Solicitud Internacional No. PCT/JP2003/003842Fecha 24/03/2003Publicación Internacional No. WO 03/082008 A1Fecha 09/10/2003

⑥

Título (54)

"COMPOSICION AGROQUIMICA GRANULAR"(fol 154)

⑦

Clasificación Internacional (51)

A01N25/12

⑧

Prioridad

(33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de Solicitud

SI ☒ NO ☐JP28/03/2002JP2002-07128

⑨

Comprobante de pago No.

04-78.543

Fecha

Septiembre 28, 2004

10

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso, junto con la sustitución del mismo hecha a mi favor
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud Internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Traducción de la solicitud Internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Copia del examen preliminar Internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).
- ☐ Traducción del examen preliminar Internacional efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERISTICA:

12 Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO

FIRMA:

Margarita Castellanos

C.C. No. 39.779.654 Usaquén - TPA 70.819 C.S.J.

04 OCT. 2004

SUPERINTENDENCIA DE ECONOMIA
Radicación : 04090565 00000000 Folios: 150
Fecha (GMB): 2004-10-04 14:08:21
Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTA
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

MIT : 800174089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 04 - 76,543
FECHA : SEPTIEMBRE 28 DE 2004

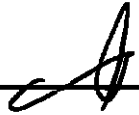
***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
ALVARO CASTELLANOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	030-00110-6	21238033	28/09/2004	5,982,300.00

***** CONCEPTO *****

CANT. CONTABILISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50003-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	422,000.00
	TOTAL :	422,000.00

SON: CUATROCIENTOS VEINTIDOS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____ 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

PCT

(43) 国際公開日
2003年10月9日 (09.10.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/082008 A1

- (51) 国際特許分類: A01N 25/12, (74) 代理人: 阿形明, 外(AGATA, Akira et al.); 〒105-0004 東京都港区新橋二丁目12-5 池伝ビル3階 阿形特許事務所 Tokyo (JP).
25/30, 25/32, 43/54, 47/36
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/03542
- (22) 国際出願日: 2003年3月24日 (24.03.2003)
- (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2002-97125 2002年3月29日 (29.03.2002) JP
- (71) 出願人 (米国の除外を除く全ての指定国について): クミアイ化学工業株式会社 (KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目4番26号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 尾崎 英介 (OZAKI, Eisuke) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目4番26号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP). 栗田 和典 (KURITA, Kazunori) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目4番26号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP). 大川 哲生 (OHKAWA, Tetsuo) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目4番26号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW). ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: GRANULAR AGRICULTURAL-CHEMICAL COMPOSITION

(54) 発明の名称: 粒状農薬組成物

(57) Abstract: A granular agricultural-chemical composition which overcomes problems accompanying conventional granular agricultural-chemical compositions can be prepared according to a simple formulation, and can gradually release the agricultural-chemical active ingredient. The composition hence imposes a reduced burden on the environment and is effective in alleviating or preventing the phytotoxicity of agricultural-chemical active ingredients. The herbicidal composition comprises an acidic agricultural-chemical active ingredient, a cationic surfactant, and a basic substance. In particular, the composition is regulated so that the 1 wt. % aqueous suspension thereof has a pH of 5 or higher. The acidic agricultural-chemical active ingredient preferably has a pK_a of 2 to 7. The cationic surfactant preferably is one which gels or swells in water.

(57) 要約: 従来の粒状農薬組成物に伴う問題点を克服し、簡便な組成で調製することができ、農薬活性成分の徐放性えられるので、環境負荷を低減し、農薬活性成分により引き起こされる被害を軽減又は防止しうる粒状農薬組成物を提供する。該粒状農薬組成物は、酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤と塩基性物質とを含有する。中でも1質量%水懸濁液とした際のpHが5以上のものとする。酸性農薬活性成分としては pK_a 2~7のものが、カチオン界面活性剤としては水中でゲル化するか、あるいは膨潤性を示すものが好ましい。

WO 03/082008 A1

明 細 書

粒状農薬組成物

5 技術分野

本発明は、長期間薬効を発揮させるとともに、薬害を軽減又は防止し、環境負荷を低減しうる粒状農薬組成物に関するものである。

背景技術

- 10 従来より、農薬活性成分を含む粒状農薬組成物の薬害軽減や薬効持続を計るため、農薬活性成分の溶出を制御しうる製剤法が種々研究されてきた。例えば、パラフィンワックス、あるいは活性炭、粒状発泡体、粘土鉱物を組み合わせて配合し徐放化する方法（特開昭63-35504号、特開昭63-45201号、特開平2-288803号）や、スルホニルウレア系化合物
- 15 の薬害軽減にダイムロンを配合する方法（特開昭62-161702号、特開平3-72407号）などが提案されている。

- しかし、このような従来の徐放化方法は必ずしも効果的なものではなく、粒状農薬組成物の調製法が煩雑であったり、農薬組成物の放出が不
- 20 充分で、農薬活性成分の大半が有効利用されずに農薬組成物中にそのまま残存してしまうなどの問題があった。また、或る農薬活性成分の薬害を軽減するのにダイムロンのような他の農薬活性成分を加える方法では、必要以上の農薬活性成分が環境中に放出されることとなり、結果的に環境に対する負担が大きくなるなどの問題があった。

25 発明の開示

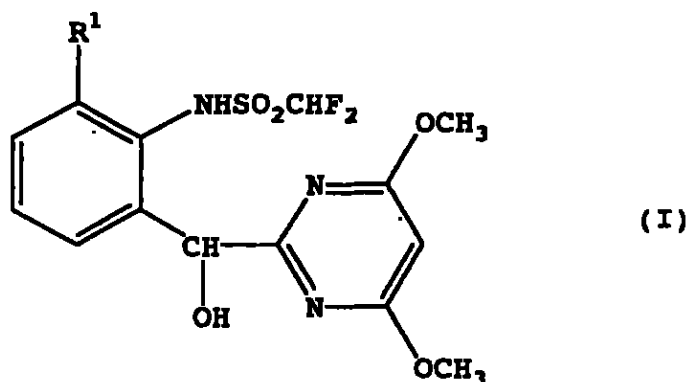
本発明は、このような事情の下、従来の粒状農薬組成物に伴う問題点を克服し、簡便な方法で調製することができ、且つ長期にわたり農薬活性成分の薬効を発揮させるとともに、環境負荷を低減し、農薬活性成分

により引き起こされる薬害を軽減又は防止しうる粒状農薬組成物を提供することを課題とするものである。

本発明者らは、粒状農薬組成物について鋭意研究した結果、その組成を、酸性農薬活性成分にカチオン界面活性剤と塩基性物質を配合したものとするにより、前記の課題が解決されることを見出し、この知見に基づいて本発明をなすに至った。

すなわち、本発明によれば、以下の組成物が提供される。

- (1) 酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤と塩基性物質とを含有することを特徴とする粒状農薬組成物。
- 10 (2) 酸性農薬活性成分がpKa 2～7のものである前記(1)記載の粒状農薬組成物。
- (3) カチオン界面活性剤が水中でゲル化するか、あるいは膨潤性を示すものである前記(1)又は(2)記載の粒状農薬組成物。
- (4) 酸性農薬活性成分が除草剤である前記(1)、(2)又は(3)記載の粒状
- 15 農薬組成物。
- (5) 除草剤がスルホニルウレア系化合物である前記(4)記載の粒状農薬組成物。
- (6) 除草剤が一般式(I)



- 20 (式中のR¹は水素原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基である)
で表されるジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体又はその塩である前記(4)記載の粒状農薬組成物。

(7) 1質量%水懸濁液とした際のpHが5以上である前記(1)ないし(6)のいずれかに記載の粒状農薬組成物。

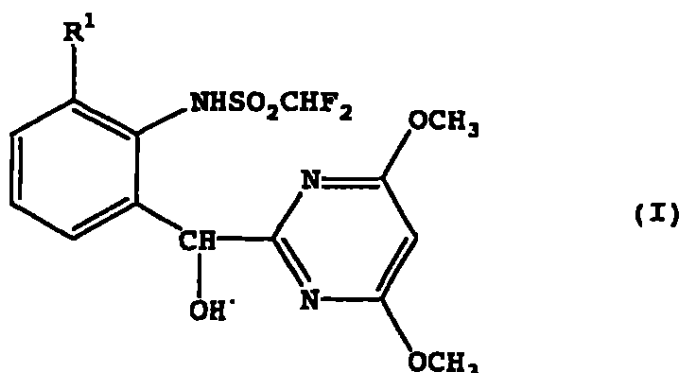
(8) 1質量%水懸濁液とした際のpHが農薬活性成分のpKa値以上である前記(1)ないし(7)のいずれかに記載の粒状農薬組成物。

- 5 (9) 前記(1)ないし(8)のいずれかに記載の粒状農薬組成物と、カチオン界面活性剤及び塩基性物質のいずれか一方もしくはそれらの両方を含有しない農薬粒状物とを1 : 9 ~ 9 : 1の質量比で混合してなる混合農薬粒剤組成物。

10 発明を実施するための最良の形態

本発明の粒状農薬組成物に用いられる酸性農薬活性成分の種類については特に制限されないが、通常、除草剤、植物成長調整剤、殺菌剤、殺虫剤等であり、中でもpKa 2 ~ 7の範囲のものが好ましく、また、幾何異性体、光学異性体等も含まれる。

- 15 除草剤としては特に制限されないが、pKa 2 ~ 7のものが好ましく、特にスルホニルウレア系化合物や、一般式(I)



(式中のR¹は水素原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基である)
で表されるジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体又はその塩を主成分とするものが特に好ましい。

20

スルホニルウレア系化合物の例としては、1-(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イル)-3-[1-メチル-4-(2-メチル-2H-テ

トラゾール - 5 - イル)ピラゾール - 5 - イルスルホニル]尿素(アジム
スルフロン)、1 - (2 - クロロイミダゾ[1, 2 - a]ピリジン - 3 - イ
ルスルホニル) - 3 - (4, 6 - ジメトキシピリミジン - 2 - イル)尿素
(イマゾスルフロン)、エチル = 5 - (4, 6 - ジメトキシピリミジン - 2
5 - イルカルバモイルスルファモイル) - 1 - メチルピラゾール - 4 - カ
ルボキシラート(ピラゾスルフロンエチル)、メチル = α - (4, 6 - ジメ
トキシピリミジン - 2 - イルカルバモイルスルファモイル) - O - トル
アート(ペンスルフロンメチル)、1 - (4, 6 - ジメトキシピリミジン -
2 - イル) - 3 - (2 - エトキシフェノキシスルホニル)尿素(エトキシス
10 ルフロン)、1 - [2 - (シクロプロピルカルボニル)アニリノスルホニ
ル] - 3 - (4, 6 - ジメトキシピリミジン - 2 - イル)尿素(シクロスル
ファムロン)、1 - (4, 6 - ジメトキシ - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 -
イル) - 3 - [2 - (2 - メトキシエトキシ)フェニルスルホニル]尿素(シ
ノスルフロン)、メチル = 3 - (4 - メトキシ - 6 - メチル - 1, 3, 5 -
15 トリアジン - 2 - イルカルバモイルスルファモイル) - 2 - テノアート
(チフェンスルフロンメチル)、2 - (4, 6 - ジメトキシピリミジン - 2
- イルカルバモイルスルファモイル) - N, N - ジメチルニコチンアミド
(ニコスルフロン)、メチル = 3 - クロロ - 5 - (4, 6 - ジメトキシピリ
ミジン - 2 - イルカルバモイルスルファモイル) - 1 - メチルピラゾー
20 ル - 4 - カルボキシラート(ハロスルフロンメチル)、1 - (4, 6 - ジメ
トキシピリミジン - 2 - イル) - 3 - (3 - トリフルオロメチル - 2 - ビ
リジルスルホニル)尿素(フラザスルフロン)、1 - (4, 6 - ジメトキシ
ピリミジン - 2 - イル) - 3 - (3 - エチルスルホニル - 2 - ビリジルス
ルホニル)尿素(リムスルフロン)などが挙げられる。

25 ジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体又はその塩の例としては、
特開2000 - 44546号公報に記載されている化合物、例えば2 - [(4, 6 -
ジメトキシピリミジン - 2 - イル)ヒドロキシメチル] - N - ジフルオロ
メタンスルホニルアニリド、2 - [(4, 6 - ジメトキシピリミジン - 2

-イル)ヒドロキシメチル]-6-メトキシメチル-N-ジフルオロメタン
スルホニルアニリド、2-[(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イ
ル)ヒドロキシメチル]-6-エチル-N-ジフルオロメタンスルホニル
アニリドなどが挙げられる。

- 5 その他の除草剤の例としては、2-メチル-4-クロロフェノキシチ
オ酢酸-S-エチル(フェノチオール)、 α -(2-ナフトキシ)プロピオ
ンアニリド(ナプロアニリド)、5-(2,4-ジクロロフェノキシ)-2
-ニトロ安息香酸メチル(ビフェノックス)、S-(4-クロロベンジル)
-N,N-ジエチルチオカルバマート(ベンチオカーブ)、S-ベンジル
10 =1,2-ジメチルプロピル(エチル)チオカルバマート(エスプロカル
ブ)、S-エチルヘキサヒドロ-1H-アゼピン-1-カーボチオエー
ト(モリネート)、S-1-メチル-1-フェニルエチル=ピペリジン-
1-カルボチオアート(ジメピベレート)、O-3-tert-ブチルフェニ
ル=6-メトキシ-2-ピリジル(メチル)チオカルバマート(ピリプチ
15 カルブ)、2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(ブトキシメチル)ア
セトアニリド(ブタクロール)、2-クロロ-2',6'-ジエチル-N
-(2-プロポキシエチル)アセトアニリド(プレチラクロール)、(RS)
-2-ブロモ-N-(α,α -ジメチルベンジル)-3,3-ジメチルブチ
ルアミド(プロモブチド)、2-ベンゾチアゾール-2-イルオキシ-N
20 -メチルアセトアニリド(メフェナセット)、1-(α,α -ジメチルベン
ジル)-3-(パラ-トリル)尿素(ダイムロン)、2-メチルチオ-4,6
-ビス(エチルアミノ)-s-トリアジン(シメトリン)、2-メチルチオ
-4,6-ビス(イソプロピルアミノ)-s-トリアジン(プロメトリン)、
2-メチルチオ-4-エチルアミノ-6-(1,2-ジメチルプロピルア
25 ミノ)-s-トリアジン(ジメタメトリン)、2,4-ジクロロフェニル-
3'-メトキシ-4'-ニトロフェニルエーテル(クロメトキシニル)、
5-tert-ブチル-3-(2,4-ジクロロ-5-イソプロポキシフェニ
ル)-1,3,4-オキサジアゾール-2(3H)-オン(オキサジアゾン)、

4 - (2, 4 - ジクロロベンゾイル) - 1, 3 - ジメチル - 5 - ピラソリル
 - *p* - トルエンスルホナート(ピラソレート)、2 - [4 - (2, 4 - ジク
 ロロベンゾイル) - 1, 3 - ジメチルピラゾール - 5 - イルオキシ]アセ
 トフェノン(ピラソキシフェン)、(R S) - 2 - (2, 4 - ジクロロ - *m* -
 5 トリルオキシ)プロピオンアニリド(クロメプロップ)、2 - [4 - [2, 4
 - ジクロロ - *m* - トルオイル] - 1, 3 - ジメチルピラゾール - 5 - イル
 オキシ] - 4' - メチルアセトフェノン(ベンソフェナップ)、S, S' -
 ジメチル = 2 - ジフルオロメチル - 4 - イソブチル - 6 - トリフルオロ
 10 ロ - N - (3 - メトキシ - 2 - テニル) - 2', 6' - ジメチルアセトア
 ニリド(テニルクロール)、ブチル = (R) - 2 - [4 - (4 - シアノ - 2 -
 フルオロフェノキシ)フェノキシ]プロピオナート(シハロホップブチル)、
 3 - [1 - (3, 5 - ジクロロフェニル) - 1 - メチルエチル] - 2, 3 - ジ
 ヒドロ - 6 - メチル - 5 - フェニル - 4 H - 1, 3 - オキサジン - 4 -
 15 オン(オキサジクロメホン)、3 - (4 - クロロ - 5 - シクロペンチルオ
 キシ - 2 - フルオロフェニル) - 5 - イソプロピリデン - 1, 3 - オキサ
 ソリジン - 2, 4 - ジオン(ペントキサゾン)、1 - (ジエチルカルバモイ
 ル) - 3 - (2, 4, 6 - トリメチルフェニルスルホニル) - 1, 2, 4 - ト
 リアゾール(カフェンストロール)、メチル = 2 - [(4, 6 - ジメトキシ
 20 ピリミジン - 2 - イル)オキシ] - 6 - [(E) - 1 - (メトキシイミノ)エ
 チル]ベンゾエート(ピリミノバックメチル)などが挙げられる。

植物成長調整剤としては特に制限されないが、4' - クロロ - 2' -
 (α - ヒドロキシベンジル)イソニコチンアニリド(イナベンフィド)、
 (2 R S, 3 R S) - 1 - (4 - クロロフェニル) - 4, 4 - ジメチル - 2 -
 25 (1 H - 1, 2, 4 - トリアゾール - 1 - イル)ペンタン - 3 - オール(パ
 クロブトラゾール)、(E) - (S) - 1 - (4 - クロロフェニル) - 4, 4 -
 ジメチル - 2 - (1 H - 1, 2, 4 - トリアゾール - 1 - イル)ペンタ - 1
 - エン - 3 - オール(ウニコナゾール)、カルシウム = 3 - オキシド - 5

- オキソ - 4 - プロピオニルシクロヘキサ - 3 - エンカルボキシラート (プロヘキサジオンカルシウム塩)、マレイン酸ヒドラジドコリンが挙げられる。これらのうちpKa 2 ~ 7 のものが特に好適に用いられる。

殺菌剤としては特に制限されないが、O, O - ジイソプロピル - S -
 5 ベンジルチオホスフェート (IBP)、3' - イソプロポキシ - 2 - メチル
 ベンズアニリド (メプロニル)、 α, α, α - トリフルオロ - 3' - イソプ
 ロポキシ - O - トルアニリド (フルトラニル)、3, 4, 5, 6 - テトラク
 ロロ - N - (2, 3 - ジクロロフェニル) フタルアミド酸 (テクロフタラ
 ム)、1 - (4 - クロロベンジル) - 1 - シクロペンチル - 3 - フェニル
 10 尿素 (ペンシクロン)、6 - (3, 5 - ジクロロ - 4 - メチルフェニル) -
 3 (2H) - ピリダジノン (ジクロメジン)、メチル = N - (2 - メトキシ
 アセチル) - N - (2, 6 - キシリル) - DL - アラニナート (メトラキ
 シル)、(E) - 4 - クロロ - α, α, α - トリフルオロ - N - (1 - イミダ
 ゾール - 1 - イル - 2 - プロポキシエチリデン) - o - トルイジン (トリ
 15 フルミゾール)、カスガマイシン、バリダマイシン、3 - アリルオキシ
 - 1, 2 - ベンゾイソチアゾール - 1, 1 - ジオキシド (プロベナゾール)、
 ジイソプロピル - 1, 3 - ジチオラン - 2 - イリデン - マロネート (イソ
 プロチオラン)、5 - メチル - 1, 2, 4 - トリアゾロ [3, 4 - b] ベンゾ
 20 チアゾール (トリシクラゾール)、1, 2, 5, 6 - テトラヒドロピロロ [3,
 2, 1 - ij] キノリン - 4 - オン (ピロキロン)、5 - エチル - 5, 8 - ジ
 ヒドロ - 8 - オキソ [1, 3] ジオキソロ [4, 5 - g] キノリン - 7 - カル
 ボン酸 (オキサリニック酸)、(Z) - 2' - メチルアセトフェノン = 4,
 6 - ジメチルピリミジン - 2 - イルヒドラゾン - 4, 5, 6, 7 - テトラ
 クロロフタリド (フェリムゾン)、3 - (3, 5 - ジクロロフェニル) - N
 25 - イソプロピル - 2, 4 - ジオキソイミダゾリジン - 1 - カルボキサミ
 ド (イプロジオン) が挙げられる。これらのうちpKa 2 ~ 7 のものが特に
 好適に用いられる。

殺虫剤としては特に制限されないが、O, O - ジメチル - O - (3 - メ

チル - 4 - ニトロフェニル)チオホスフェート(MEP)、(2 - イソプロピ
 ル - 4 - メチルピリミジル - 6) - ジエチルチオホスフェート(ダイアジ
 ノン)、1 - ナフチル - N - メチルカルバマート(NAC)、O, O - ジエチ
 ル - O - (3 - オキソ - 2 - フェニル - 2 H - ピリダジン - 6 - イル)ホ
 5 スホロチオエート(ピリダフェンチオン)、O, O - ジメチル - O - 3, 5,
 6 - トリクロロ - 2 - ピリジルホスホロチオエート(クロルピリホスメ
 チル)、ジメチルジカルベトキシエチルジチオホスフェート(マラソン)、
 O, O - ジメチル - S - (N - メチルカルバモイルメチル)ジチオホスフ
 ェート(ジメトエート)、O, O - ジプロピル - O - 4 - メチルチオフェ
 10 ニルホスフェート(プロバホス)、O, S - ジメチル - N - アセチルホス
 ホロアミドチオエート(アセフェート)、エチルパラニトロフェニルチオ
 ノベンゼンホスホナート(EPN)、2 - sec - ブチルフェニル - N - メチル
 カルバマート(BPMC)、2, 3 - ジヒドロ - 2, 2 - ジメチル - 7 - ベンゾ
 [b]フラニル = N - ジブチルアミノチオ - N - メチルカルバマート(カ
 15 ルボスルファン)、エチル = N - [2, 3 - ジヒドロ - 2, 2 - ジメチルベ
 ンゾフラン - 7 - イルオキシカルボニル(メチル)アミノチオ] - N - イ
 ソプロピル - β - アラニナート(ベンフラカルブ)、(RS) - α - シアノ
 - 3 - フェノキシベンジル = (RS) - 2, 2 - ジクロロ - 1 - (4 - エト
 キシフェニル)シクロプロパンカルボキシラート(シクロプロトリン)、
 20 2 - (4 - エトキシフェニル) - 2 - メチルプロピル = 3 - フェノキシベ
 ンジル = エーテル(エトフェンブロックス)、1, 3 - ビス(カルバモイル
 チオ) - 2 - (N, N - ジメチルアミノ)プロパン塩酸塩(カルタップ)、5
 - ジメチルアミノ - 1, 2, 3 - トリチアンシュウ酸塩(チオシクラム)、
 S, S' - 2 - ジメチルアミノトリメチレン = ジ(ベンゼンチオスルホナ
 25 ート)(ベンスルタップ)、2 - tert - ブチルイミノ - 3 - イソプロピル
 - 5 - フェニル - 1, 3, 5, 6 - テトラヒドロ - 2 H - 1, 3, 5 - チア
 ジアジン - 4 - オン(ブプロフェジン)が挙げられる。これらのうちpKa
 2 ~ 7 のものが特に好適に用いられる。

上記所定pKaの酸性農薬活性成分を用いる場合、該成分のpKaは、例えば丸管（株）昭和33年1月20日発行、実験化学講座5（熱的測定および平衡）p469～p474に記載されている方法等で測定される。

本発明に用いられるカチオン界面活性剤については、特に制限されないが、好ましくはアミン塩系、ビリジニウム塩系、第四級アンモニウム塩系などのものが挙げられる。

アミン塩系カチオン界面活性剤の例としては、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩などが挙げられる。

10 ビリジニウム塩系カチオン界面活性剤の例としては、ラウリルビリジニウムクロライド、ミリスチルビリジニウムクロライド、セチルビリジニウムクロライドなどが挙げられる。

第四級アンモニウム塩系カチオン界面活性剤の例としては、アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジオレイルジメチルアンモニウムクロライド、ジココイルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジヒドロキシエチルメチルアンモニウムクロライド、オレイルビスポリオキシエチレンメチルアンモニウムクロライド、ステアリルヒドロキシエチルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、ラウロイルアミノプロピルジメチルエチルアンモニウムエトサルフェート、ラウロイルアミノプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムパークロレートなどが挙げられる。

カチオン界面活性剤として特に好適なものは、水中でゲル化するか、あるいは膨潤性を示すもの、例えばジアルキルジメチルアンモニウムクロライドであって、そのアルキル部分がC₈～C₂₂であるもの、中でも

ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジオレイルジメチルアンモニウムクロライド、ジココイルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライドなどである。これらの界面活性剤は単独で用いてもよいし、また、2種以上を組み合わせ用いて

5 もよい。

本発明に用いられる塩基性物質は、特に制限されないが、好ましくは1質量%水溶液あるいは1質量%水懸濁液としたときに、pHが7.5以上、中でも9~12であるものが好ましい。このようなものとしては、アルカリ金属やアルカリ土類金属の水酸化物、アルカリ金属塩やアルカリ土類金属塩、それを含む化学物質や鉱物類などが挙げられ、さらに具

10

体的には水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、酸化カルシウム、塩基性ホワイトカーボン、塩基性の酸性白土などが挙げられる。これら

15

の塩基性物質は単独で用いてもよいし、また、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

本発明の粒状農薬組成物には、必要に応じ農薬製剤に通常用いられる添加成分を含有させることができる。この添加成分としては、増量剤や補助成分などが用いられる。

増量剤としては、鉱物質担体などの固体担体や、水溶性塩等が用いられ、具体的にはクレー類、炭酸カルシウム、ペントナイト、タルク、珪藻土、酸性白土、けい砂、粒状炭酸カルシウム、ステアリン酸カルジウム、ホワイトカーボン、塩化カリウム、無水硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、尿素、硫酸アンモニウム等が挙げられる。これらは単独で用いてもよいし、また、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

20

補助成分としては、例えば粒状組成物を調製する際の結合剤、具体的にはカルボキシメチルセルロースナトリウム塩、デキストリン、水溶性デンプン、キサンタンガム、グアーガム、蔗糖、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウム、平均分子量6000~

25

20000のポリエチレングリコール、平均分子量10万～500万のポリエチレンオキサイドなどが挙げられる。また、酸性農薬活性成分及びカチオン界面活性剤を溶解させて担体に吸着させる際に用いる有機溶剤としては具体的には、アルキルナフタレン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドン、N-オクチルピロリドン、各種の多価アルコールなどが挙げられる。その他必要に応じ、安定剤、無機中空粒状体、プラスチック中空粒状体、植物細片等を用いてもよい。これらは単独で用いてもよいし、また、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

- 10 本発明の農薬粒状組成物中の各成分の組成割合については、通常、酸性農薬活性成分0.01～50質量%、カチオン界面活性剤0.1～20%、塩基性物質0.1～95質量%の範囲で選ばれるが、前記3成分の合計量が100%に達しない場合、残量は任意添加成分である。各成分の組成割合は、粒状農薬組成物の1質量%水懸濁液のpHが5以上、好ましくはpH7以上、より好ましくはpH7.5～11.5に調整されるように、特に粒状農薬組成物の1質量%水懸濁液のpH値が農薬活性成分のpKa値以上の値、中でもpKa値より2～6大きい範囲の値を示すように選ばれる。

- 20 増量剤や補助剤も含有させる場合には、その含有割合は組成物全量に対し、通常増量剤5～95質量%、補助剤0.1～30質量%の範囲で選ばれる。

本発明の粒状農薬組成物は、粒径0.01～5mm、好ましくは0.1～3mm又は直径0.1～10mm、好ましくは0.5～7mm、長さ0.3～30mm、好ましくは1.5～20mmの粒状物とするのがよい。

- 25 本発明の粒状農薬組成物は、圃場での処理後、粒が崩壊して粒の分割、分散等により粒の原型を留めないタイプ（崩壊型）であっても、また、崩壊せず、粒の原型を留めるタイプ（非崩壊型）であってもよいが、非崩壊型が好ましく、特に水中に投下してから15～30分経過後におい

ても崩壊が認められない、あるいはほとんど崩壊が認められず、粒の原型を留める非崩壊型が好ましい。

また、水面で拡散する崩壊型の水面浮遊粒剤中に、非崩壊型の本発明の粒状農薬組成物を配合し、農薬活性成分の溶出を徐放化した省力化農薬製剤とすることもできる。

また、本発明は、上記の粒状農薬組成物と、カチオン界面活性剤及び塩基性物質のいずれか一方もしくはそれらの両方を含有しない農薬粒状物とを1 : 9 ~ 9 : 1の質量比で混合してなる混合農薬粒剤組成物をも包含する。

10 本発明の粒状農薬組成物の製造方法については特に制限されないが、通常、以下に挙げるものが用いられる。

・全原料の混合物に適当量の水を加えて混練後、一定の大きさの穴を開けたスクリーンから押出し造粒し乾燥する方法。

15 ・酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤を有機溶剤に溶解し、塩基性の担体に吸着させるか、あるいは酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤を有機溶剤に溶解し、担体に吸着させ、次いで塩基性物質及び必要に応じ非徐放性農薬活性成分を被覆あるいは吸着させる方法。

20 ・これら前述の方法で得られた徐放性粒状農薬組成物と、非徐放性農薬活性成分、補助剤等を混合し、適当量の水を加えて混練後、徐放性粒状農薬組成物の粒径より目開き径の径の大きいスクリーンから押出造粒し乾燥する方法。

以下、本発明を実施例および試験例にて詳細に説明するが、本発明はこれらの例により何ら制限されるものではない。なお、各例において部は質量部を表わす。

25 実施例で用いた塩基性物質はいずれも1質量%水溶液、あるいは1質量%水懸濁液でpHが7.5以上のものである。

また、実施例1、3、5~8、10、12~25で用いたカチオン界面活性剤は、いずれも水中でゲル化するものである。

実施例 1

ベンスルフロンメチル (pKa5.03) 0.5 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステア
リルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレー
5 89.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、
バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒
し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロンメチルを 0.5 質
量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物
(1 質量%水懸濁液の pH8.28) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中
10 に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であ
った。

実施例 2

ピラソスルフロンエチル (pKa3.91) 0.5 部、クレー 10 部、水酸化
15 ナトリウム 0.2 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた
粉末とともに、ラウリルアミン塩酸塩 2 部、ポリビニルアルコール 5 部、
ナトリウムベントナイト 10.0 部、クレー 72.3 部を高速攪拌機中で
均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目
開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾
20 燥して、ピラソスルフロンエチルを 0.5 質量%含有する、直径 1.1 ~
1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH
10.51) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に
粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

25 実施例 3

一般式(I)でR¹がメトキシメチル基である化合物 (以下化合物 A と称
する。PKa5.75) 0.5 部、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライ
ド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、炭酸カルシウム 94.5 部を高速攪拌機中

で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1～1.3mm、長さ3～7mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH9.08）を得た。

- 5 得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例4

- 10 ペンスルフロンメチル（pKa5.03）0.3部、アジムスルフロン（pKa3.60）0.06部、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド5部、塩基性ホワイトカーボン5部、ポリアクリル酸ナトリウム2部、クレー87.64部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、ペンスルフロンメチルを0.3質量%、アジムスルフロンを0.06質量%含有する、直径1.1～1.3mm、長さ3～7mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH10.28）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20 実施例5

- 化合物A（pKa5.75）0.5部、α化でんぶん3部、炭酸カルシウム96.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する粒状農薬組成物を得た。この粒状農薬組成物20部と、実施例3の化合物Aを0.5質量%含有する粒状農薬組成物80部を混合機で混合し、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1～1.3mm、長さ3～7mmの混合粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH8.44）を得た。得られた粒状

農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例 6

- 5 化合物A (pKa5.75) 0.5部、 α 化でんぶん3部、炭酸カルシウム9
6.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バ
スケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、
造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する粒状
農薬組成物を得た。この粒状農薬組成物50部と、実施例3の化合物A
10 を0.5質量%含有する粒状農薬組成物50部を混合機で混合し、化
合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの混
合粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH8.90)を得た。得られた粒状
農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結
果、非崩壊型であった。

15

実施例 7

- 化合物A (pKa5.75) 0.5部、 α 化でんぶん3部、炭酸カルシウム9
6.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バ
スケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、
20 造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する粒状
農薬組成物を得た。この粒状農薬組成物80部と、実施例3の化合物A
0.5質量%を含有する粒状農薬組成物20部を混合機で混合し、化
合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの混
合粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH9.06)を得た。得られた粒状
25 農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結
果、非崩壊型であった。

実施例 8

一般式(I)でR¹がエチル基である化合物（以下化合物Bと称する。

PKa6.17) 0.5部、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド5部、
塩基性ホワイトカーボン5部、ポリアクリル酸ナトリウム2部、クレ-
8 7.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、
5 バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒
し、造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Bを0.5質量%含有する、
直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁
液のpH10.41）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30
分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

10

実施例 9

ベンスルフロンメチル（pKa5.03）0.5部、セチルピリジニウムクロ
ライド10部、N-メチル-2-ピロリドン8部を混合し、ベンスルフ
ロンメチル溶液を得た。1%水懸濁液のpHが7~10である、粒度16
15 ~35メッシュ（1000~425μm）の塩基性の酸性白土81.5部に先に
調製したベンスルフロンメチル溶液を吸着させ、ベンスルフロンメチル
を0.5質量%含有する、粒径0.4~1.1mmの粒状農薬組成物（1質
量%水懸濁液のpH 7.69）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投
下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20

実施例 10

ポリビニルアルコール3部、炭酸カルシウム85.5部を高速攪拌機
中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用
い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静
25 置乾燥して、基剤を得た。これとは別に、フェントラザミド2部、塩基
性ホワイトカーボン2部を均一に混合してハンマーミルで粉碎し、フェ
ントラザミド含有粉末を得た。さらに、化合物A（pKa5.75）0.5部、
ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド2.0部、リン酸トリブチ

ル5部を混合し、化合物A溶液を得た。先に調製した基剤に、化合物A溶液を吸着させ、次いでフェントラザミド含有粉末で被覆し、化合物A 0.5質量%、フェントラザミド2質量%を含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH9.45）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例11

10 ペントキサゾン2.5部、炭酸カルシウム2部を均一に混合しハンマ
 ーミルで粉碎し、ペントキサゾン含有粉末を得た。イマゾスルフロ
 ン（pKa4.00）0.5部、セチルトリメチルアンモニウムクロライド5部、
 ジメチルスルホキシド5部、ジメチルナフタレン10部を混合し、イマ
 ゾスルフロロン溶液を得た。さらに、1%水懸濁液のpHが9~10であ
15 る、粒度12~42メッシュ（1400~355 μ m）の粒状ペントナイト75
 部に先に調製したイマゾスルフロロン溶液を吸着させ、次いでペントキサ
 ゾン含有粉末で被覆し、イマゾスルフロロン0.5質量%、ペントキサ
 ゾン2.5質量%を含有する、粒径0.3~1.5mmの粒状農薬組成物（1
 質量%水懸濁液のpH7.96）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投
 下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20

実施例12

 ベンスルフロロンメチル（pKa5.03）2部、ジステアрилジメチルアン
 モニウムクロライド4部、ポリビニルアルコール3部、塩基性ホワイ
 トカーボン2部、炭酸カルシウム15部を高速攪拌機中で均一に混合し、
25 適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径0.6mm
 のスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、直径0.
 5~0.7mm、長さ1~6mmのベンスルフロロンメチル含有基剤を得た。
 このベンスルフロロンメチル含有基剤とともに、酵素変性デキストリン2

- 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 5 部、ラウリル硫酸ナトリウム 2 部、水分を 85 質量%含有するプラスチック中空体 14 部、無水硫酸ナトリウム 62.9 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 5 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ペンスルフロンメチルを 0.5 質量%含有する、直径 3 ~ 7 mm、長さ 3 ~ 20 mm の粒状農薬組成物（1 質量%水懸濁液の pH8.85）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、直径 3 ~ 7 mm、長さ 3 ~ 20 mm の粒状農薬組成物は、水中に投入後直ちに崩壊したが、カチオン界面活性剤のジステアリルジメチルアンモニウムクロライドを含有する、直径 0.5 ~ 0.7 mm、長さ 1 ~ 6 mm のペンスルフロンメチル含有基剤は非崩壊型であった。

実施例 13

- 15 化合物 B（pKa6.17）1 部、ジオレイルジメチルアンモニウムクロライド 3 部、N - メチル - 2 - ピロリドン 5 部を混合し、化合物 B 溶液を得た。1 % 水懸濁液の pH が 7 ~ 10 である、粒度 16 ~ 35 メッシュ（1000 ~ 425 μ m）の塩基性の酸性白土 20 部に先に調製した化合物 B 溶液を吸着させ、粒径 0.4 ~ 1.1 mm の化合物 B 含有基剤を得た。この化合物 B 含有基剤とともに、化合物 B 1 部、ポリアクリル酸ナトリウム 0.5 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 5 部、ジオクチルスルホサクシナート 2 部、無機中空体 20 部、安息香酸ナトリウム 42.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 5 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 25 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 2 質量%含有する、直径 3 ~ 7 mm、長さ 3 ~ 20 mm の粒状農薬組成物（1 質量%水懸濁液の pH8.34）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、直径 3 ~ 7 mm、長さ 3 ~ 20 mm の粒状農薬組成物は、

水中に投入後直ちに崩壊したが、カチオン界面活性剤のジオレイルジメチルアンモニウムクロライドを含有する、粒径0.4～1.1 mmの化合物B含有基剤は非崩壊型であった。

5 実施例 1 4

化合物A (pKa5.75) 0.5部、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド1部、 α 化でんぶん3部、炭酸カルシウム95.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2 mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃
10 で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1～1.3 mm、長さ3～7 mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH 8.44)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

15 実施例 1 5

化合物A (pKa5.75) 0.5部、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド3部、 α 化でんぶん3部、炭酸カルシウム93.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2 mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃
20 で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1～1.3 mm、長さ3～7 mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH8.68)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

25 実施例 1 6

化合物A (pKa5.75) 0.5部、炭酸カルシウム5部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド2部、 α 化でんぶん3部、クレー89.5部を

高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 A を 0.5 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH 8.51）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例 17

化合物 B (pKa6.17) 0.5 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレー 89.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH 8.93）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例 18

化合物 B (pKa6.17) 0.5 部、炭酸カルシウム 1 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、1 重量% 水懸濁液とした際の pH が 4.2 であるクレー 93.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH4.28）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非

崩壊型であった。

実施例 19

化合物 B (pKa6.17) 0.5 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、1 重量%水懸濁液とした際の pH が 4.2 であるクレ-89.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH 5.81) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

15 実施例 20

化合物 B (pKa6.17) 0.5 部、炭酸カルシウム 10 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレ-84.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH 8.62) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

25

実施例 21

化合物 A (pKa5.75) 0.5 部、炭酸カルシウム 1 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジラウリルジメチルア

ンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、1 重量%水懸濁液とした際の pH が 4.2 であるクレ- 9 3.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60°C で静置乾燥して、化合物 A を 0.5 質量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH 4.07) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

10 実施例 2 2

化合物 A (pKa 5.75) 0.5 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレ- 8 9.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60°C で静置乾燥して、化合物 A を 0.5 質量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH 8.51) を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20

実施例 2 3

トリシクラゾール (pKa 1.6) 2 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレ- 8 8 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60°C で静置乾燥して、トリシクラゾールを 2 質量%含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物 (1 質量%水懸濁液の pH

8.17)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

実施例 2 4

- 5 EDDP (pKa10.5) 2部、炭酸カルシウム5部、ホワイトカーボン1部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステアрилジメチルアンモニウムクロライド2部、 α 化でんぶん3部、クレー87部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60°Cで静置乾燥して、EDDPを2質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH 7.53)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。
- 10

15 実施例 2 5

- PHC (pKa11.5) 2部、炭酸カルシウム5部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、ジステアрилジメチルアンモニウムクロライド2部、 α 化でんぶん3部、クレー88部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60°Cで静置乾燥して、PHCを2質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH 8.86)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。
- 20

25

比較例 1

ベンスルフロンメチル0.5部、炭酸カルシウム10.0部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、アルキルベンゼ

- ンスルホン酸ナトリウム 2 部、 α 化でんぶん 3 部、クレ- 8 4.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロンメチル 0.5 質量% とアルキル
- 5 ベンゼンスルホン酸ナトリウム 2 質量% を含有する粒状農薬組成物 (1 質量% 水懸濁液の pH8.35) を得た。

比較例 2

- ピラソスルフロンエチル 0.5 部、パラフィン (融点 68 ~ 70 °C)
- 10 2 部、塩基性ホワイトカーボン 1 部を 80 °C で混合溶解し、室温に冷却後ハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん 3 部、ナトリウムベントナイト 2.5 部、タルク 68.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥
- 15 して、ピラソスルフロンエチルを 0.5 質量% 含有する粒状農薬組成物 (1 質量% 水懸濁液の pH9.35) を得た。

比較例 3

- ベンスルフロンメチル 0.5 部、ナトリウムベントナイト 1.5 部、活性炭 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん 3 部、タルク 76.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロンメチルを 0.5 質量% 含有する粒状農薬組成物 (1 質量%
- 25 水懸濁液の pH7.89) を得た。

比較例 4

ベンスルフロンメチル 0.5 部、N - メチル - 2 - ピロリドン 8 部を

混合し、ベンスルフロンメチル溶液を得た。1%水懸濁液のpHが7～10である、粒度16～35メッシュ（1000～425 μ m）の塩基性の酸性白土類天然基剤91.5部に先に調製したベンスルフロンメチル溶液を吸着させ、ベンスルフロンメチルを0.5質量%含有する粒状農薬組成物5（1質量%水懸濁液のpH8.39）を得た。

比較例 5

ベンスルフロンメチル0.5部、ダイムロン4.5部、ナトリウムペントナイト2.5部、 α 化でんぶん3部、タルク6.7部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、ベンスルフロンメチル0.5質量%、ダイムロン4.5質量%を含有する粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH9.12）を得た。

15 比較例 6

化合物A 0.5部、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム2部、 α 化でんぶん3部、炭酸カルシウム94.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH8.85）を得た。

比較例 7

ベンスルフロンメチル2部、ポリビニルアルコール3部、塩基性ホワイトカーボン2部、炭酸カルシウム1.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径0.6mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、ベンスルフロンメチル含有基剤を得た。得られたベンスルフロンメチル含

- 有基剤とともに、酵素変性デキストリン 2 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 5 部、ラウリル硫酸ナトリウム 2 部、水分を 85 部含有するプラスチック中空体 14 部、無水硫酸ナトリウム 66.9 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 5 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロンメチルを 0.5 質量%含有する粒状組成物（1 質量%水懸濁液の pH8.89）を得た。

比較例 8

- 10 化合物 B 2 部、ポリビニルアルコール 3 部、塩基性ホワイトカーボン 2 部、炭酸カルシウム 15 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 0.6 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロンメチル含有基剤を得た。得られたベンスルフロンメチル含有基剤とともに、
- 15 酵素変性デキストリン 2 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 5 部、ラウリル硫酸ナトリウム 2 部、水分を 85 部含有するプラスチック中空体 14 部、無水硫酸ナトリウム 66.9 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 5 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、
- 20 化合物 B を 2 質量%含有する粒状組成物（1 質量%水懸濁液の pH9.80）を得た。

比較例 9

- ベンスルフロンメチル（pKa5.03）0.5 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でん
- 25 ふん 3 部、クレー 91.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、ベンスルフロン

メチルを0.5質量%含有する、直径1.1~1.3 mm、長さ3~7 mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH9.01）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

5

比較例10

化合物A（pKa5.75）0.5部、炭酸カルシウム5部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん3部、クレ-91.5部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2 mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60°Cで静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1~1.3 mm、長さ3~7 mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH8.68）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

15

比較例1.1

化合物A（pKa5.75）0.5部、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド2部、 α 化でんぶん3部、1重量%水懸濁液とした際のpHが4.2であるクレ-94.5部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2 mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60°Cで静置乾燥して、化合物Aを0.5質量%含有する、直径1.1~1.3 mm、長さ3~7 mmの粒状農薬組成物（1質量%水懸濁液のpH4.54）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

25

比較例12

化合物B（pKa6.17）0.5部、炭酸カルシウム5部を均一に混合しハ

ンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん 3 部、クレー 9 1.5 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH8.72）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

比較例 1 3

10 化合物 B (pKa6.17) 0.5 部、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド 2 部、 α 化でんぶん 3 部、1 重量% 水懸濁液とした際の pH が 4.2 であるクレー 9 4.5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒
15 し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、化合物 B を 0.5 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH4.77）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20 比較例 1 4

トリシクラゾール (pKa1.6) 2 部、炭酸カルシウム 5 部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん 3 部、クレー 9 0 部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径 1.2 mm のスクリーンより押出造粒
25 し、造粒物を 60 °C で静置乾燥して、トリシクラゾールを 2 質量% 含有する、直径 1.1 ~ 1.3 mm、長さ 3 ~ 7 mm の粒状農薬組成物（1 質量% 水懸濁液の pH8.79）を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30 分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

比較例 1 5

EDDP (pKa10.5) 2部、炭酸カルシウム5部、ホワイトカーボン1部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん3部、クレ-89部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、EDDPを2質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH8.32)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

10

比較例 1 6

PHC (pKa11.5) 2部、炭酸カルシウム5部を均一に混合しハンマーミルで粉碎した。得られた粉末とともに、 α 化でんぶん3部、クレ-90部を高速攪拌機中で均一に混合し、適量の水を加えて混練後、バスケット型造粒機を用い目開き径1.2mmのスクリーンより押出造粒し、造粒物を60℃で静置乾燥して、PHCを2質量%含有する、直径1.1~1.3mm、長さ3~7mmの粒状農薬組成物(1質量%水懸濁液のpH9.27)を得た。得られた粒状農薬組成物を水中に投下し、30分後に粒の崩壊性の有無を観察した結果、非崩壊型であった。

20

試験例 1 (水中溶出試験)

内径15cmのガラス容器に3度硬水900mlを入れ水深5cmとした。これに実施例1、2、4、8~11、比較例1~7の各粒状農薬組成物を10アール当り1kg相当となるように添加した。処理1、3、7、21、35日後に採水し、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)分析により水中の活性成分濃度を測定し、粒状物中の全含有量に対する割合を水中溶出率として求めた。その結果を表1に示す。

25

表1より、各実施例の粒状農薬組成物は、その農薬活性成分である除

草剤のスルホニルウレア系化合物又はジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体又はその塩について、その水中溶出率が、処理1日後から35日後までのすべての試験において、比較例2及び3を除く比較例に対して低く推移していることから、徐放化されていることが分る。

- 5 また、比較例2及び3では、水中濃度は低いまま推移し、農薬活性成分の溶出は初期のごく一部だけにとどまり、継続しなかった。従って粒状農薬組成物中の農薬活性成分の多くが未利用のまま残存している点で、これらは明らかに劣る。

10

表 1

	農薬活性成分	水中溶出率 (%)				
		1日	3日	7日	21日	35日
実施例1	ベンスルフロンメチル	42	56	64	76	82
実施例2	ピラソスルフロンエチル	58	72	80	83	86
実施例4	ベンスルフロンメチル	49	61	69	79	86
	アジムスルフロン	62	68	76	83	89
実施例8	化合物B	25	32	40	45	50
実施例9	ベンスルフロンメチル	57	67	78	84	92
実施例10	化合物A	19	23	31	35	41
	フェントラザミド	32	78	97	100	100
実施例11	イマソスルフロン	56	72	77	86	89
	ベントキサゾン	4	9	12	12	18
比較例1	ベンスルフロンメチル	98	100	100	100	100
比較例2	ピラソスルフロンエチル	12	9	11	15	9
比較例3	ベンスルフロンメチル	4	0	3	0	0
比較例4	ベンスルフロンメチル	100	100	100	100	100
比較例5	ベンスルフロンメチル	97	100	100	100	100
	ダイムロン	27	51	68	82	94
比較例6	化合物A	100	100	100	100	100
比較例8	化合物B	99	100	100	100	100

試験例 2（水中溶出性：カチオン界面活性剤添加量の影響）

内径 15 cm のガラス容器に 3 度硬水 900 ml を入れ水深 5 cm とした。これに実施例 3、14、15、比較例 6 の各粒状農薬組成物を 10 アール当たり 1 kg 相当となるように添加した。処理 1、3、7、21、35 日後に採水し、HPLC 分析による水中の活性成分濃度を水中溶出率とした。その結果を表 2 に示す。

表 2 より、粒状農薬組成物中のカチオン界面活性剤の含有割合が多くなるに従い化合物 A の水中溶出率が抑制され、カチオン界面活性剤無添加の比較例 6 に対して低く推移することが分る。

表 2

	カチオン界面活性剤含有割合	水中溶出率 (%)				
		1日	3日	7日	21日	35日
実施例14	1%	33	48	56	67	71
実施例3	2%	24	31	42	46	50
実施例15	3%	12	18	22	29	33
比較例6	—	99	97	100	100	100

試験例 3（水中溶出性：徐放性の制御）

内径 15 cm のガラス容器に 3 度硬水 900 ml を入れ水深 5 cm とした。これに実施例 3、5、6、7、比較例 6 の各粒状農薬組成物を 10 アール当たり 1 kg 相当となるように添加した。処理 1、3、7、21、35 日後に採水し、HPLC 分析による水中の活性成分濃度を水中溶出率とした。その結果を表 3 に示す。

表 3 より、比較例の非徐放性粒状農薬組成物と比べ、実施例の粒状農薬組成物は、化合物 A の徐放性を制御しうることが分る。

表 3

	水中溶出率 (%)				
	1日	3日	7日	21日	35日
実施例 3	20	28	38	42	47
実施例 5	33	41	49	55	60
実施例 6	58	62	67	71	72
実施例 7	82	86	90	91	95
比較例 6	100	100	99	100	100

5 試験例 4 (水中溶出性)

縦 7.5 cm、横 3.5 cm のコンテナに 3 度硬水 9 L を入れ水深 5 cm とした。これに実施例 12、13、比較例 7、8 の粒状農薬組成物を 10 アール当り 0.25 kg 相当となるように施用処理した。処理 1、3、7、21、35 日後に採水し、HPLC 分析による水中の活性成分濃度を水中溶出率として求めた。その結果を表 4 に示す。

表 4 より、実施例では比較例と比べ水中濃度が低く推移し、農薬活性成分が徐放化されていることが分る。

表 4

	農薬活性成分	水中溶出率 (%)				
		1日	3日	7日	21日	35日
実施例 12	ベンスルフロンメチル	48	58	65	71	74
実施例 13	化合物 B	58	62	70	78	85
比較例 7	ベンスルフロンメチル	100	100	100	100	100
比較例 8	化合物 B	100	100	100	100	100

試験例 5 (生物効果試験：水稻)

100 cm²のプラスチックポットに水田土壌を充填し、入水、代掻きしたのち、タイヌビエ (*Echinochloa oryzoides*)、コナギ (*Monochoria vaginalis*) 及びホタルイ (*Scirpus juncooides*) の各種子を 0.5 cm の深さに播種した。さらに 2 葉期的水稻を移植深度 2 cm で 2 本移植し、水深 5 cm に湛水した。移植翌日に実施例 3、5、6、7、比較例 6 で得られた各粒状農薬組成物を、有効成分量が 5 g / 10 アールとなるように秤量し、プラスチックポットに均一に施用処理した。このプラスチックポットの植生を温室内で育成し、28 日後に以下の評価基準に従って除草効果及び薬害度を判定した。その結果を表 5 に示す。

表 5 より、実施例の粒状農薬組成物は、優れた除草効果を示し、水稻に対する薬害もほとんどないのに対し、比較例 6 では、水稻に対する薬害がかなり認められる。

除草効果 (生育抑制率) 及び薬害度の評価基準

15	5 :	90%以上
	4 以上 5 未満 :	70%以上 90%未満
	3 以上 4 未満 :	50%以上 70%未満
	2 以上 3 未満 :	30%以上 50%未満
	1 以上 2 未満 :	10%以上 30%未満
20	0 以上 1 未満 :	10%未満

表 5

	除草効果			被害
	タイヌビエ	コナギ	ホタルイ	水稻
実施例 3	4.5	5.0	5.0	0
実施例 5	5.0	5.0	5.0	0
実施例 6	5.0	5.0	5.0	0.5
実施例 7	5.0	5.0	5.0	0.5
比較例 6	5.0	5.0	5.0	1.5

5. 試験例 6 (生物効果試験: 残効性試験)

200 cm²のプラスチックポットに水田土壌を充填し、入水、代掻きしたのち水深 5 cm に湛水し、実施例 5、6、7、比較例 6 で得られた各粒状農薬組成物を、有効成分量が 2.5 g/10 アールとなるように秤量し施用処理した。処理直後から 1 日に 2 cm の割合で 3 日間、プラスチックポット底部より漏水させ、漏水後に水深が 5 cm となるようにプラスチックポット上部より入水する。処理後 0、20、40 日目に、タイヌビエ、コナギ、ホタルイの種子を播種し、播種後 30 日目に雑草の生育を観察した。除草効果の評価基準は試験例 5 のそれに従った。その結果を表 6 に示す。表 6 より、実施例の粒状農薬組成物は、比較例に比べ優れた残効性を示すことが分る。

表 6

	除草効果								
	タイヌビエ			コナギ			ホタルイ		
	0日	20日	40日	0日	20日	40日	0日	20日	40日
実施例5	4.3	4.5	4.0	4.7	4.9	4.5	4.7	4.9	4.8
実施例6	4.5	4.5	3.5	4.9	4.8	4.5	4.8	4.9	4.5
実施例7	4.8	4.5	3.7	4.9	4.3	3.5	4.9	4.8	4.5
比較例6	4.3	3.5	3.0	4.8	4.3	3.0	4.8	4.8	3.7

5 試験例 7 (水中溶出性)

内径 15 cm のガラス容器に 3 度硬水 900 ml を入れ水深 5 cm とした。これに実施例 1、16、17、比較例 9、10、12 の各粒状農薬組成物を 10 アール当り 1 kg 相当となるように添加し、実施例 23、24、25、比較例 14、15、16 の各粒状農薬組成物を 10 アール当り 3 kg 相当となるように添加した。処理 1、3、7、21、35 日後に採水し、HPLC 分析による水中の活性成分濃度を水中溶出率とした。その結果を表 7 に示す。

表 7 より、酸性農薬活性成分の pKa が 2 ～ 7 の場合は水中溶出率が抑制され、特にジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体である化合物 A、化合物 B の水中溶出率が強く抑制された。殺虫剤である実施例 25、殺菌剤である実施例 23 及び 24 についても水中溶出率を抑制する効果が認められた。

表 7

	活性成分	水中溶出率 (%)				
		1日	3日	7日	21日	35日
実施例23	トリシクラゾール	72	77	89	100	97
実施例1	ヘンズルフロンメチル	55	60	69	82	87
実施例16	化合物 A	15	30	32	48	53
実施例17	化合物 B	11	28	25	35	44
実施例24	EDDP	6	11	21	25	23
実施例25	PHC	64	70	69	75	74
比較例14	トリシクラゾール	100	100	100	94	98
比較例9	ヘンズルフロンメチル	92	99	100	100	100
比較例10	化合物 A	97	100	100	100	100
比較例12	化合物 B	100	99	100	98	100
比較例15	EDDP	18	31	48	41	37
比較例16	PHC	81	100	95	91	89

5 試験例 8 (水中溶出性)

内径 15 cm のガラス容器に 3 度硬水 900 ml を入れ水深 5 cm とした。これに実施例 18、19、20、21、22、比較例 11、13 の各粒状農薬組成物を 10 アール当り 1 kg 相当となるように添加した。処理 1、3、7、21、35 日後に採水し、HPLC 分析による水中の活性成分濃度を水中溶出率とした。その結果を表 8 に示す。

表 8 より、塩基性物質の含有量が高くなるほど水中溶出率が抑制され、1 重量%水懸濁液とした際の粒状農薬組成物 pH が、酸性農薬活性成分の pKa より高い場合には水中溶出率が抑制された。

表 8

	活性成分	水中溶出率 (%)				
		1日	3日	7日	21日	35日
実施例18	化合物 B	54	68	68	71	75
実施例19	化合物 B	42	59	55	61	65
実施例20	化合物 B	12	10	24	40	45
実施例21	化合物 A	39	54	47	52	75
実施例22	化合物 A	9	18	21	40	42
比較例13	化合物 B	82	87	95	100	98
比較例11	化合物 A	79	84	96	96	100

5 産業上の利用可能性

本発明の粒状農薬組成物は、簡便な方法で調製することができ、かつ農薬活性成分の溶出を適度に徐放化させ、それにより長期にわたり農薬活性成分の薬効を発揮させるとともに、環境中への農薬活性成分の放出速度を低減させることにより環境負荷を低減させ、農薬活性成分により引き起こされる薬害、例えば対象作物に対する薬害等を軽減又は防止するという顕著な効果を奏する。

請求の範囲

1. 酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤と塩基性物質とを含有することを特徴とする粒状農薬組成物。

5

2. 酸性農薬活性成分がpKa 2～7のものである請求の範囲第1項記載の粒状農薬組成物。

10

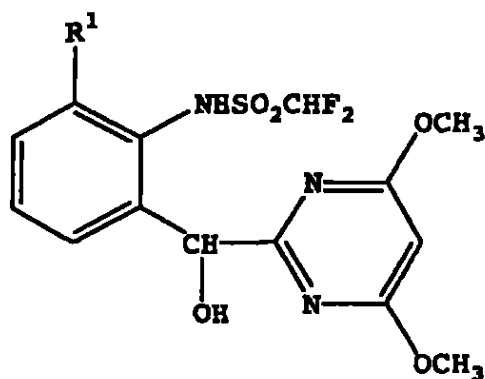
3. カチオン界面活性剤が水中でゲル化するか、あるいは膨潤性を示すものである請求の範囲第1項請求項1又は第2項記載の粒状農薬組成物。

15

4. 酸性農薬活性成分が除草剤である請求項1、2又は3記載の粒状農薬組成物。

5. 除草剤がスルホニルウレア系化合物である請求の範囲第4項記載の粒状農薬組成物。

6. 除草剤が一般式



20

(式中のR¹は水素原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基である)
で表されるジフルオロメタンスルホニルアニリド誘導体又はその塩であ

る請求の範囲第4項記載の粒状農薬組成物。

7. 1質量%水懸濁液とした際のpHが5以上である請求の範囲第1項ないし第6項のいずれかに記載の粒状農薬組成物。

5

8. 1質量%水懸濁液とした際のpHが農薬活性成分のpKa値以上である請求の範囲第1項ないし第7項のいずれかに記載の粒状農薬組成物。

9. 請求の範囲第1項ないし第8項のいずれかに記載の粒状農薬組成物と、カチオン界面活性剤及び塩基性物質のいずれか一方もしくはそれらの両方を含有しない農薬粒状物とを1:9～9:1の質量比で混合してなる混合農薬粒剤組成物。

10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/03542

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ A01N25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36

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)

Int.Cl⁷ A01N25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36

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

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*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 4-198106 A (Hokko Chemical Industry Co., Ltd.), 17 July, 1992 (17.07.92), Full text (Family: none)	1-3, 7-9
X Y	JP 8-175904 A (Takeda Chemical Industries, Ltd.), 09 July, 1996 (09.07.96), Full text (Family: none)	4, 5 6
Y	WO 00/06553 A1 (KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., IHARA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.), 10 February, 2000 (10.02.00), & EP 1101760 A1 & JP 2000-44546 A	6

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

20 May, 2003 (20.05.03)

Date of mailing of the international search report

03 June, 2003 (03.06.03),

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. A01N 25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36

B. 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))

Int. Cl. A01N 25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36

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

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 請求の範囲の 号
X	JP 4-198106 A (北興化学工業株式会社) 1992. 07. 17, 全文 (ファミリーなし)	1-3, 7-9
X	JP 8-175904 A (武田薬品工業株式会社) 1996. 07. 09, 全文 (ファミリーなし)	4, 5
Y		6

☒ 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」 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)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 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

「T」 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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 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

20. 05. 03

国際調査報告の発送日

03.06.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

穴吹 智子

4H

3235

電話番号 03-3581-1101 内線 3441

C (続き) 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 請求の範囲の番号
Y	WO.00/06553 A1 (KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., IHARA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) 2000.02.10 & EP 1101760 A1 & JP 2000-44546 A	6

(12) 許諾力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003 年 10 月 9 日 (09.10.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/082008 A1

- (51) 国際特許分類: A01N 25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/03542
- (22) 国際出願日: 2003 年 3 月 24 日 (24.03.2003)
- (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2002-97125 2002 年 3 月 29 日 (29.03.2002) JP
- (71) 出願人 (米國を除く全ての指定國について): クミアイ化学工業株式会社 (KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目 4 番 2 6 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (73) 発明者/出願人 (米國についてのみ): 尾崎 英介 (OZAKI, Eisuke) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目 4 番 2 6 号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP). 栗田 和典 (KURITA, Kazunori) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目 4 番 2 6 号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP). 大川 智生 (OHKAWA, Tetsuo) [JP/JP]; 〒110-8782 東京都台東区池之端一丁目 4 番 2 6 号 クミアイ化学工業株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 阿部 明, 外 (AGATA, Akira et al.); 〒105-0004 東京都港区新橋二丁目 1 2-6 地伝ビル 3 階 阿部特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定國 (國內): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定國 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SI, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ 特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
--- 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: GRANULAR AGRICULTURAL-CHEMICAL COMPOSITION

(54) 発明の名称: 粒状農薬組成物

WO 03/082008 A1

(57) Abstract: A granular agricultural-chemical composition which overcomes problems accompanying conventional granular agricultural-chemical compositions, can be prepared according to a simple formulation, and can gradually release the agricultural-chemical active ingredient. The composition hence imposes a reduced burden on the environment and is effective in alleviating or preventing the phytotoxicity of agricultural-chemical active ingredients. The herbicidal composition comprises an acidic agricultural-chemical active ingredient, a cationic surfactant, and a basic substance. In particular, the composition is regulated so that the 1 wt.% aqueous suspension thereof has a pH of 5 or higher. The acidic agricultural-chemical active ingredient preferably has a pK_a of 2 to 7. The cationic surfactant preferably is one which gels or swells in water.

(57) 要約: 従来の粒状農薬組成物に伴う問題を克服し、簡便な組成で調製することができ、農薬活性成分の徐放性が得られるので、環境負荷を低減し、農薬活性成分により引き起こされる被害を軽減又は防止しうる粒状農薬組成物を提供する。該粒状農薬組成物は、酸性農薬活性成分とカチオン界面活性剤と塩基性物質とを含有する。中でも 1 質量%水懸濁液とした際 pH が 5 以上のものとする。酸性農薬活性成分としては pK_a 2 ~ 7 のものが、カチオン界面活性剤としては水中でゲル化するか、あるいは膨潤性を示すものが好ましい。

DESCRIPTION

GRANULAR AGROCHEMICAL COMPOSITION

5 TECHNICAL FIELD

The invention relates to a granular agrochemical composition capable of alleviating or preventing chemical damages and decreasing environmental load along with capability of exhibiting efficacy over a long duration.

10

BACKGROUND ART

Conventionally, to alleviate chemical damages of granular agrochemical compositions containing agrochemically active ingredients and to retain the effectiveness, various methods for formulation capable of controlling dissolution of the agrochemically active ingredients have been studied. There have been proposed many methods including, for example, methods imparting sustained releasability by the addition of a paraffin wax, activated carbon, foamed granules and clay type minerals in combination (Japanese Patent Application Laid-Open Nos. 63-35504, 63-45201 and 2-288803), methods of blending dymron to alleviate chemical damages of sulfonylurea-based compounds (Japanese Patent Application Laid-Open Nos. 25 62-161702 and 3-72407).

However, such prior art methods for imparting sustained releasability are not necessarily effective and there are problems that the preparation methods of the granular agrochemical compositions are complicated: and that a large portion of the agrochemically active ingredient remained unutilized effectively in the granular agrochemical composition due to insufficient release of the agrochemical composition. In the case of the methods of adding other agrochemically active ingredients such as dymron for alleviate chemical damages of a certain agrochemically active ingredient, there is a problem that agrochemically active ingredients are released more than 35

needed to the environments, resulting in an increase in the load on the environments.

DISCLOSURE OF THE INVENTION

5 Under these circumstances, the invention has an object to overcome the problems of conventional granular agrochemical compositions and to provide a granular agrochemical composition which can be prepared in a simple formulation, capable of showing the efficacy of the
10 agrochemically active ingredients over a long time, decreasing the environmental load, and alleviating or preventing chemical damages caused by the agrochemically active ingredients.

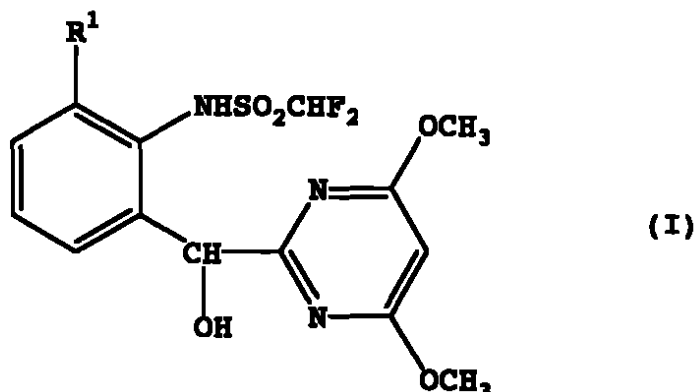
The inventors have conducted extensive investigations on a granular agrochemical composition, as a result,
15 to find that the above-mentioned problems can be solved by obtaining a composition by compounding an acidic agrochemically active ingredient with a cationic surfactant and a basic substance and have accomplished the
20 invention based on this finding.

That is, the invention provides the following compositions including:

- (1) a granular agrochemical composition characterized by containing an acidic agrochemically active ingredient, a
25 cationic surfactant and a basic substance;
- (2) a granular agrochemical composition described in (1) above, wherein the acidic agrochemically active ingredient has a pKa in the range of 2 to 7;
- (3) a granular agrochemical composition described in (1)
30 or (2) above, wherein the cationic surfactant causes gelation or shows swelling in water;
- (4) a granular agrochemical composition described in either one of (1), (2) or (3) above, wherein the acidic agrochemically active ingredient is a herbicide;
- 35 (5) a granular agrochemical composition described in (4) above, wherein the herbicide is a sulfonylurea-based compound;

(6) a granular agrochemical composition described in (4) above, wherein the herbicide is a difluoromethanesulfonyl-anilide derivative or a salt thereof expressed by the general formula (I):

5



(wherein R¹ is a hydrogen atom, alkyl group or alkoxyalkyl group);

10 (7) a granular agrochemical composition described in either one of (1) to (6) above, wherein a 1% by mass aqueous suspension thereof has a pH 5 or higher;

(8) a granular agrochemical composition described in either one of (1) to (7) above, wherein a 1% by mass
15 aqueous suspension thereof has a pH which is equal to or higher than the pK_a value of the agrochemically active ingredient; and

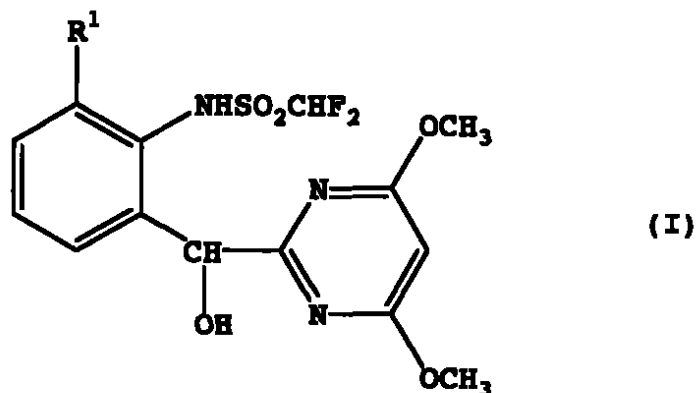
(9) a mixed granular agrochemical composition which is a blend of the granular agrochemical composition described
20 in either one of the descriptions (1) to (8) above and agrochemical granules without containing either one or both of the cationic surfactant and the basic substance in a ratio of from 1:9 to 9:1 by mass.

25 BEST MODE FOR CARRYING OUT THE INVENTION

The type of an acidic agrochemically active ingredient to be used for the granular agrochemical composition of the invention is not particularly limited, however, it is generally a herbicide, a plant growth
30 regulator, a fungicide, or an insecticide and specially,

those having a pKa in the range of 2 to 7 are preferable and geometrical isomers and optical isomers are also included.

The herbicide is not particularly limited and those having a pKa in the range of 2 to 7 are preferable and especially, those comprising mainly sulfonylurea-based compounds, or difluoromethanesulfonylanilide derivatives expressed by the general formula (I):



(wherein R¹ is a hydrogen atom, alkyl group or alkoxyalkyl group);

or salts thereof are further preferable.

Examples of the sulfonylurea-based compound include 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-[1-methyl-4-(2-methyl-2H-tetrazol-5-yl)pyrazol-5-ylsulfonyl]urea (Azimsulfuron), 1-(2-chloroimidazo[1,2-a]pyridin-3-ylsulfonyl)-3-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)urea (imazosulfuron), ethyl 5-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-1-methylpyrazole-4-carboxylate (pyrazosulfuron-ethyl), methyl α-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-o-toluate (bensulfuron-methyl), 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(2-ethoxyphenoxysulfonyl)urea (ethoxysulfuron), 1-[2-(cyclopropylcarbonyl)aniline-sulfonyl]-3-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)urea (cyclosulfamuron), 1-(4,6-dimethoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-3-[2-(2-methoxyethoxy)phenylsulfonyl]urea (cinosulfuron), methyl 3-(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-2-thenoate (thifensulfuron-methyl),

2-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-N,N -
dimethylnicotinamide (nicosulfuron), methyl 3-chloro-5-
(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-1-
methylpyrazole-4-carboxylate (halosulfuron-methyl), 1-
5 (4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-
pyridylsulfonyl)urea (flazasulfuron) and 1-(4,6-
dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-ethylsulfonyl-2-
pyridylsulfonyl)urea (rimsulfuron).

Examples of the difluoromethanesulfonylanilide
10 derivatives and salts thereof include compounds described
in Japanese Patent Application Laid-Open No. 2000-44546,
such as 2-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)hydroxymethyl]-N-
difluoromethanesulfonylanilide, 2-[(4,6-dimethoxy-
pyrimidin-2-yl)hydroxymethyl]-6-methoxymethyl-N-
15 difluoromethanesulfonylanilide and 2-[(4,6-
dimethoxypyrimidin-2-yl)hydroxymethyl]-6-ethyl-N-
difluoromethanesulfonylanilide.

Examples of other herbicides include S-ethyl 2-
methyl-4-chlorophenoxythioacetate (phenothiol), α -2-
20 naphthoxypropionanilide (naproanilide), methyl 5-(2,4-
dichlorophenoxy)-2-nitrobenzoate (bifenox), S-(4-
chlorobenzyl)-N,N-diethylthiocarbamate (benthiocarb), S-
benzyl 1,2-dimethylpropyl(ethyl)thiocarbamate (esprocarb),
S-ethyl hexahydro-1H-azepine-1-carbothioate (molinate),
25 S-1-methyl-1-phenylethyl piperidine-1-carbothioate
(dimepiperate), O-3-tert-butylphenyl 6-methoxy-2-
pyridyl(methyl)thiocarbamate (pyributicarb), 2-chloro-
2',6'-diethyl-N-(2-butoxymethyl)acetanilide (butachlor),
2-chloro-2',6'-diethyl-N-(2-propoxyethyl)acetanilide
30 (pretilachlor), (RS)-2-bromo-N-(α,α -dimethylbenzyl)-3,3-
dimethylbutylamide (bromobutide), 2-benzothiazol-2-yloxy-
N-methylacetanilide (mefenacet), 1-(α,α -dimethylbenzyl)-3-
(p-tolyl)urea (dymron), 2-methylthio-4,6-bis(ethylamino)-
s-triazine (simetryn), 2-methylthio-4,6-bis(isopropyl-
35 amino)-s-triazine (prometryn), 2-methylthio-4-ethylamino-
6-(1,2-dimethylpropylamino)-s-triazine (dimethametryn),
2,4-dichlorophenyl-3'-methoxy-4'-nitrophenyl ether

(chlometoxyfen), 5-tert-butyl-3-(2,4-dichloro-5-isopropoxyphenyl)-1,3,4-oxadiazol-2(3H)-one (oxadiazon), 4-(2,4-dichlorobenzoyl)-1,3-dimethyl-5-pyrazolyl-*p*-toluenesulfonate (pyrazolynate), 2-[4-(2,4-dichloro-
5 benzoyl)-1,3-dimethylpyrazol-5-yloxy]acetophenone (pyrazoxyfen), (RS)-2-(2,4-dichloro-*m*-tolylloxy)propionanilide (clomeprop), 2-[4-(2,4-dichloro-*m*-toluoyl)-1,3-dimethylpyrazol-5-yloxy]-4'-methylacetophenone (benzofenap), *S,S'*-dimethyl 2-difluoromethyl-4-isobutyl-6-
10 trifluoromethylpyridine-3,5-dicarbothioate (dithiopyr), 2-chloro-*N*-(3-methoxy-2-thenyl)-2',6'-dimethylacetanilide (thenylchlor), butyl (R)-2-[4-(4-cyano-2-fluorophenoxy)-phenoxy]propionate (cyhalofop-butyl), 3-[1-(3,5-dichlorophenyl)-1-methylethyl]-2,3-dihydro-6-methyl-5-
15 phenyl-4*H*-1,3-oxazin-4-one (oxadichlomefon), 3-(4-chloro-5-cyclopentyloxy-2-fluorophenyl)-5-isopropylidene-1,3-oxazolidine-2,4-dione (pentoxazone), 1-(diethylcarbamoyl)-3-(2,4,6-trimethylphenylsulfonyl)-1,2,4-triazole (cafenstrole) and methyl 2-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-
20 yl)oxy]-6-[(*E*)-1-(methoxyimino)ethyl]benzoate (pyriminobac-methyl).

The plant growth regulator is not particularly limited and examples thereof include 4'-chloro-2'-(α -hydroxybenzyl)isonicotinanilide (inabenfide), (2*RS*,3*RS*)-1-
25 (4-chlorophenyl)-4,4-dimethyl-2-(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)-pentan-3-ol (paclobutrazol), (*E*)-(*S*)-1-(4-chlorophenyl)-4,4-dimethyl-2-(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)pent-1-en-3-ol (uniconazole), calcium 3-oxido-5-oxo-4-propionylcyclohexa-3-enecarboxylate (prohexadione-calcium) and choline salt
30 of maleic hydrazide. Among these, those having a *pK*_a in the range of 2 to 7 are preferably used.

The fungicide is not particularly limited and examples thereof include *O,O*-diisopropyl *s*-benzyl thiophosphate (iprobenfos), 3'-isopropoxy-2-methylbenzanilide
35 (mepronil), α,α,α -trifluoro-3'-isopropoxy-*O*-toluanilide (fultolanil), 3,4,5,6-tetrachloro-*N*-(2,3-dichlorophenyl)-phthalamic acid (tecloftalam), 1-(4-chlorobenzyl)-1-

cyclopentyl-3-phenylurea (pencycuron), 6-(3,5-dichloro-4-methylphenyl)-3(2H)-pyridazinone (diclomezine), methyl N-(2-methoxyacetyl)-N-(2,6-xylyl)-DL-alaninate (metalaxyl), (E)-4-chloro- α,α,α -trifluoro-N-(1-imidazol-1-yl-2-propoxyethylidene)-o-toluidine (trifulmizole), kasugamycin, validamycin, 3-allyloxy-1,2-benzisothiazole 1,1-dioxide (probenazole), diisopropyl 1,3-dithiolan-2-ylidenemalonate (isoprothiolane), 5-methyl-1,2,4-triazolo[3,4-b]benzothiazole (tricyclazole), 1,2,5,6-tetrahydropyrrolo[3,2,1-ij]quinolin-4-one (pyroquilon), 5-ethyl-5,8-dihydro-8-oxo[1,3]dioxolo[4,5-g]quinoline-7-carboxylic acid (oxolinic acid), (Z)-2'-methylacetophenone 4,6-dimethylpyrimidin-2-ylhydrazone-4,5,6,7-tetrachlorophthalide (ferimzone) and 3-(3,5-dichlorophenyl)-N-isopropyl-2,4-dioxoimidazolidine-1-carboxamide (iprodione). Among these, those having a pKa in the range of 2 to 7 are preferably used.

The insecticide is not particularly limited and examples thereof include O,O-dimethyl O-(3-methyl-4-nitrophenyl)thiophosphate (MEP), (2-isopropyl-4-methylpyrimidin-6-yl)-diethylthiophosphate (diazinon), 1-naphthyl N-methylcarbamate (carbaryl), O,O-diethyl O-(3-oxo-2-phenyl-2H-pyridazin-6-yl) phosphorothioate (pyridaphenthion), O,O-dimethyl O-3,5,6-trichloro-2-pyridyl phosphorothioate (chlorpyrifos-methyl), dimethyl dicarbethoxyethyl dithiophosphate (malathion), O,O-dimethyl S-(N-methylcarbamoylmethyl) dithiophosphate (dimethoate), O,O-dipropyl O-4-methylthiophenyl phosphate (propaphos), O,S-dimethyl N-acetylphosphoroamidothioate (acephate), ethyl p-nitrophenyl thionobenzenephosphonate (EPN), 2-sec-butylphenyl N-methylcarbamate (BPMC), 2,3-dihydro-2,2-dimethyl-7-benzo[b]furanyl N-dibutylaminothio-N-methylcarbamate (carbosulfan), ethyl N-[2,3-dihydro-2,2-dimethylbenzofuran-7-yloxycarbonyl(methyl)aminothio]-N-isopropyl- β -alaninate (benfuracarb), (RS)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (RS)-2,2-dichloro-1-(4-ethoxyphenyl) cyclopropanecarboxylate (cycloprothrin), 2-(4-ethoxy-

phenyl)-2-methylpropyl 3-phenoxybenzyl ether (etofenprox),
1,3-bis(carbamoylthio)-2-(N,N-dimethylamino)propane
hydrochloride (cartap), 5-dimethylamino-1,2,3-trithiane
hydrogen oxalate (thiocyclam), S,S'-2-dimethylaminotri-
5 methylene di(benzenthiosulfonate) (bensultap) and 2-tert-
butylimino-3-isopropyl-5-phenyl-1,3,5,6-tetrahydro-2H-
1,3,5-thiadiazin-4-one (buprofezin). Among these, those
having a pKa in the range of 2 to 7 are preferably used.

In the case of using the above-described acidic
10 agrochemically active ingredient having the prescribed pKa,
the pKa of the ingredient can be measured by, for example,
a method described in "Jikken Kagaku Koza 5, (Thermal
measurement and Equilibrium)", Maruzene, p. 469-474, Jan.
20 (1958) and the like.

15 The cationic surfactant to be used in the invention
is not particularly limited and can be exemplified
preferably by those of amine salt type, pyridinium salt
type and quaternary ammonium salt type.

Examples of the amine salt type cationic surfactants
20 include laurylamine hydrochloride, stearylamine
hydrochloride, oleylamine acetate, stearylamine acetate
and stearylaminopropylamine acetate.

Examples of the pyridinium salt type cationic
surfactants include laurylpyridinium chloride,
25 myristylpyridinium chloride and cetylpyridinium chloride.

Examples of the quaternary ammonium salt type
cationic surfactants include alkyldimethylbenzylammonium
chloride, lauryltrimethylammonium chloride, cetyltri-
methylammonium chloride, stearyltrimethylammonium chloride,
30 dilauryldimethylammonium chloride, dioleyldimethylammonium
chloride, dicocoyldimethylammonium chloride, distearyl-
dimethylammonium chloride, lauryldi(hydroxyethyl)methyl-
ammonium chloride, oleylbis(polyoxyethylene)methylammonium
chloride, stearylhydroxyethyltrimethylammonium chloride,
35 lauryldimethylbenzylammonium chloride, lauroylaminopropyl-
dimethylethylammonium ethosulfate, and lauroylaminopropyl-
dimethylhydroxyethylammonium perchlorate.

Those particularly preferable as the cationic surfactant are compounds which are gelled or exhibit swellability in water such as dialkyldimethylammonium chloride, the alkyl part of which is C₈ to C₂₂, particularly, dilauryldimethylammonium chloride, dioleyldimethylammonium chloride, dicocoyldimethylammonium chloride and distearyldimethylammonium chloride. These surfactants may be used either singly or in combination of two kinds or more.

10 The basic substance to be used in the invention is not particularly limited, however preferable are those having a pH 7.5 or higher or, more preferably 9 to 12, in the case that they are in the form of 1% by mass aqueous solution or 1% by mass aqueous suspension. Examples of
15 the basic substances include hydroxides of alkali metals and alkaline earth metals, alkali metal salts, alkaline earth metal salts, and chemical substances and minerals containing them and more particular examples include sodium hydroxide, potassium hydroxide, sodium hydrogen
20 carbonate, sodium carbonate, calcium hydroxide, calcium carbonate, calcium oxide, basic fumed silica and basic acid clay. These basic substances may be used either singly or in combination of two kinds or more.

25 The granular agrochemical composition of the invention may contain additive components used usually in agrochemical preparations, based on the necessity. As the additive components, an extender or an auxiliary component may be used.

30 As the extender, a solid carrier such as a mineral carrier and a water-soluble salt may be used and particular examples thereof include clays, calcium carbonate, bentonite, talc, diatomaceous earth, acid clay, silica sand, granulated calcium carbonate, calcium stearate, fumed silica, potassium chloride, sodium sulfate
35 anhydride, potassium sulfate, urea, ammonium sulfate and the like. These may be used either singly or in combination of two kinds or more.

As the auxiliary component, for example, a binder for preparing the granular composition may be included and particular examples include carboxymethyl cellulose sodium salt, dextrin, water-soluble starch, xanthan gum, guar gum, sucrose, poly(vinylpyrrolidone), poly(vinyl alcohol), poly(sodium acrylate), polyethylene glycol having an average molecular weight of 6,000 to 20,000 and polyethylene oxide having an average molecular weight of 100,000 to 5,000,000. Particular examples of the organic solvent to be used at the time of dissolving the acidic agrochemically active ingredient and the cationic surfactant and adsorption thereof on a carrier include alkylnaphthalenes, dimethylformamide, dimethyl sulfoxide, N-methyl-2-pyrrolidone, N-octylpyrrolidone and various polyhydric alcohols. Besides, according to need, stabilizers, inorganic hollow granules, plastic hollow granules and plant segments may be used. These may be used either singly or as a combination of two kinds or more.

The composition ratios of the respective components of the agrochemical granular composition of the invention are selected in the ranges, usually, as an acidic agrochemically active ingredient 0.01 to 50% by mass, a cationic surfactant 0.1 to 20% by mass and a basic substance 0.1 to 95% by mass and when the total amount of the foregoing three components does not reach 100%, the balance is an optional additive component. The composition ratios of the respective components are selected so that a pH of a 1% by mass aqueous suspension of the granular agrochemical composition is adjusted to 5 or higher, preferably, 7 or higher or, further preferably, 7.5 to 11.5 and especially that a pH of a 1% by mass aqueous suspension of the granular agrochemical composition indicates a value higher than the pKa of the agrochemically active ingredient or, particularly, in the range larger than the pKa value by 2 to 6.

In the case that the extender and auxiliary agents

are contained, the contents in the total amount of the composition are generally selected in the ranges of 5 to 95% by mass for the extender and 0.1 to 30% by mass for the auxiliary agents.

5 The granular agrochemical composition of the invention is preferably to be a granular material having a particle diameter of 0.01 to 5 mm or, more preferably, 0.1 to 3 mm or having a diameter of 0.1 to 10 mm or, more preferably, 0.5 to 7 mm and a length of 0.3 to 30 mm or,
10 more preferably, 1.5 to 20 mm.

 While the granular agrochemical composition of the invention may be a type (a disintegration type) that granules are disintegrated and lose the master blend of granules by division or dispersion or may be a type (a
15 non-disintegration type) that the granules are not disintegrated and keep granular master blend of granules, after treatment in a field, the non-disintegration type is preferable and especially the non-disintegration type which keep the master blend of granules, in which
20 disintegration of the granules are not found or scarcely found even after 15 to 30 minutes from addition in water, is preferable.

 Further, the non-disintegration type granular agrochemical composition of the invention can be added to
25 disintegration type floating-in-water granules dispersing on water surface to obtain a saved agrochemical preparation having sustained releasability of dissolution of the agrochemically active ingredients.

 The invention also includes a mixed granular
30 agrochemical composition which is a blend of the above-mentioned granular agrochemical composition and agrochemical granules without containing either one or both of the cationic surfactant and the basic substance in a mass proportion of from 1:9 to 9:1.

35 A method for the preparation of the granular agrochemical composition of the invention is not particularly limited although, usually, the following

methods may be employed:

a method including steps of adding a suitable amount of water to a mixture of all of base materials, kneading the mixture, successively carrying out granulation by
5 extruding the mixture through a screen having an opening of a specified size, and drying the granules;

a method including steps of either dissolving an acidic agrochemically active ingredient and a cationic surfactant in an organic solvent and subjecting the
10 mixture to be adsorbed on a basic carrier, or dissolving an acidic agrochemically active ingredient and a cationic surfactant in an organic solvent, subjecting the mixture adsorbed on a carrier and then subjecting same to be coated or adsorbed with a basic substance and, according
15 to need, an agrochemically active ingredient having no sustained releasability; and

a method including steps of mixing the granular agrochemical composition having sustained releasability obtained by the above-mentioned methods, an agrochemically
20 active ingredient having no sustained releasability and auxiliary agents, kneading the mixture after addition of a suitable amount of water, carrying out granulation by extruding the mixture through a screen having mesh opening diameter larger than the particle diameter of the granules
25 of the agrochemical composition having sustained releasability and drying the granules.

Hereinafter, the invention will be described in details with reference to Examples and Test Examples but the invention should not be limited to these Examples.
30 Additionally, the term of parts in the respective Examples refers to parts by mass.

Each of the basic substances in Examples was used as a 1% by mass aqueous solution or 1% by mass aqueous suspension having a pH of 7.5 or higher.

35 Each of the cationic surfactants used in Examples 1, 3, 5 to 8, 10 and 12 to 25 caused gelation in water.

Example 1

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl (pKa 5.03) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 89.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.28). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 2

A 0.5 part portion of pyrazosulfuron-ethyl (pKa 3.91), 10 parts of clay and 0.2 part of sodium hydroxide were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of laurylamine hydrochloride, 5 parts of polyvinyl alcohol, 10.0 parts of sodium bentonite and 72.3 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of pyrazosulfuron-ethyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 10.51). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30

minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 3

5 A 0.5 part portion of the compound of the general formula (I) in which R¹ was a methoxymethyl group (hereinafter, referred to as Compound A, pKa 5.75), 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 94.5 parts of calcium carbonate were uniformly
10 blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical
15 composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.08). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the
20 disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 4

 A 0.3 part portion of bensulfuron-methyl (pKa 5.03),
25 0.06 part of azimsulfuron (pKa 3.60), 5 parts of stearyltrimethylammonium chloride, 5 parts of basic fumed silica, 2 parts of sodium polyacrylate and 87.64 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water
30 followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.3% by
35 mass of bensulfuron-methyl and 0.06% by mass of azimsulfuron (pH of a 1% by mass aqueous suspension 10.28). The granular agrochemical composition thus obtained was

put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

5 **Example 5**

 A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 3 parts of α starch and 96.5 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by
10 extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A. A 20 parts portion of the granular
15 agrochemical composition and 80 parts of the granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A in Example 3 were blended by a blender to obtain a mixed granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and
20 containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.44). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration
25 type.

Example 6

 A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 3 parts of α starch and 96.5 parts of calcium carbonate were
30 uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular
35 agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A. A 50 parts portion of the granular agrochemical composition and 50 parts of the granular

agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A in Example 3 were blended by a blender to obtain a mixed granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.90). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 7

A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 3 parts of α starch and 96.5 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A. A 80 parts portion of the granular agrochemical composition and 20 parts of the granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A in Example 3 were blended by a blender to obtain a mixed granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.06). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 8

A 0.5 part portion of the compound of the general formula (I) in which R^1 was a ethyl group (hereinafter, referred to as Compound B, pKa 6.17), 5 parts of

dilauryldimethylammonium chloride, 5 parts of basic fumed silica, 2 parts of sodium polyacrylate and 87.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water
5 followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by
10 mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 10.41). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

15

Example 9

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl (pKa 5.03),
10 parts of cetylpyridinium chloride and 8 parts of N-methyl-2-pyrrolidone were blended to obtain a bensulfuron-
20 methyl solution. The bensulfuron-methyl solution prepared as above was added on 81.5 parts of basic acid clay, which had a particle size of 16 to 35 mesh (1000 to 425 µm) and gave a 1% by mass aqueous suspension having a pH of 7 to 10, to be adsorbed thereon for granulation to give
25 granules of the agrochemical composition having a particle diameter of 0.4 to 1.1 mm and containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 7.69). The granulated agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes
30 for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 10

A 3 parts portion of polyvinyl alcohol and 85.5
35 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a

basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a base. Separately, 2 parts of fentrazamide and 2 parts of basic fumed silica were
5 uniformly blended and crushed with a hammer mill to obtain fentrazamide-containing powder. A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 2.0 parts of dilauryldimethylammonium chloride and 5 parts of tributyl phosphate were blended to obtain a Compound A solution. The base
10 prepared as above was added to the Compound A solution to be adsorbed thereon for granulation and coated with the fentrazamide-containing powder to give granules of the agrochemical composition having a particle diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 2% by
15 mass of fentrazamide (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.45). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

20

Example 11

A 2.5 parts portion of pentoxazone and 2 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill to obtain pentoxazone-containing powder. A
25 0.5 part portion of imazosulfuron (pKa 4.00), 5 parts of cetyltrimethylammonium chloride, 5 parts of dimethyl sulfoxide and 10 parts of dimethyl naphthalene were blended to obtain an imazosulfuron solution. Further, the imazosulfuron solution prepared as above was added to 75
30 parts of granulated bentonite, which had a particle size of 12 to 42 mesh (1400 to 355 μ m) and gave a 1% by mass aqueous suspension having a pH of 9 to 10, to be adsorbed thereon for granulation and, then, coated with
35 pentoxazone-containing powder to give granules of the agrochemical composition having a particle diameter of 0.3 to 1.5 mm and containing 0.5% by mass of imazosulfuron and 2.5% by mass of pentoxazone (pH of a 1% by mass aqueous

suspension 7.96). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

5

Example 12

A 2 parts portion of bensulfuron-methyl (pKa 5.03), 4 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of polyvinyl alcohol, 2 parts of basic fumed silica and 15 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 0.6 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a bensulfuron-methyl containing base having a diameter of 0.5 to 0.7 mm and a length of 1 to 6 mm. Together with the bensulfuron-methyl containing base, 2 parts of enzyme modified dextrin, 5 parts of sodium alkyl naphthalenesulfonate, 2 parts of sodium lauryl sulfate, 14 parts of hollow plastic bodies containing 85% by mass of moisture and 62.9 parts of sodium sulfate anhydride were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 5 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 3 to 7 mm and a length of 3 to 20 mm and containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.85). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain results that the granular agrochemical composition having a diameter of 3 to 7 mm and a length of 3 to 20 mm disintegrated immediately after being put into water while the bensulfuron-methyl containing base having a diameter of 0.5 to 0.7 mm and a length of 1 to 6 mm and containing

distearyldimethylammonium chloride, which is a cationic surface active agent, was of a non-disintegration type.

Example 13

5 A 1 part portion of Compound B (pKa 6.17), 3 parts of dioleyldimethylammonium chloride and 5 parts of N-methyl-2-pyrrolidone were blended to obtain a Compound B solution. The Compound B solution prepared as above was added to 20 parts of basic acid clay, which had a particle
10 size of 16 to 35 mesh (1000 to 425 μ m) and gave a 1% aqueous suspension having a pH of 7 to 10, to be adsorbed thereon for granulation to give a Compound B containing base having a particle diameter of 0.4 to 1.1 mm. Together with the Compound B containing base, 1 part of
15 Compound B, 0.5 part of sodium polyacrylate, 5 parts of sodium alkylnaphthalenesulfonate, 2 parts of dioctyl sulfosuccinate, 20 parts of hollow inorganic bodies and 42.5 parts of sodium benzoate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a
20 suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 5 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 3 to 7 mm and a length of 3 to 20 mm
25 and containing 2% by mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.34). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain results that the granular agrochemical
30 composition having a diameter of 3 to 7 mm and a length of 3 to 20 mm disintegrated immediately after being put into water while the Compound B containing base having a particle diameter of 0.4 to 1.1 mm and containing dioleyldimethylammonium chloride, which is a cationic
35 surface active agent, was of a non-disintegration type.

Example 14

A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 1 part of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 95.5 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.44). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 15

A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 3 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 93.5 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.68). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 16

A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and

crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 89.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition
5 of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a
10 length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.51). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that
15 it was of a non-disintegration type.

Example 17

A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and
20 crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 89.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by
25 using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of
30 Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.93). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that
it was of a non-disintegration type.

35

Example 18

A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17) and 1

part of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 93.5 parts of clay, which gave a 1% by weight aqueous suspension having a pH of 4.2, were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 4.28). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 19

A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 89.5 parts of clay, which gave a 1% by weight aqueous suspension having a pH of 4.2, were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 5.81). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 20

A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17) and 10 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus
5 obtained, 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 84.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by
10 using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of
Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.62).
15 The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 21

A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75) and 1 part of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus
25 obtained, 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 93.5 parts of clay, which gave a 1% by weight aqueous suspension having a pH of 4.2, were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by
30 extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass
of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 4.07).
35 The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the

disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 22

5 A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75) and 5
parts of calcium carbonate were uniformly blended and
crushed with a hammer mill. Together with the powder thus
obtained, 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3
10 parts of α starch and 89.5 parts of clay were uniformly
blended in a high speed agitator and kneaded with addition
of a suitable amount of water followed by extrusion by
using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm
mesh opening and the granulated material was dried by
standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical
15 composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a
length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of
Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.51).
The granular agrochemical composition thus obtained was
put into water and observed after 30 minutes for the
20 disintegrability of the granules to obtain a result that
it was of a non-disintegration type.

Example 23

25 A 2 parts portion of tricyclazole (pKa 1.6) and 5
parts of calcium carbonate were uniformly blended and
crushed with a hammer mill. Together with the powder thus
obtained, 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3
parts of α starch and 88 parts of clay were uniformly
30 blended in a high speed agitator and kneaded with addition
of a suitable amount of water followed by extrusion by
using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm
mesh opening and the granulated material was dried by
standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical
composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a
35 length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of
tricyclazole (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.17).
The granular agrochemical composition thus obtained was

put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

5 **Example 24**

 A 2 parts portion of EDDP (pKa 10.5), 5 parts of calcium carbonate and 1 part of fumed silica were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of
10 distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 87 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening
15 and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of EDDP (pH of a 1% by mass aqueous suspension 7.53). The granular agrochemical composition
20 thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Example 25

25 A 2 parts portion of PHC (pKa 11.5) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 2 parts of distearyldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch and 88 parts of clay were uniformly blended in a
30 high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition
35 having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of PHC (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.86). The granular agrochemical

composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

5

Comparative Example 1

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl and 10.0 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus
10 obtained, 2 parts of sodium alkylbenzenesulfonate, 3 parts of α starch and 84.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh
15 opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl and 2% by mass of sodium alkylbenzenesulfonate (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.35).

20

Comparative Example 2

A 0.5 part portion of pyrazosulfuron-ethyl, 2 parts of paraffin (melting point 68 to 70 °C) and 1 part of basic fumed silica were blended under melting at 80 °C and,
25 after being cooled to room temperature, crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch, 25 parts of sodium bentonite and 68.5 parts of talc were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of
30 water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of pyrazosulfuron-ethyl (pH of a 1% by mass
35 aqueous suspension 9.35).

Comparative Example 3

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl, 15 parts of sodium bentonite and 5 parts of activated carbon were uniformly blended and crushed with a hammer mill.

- 5 Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 76.5 parts of talc were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh
10 opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 7.89).

15 **Comparative Example 4**

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl and 8 parts of N-methyl-2-pyrrolidone were blended to obtain a bensulfuron-methyl solution. The bensulfuron-methyl solution prepared as above was added on 91.5 parts of a
20 natural base of basic acid clays, which had a particle size of 16 to 35 mesh (1000 to 425 μ m) and gave a 1% aqueous suspension having a pH of 7 to 10, to be adsorbed thereon for granulation to give granules of the agrochemical composition containing 0.5% by mass of
25 bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.39).

Comparative Example 5

- A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl, 4.5 parts
30 of dymron, 25 parts of sodium bentonite, 3 parts of α starch and 67 parts of talc were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh
35 opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl and 4.5% by

mass of dymron (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.12).

Comparative Example 6

5 A 0.5 part portion of Compound A, 2 parts of sodium alkylbenzenesulfonate, 3 parts of α starch and 94.5 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-
10 type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.85).

15

Comparative Example 7

 A 2 parts portion of bensulfuron-methyl, 3 parts of polyvinyl alcohol, 2 parts of basic fumed silica and 15 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a
20 high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 0.6 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a bensulfuron-methyl containing base.
25 Together with the bensulfuron-methyl containing base thus obtained, 2 parts of enzyme modified dextrin, 5 parts of sodium alkyl naphthalenesulfonate, 2 parts of sodium lauryl sulfate, 14 parts of hollow plastic bodies containing 85 parts of moisture and 66.9 parts of sodium sulfate
30 anhydride were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 5 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a
35 granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.89).

Comparative Example 8

A 2 parts portion of Compound B, 3 parts of polyvinyl alcohol, 2 parts of basic fumed silica and 15 parts of calcium carbonate were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 0.6 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a bensulfuron-methyl containing base.

Together with the bensulfuron-methyl containing base thus obtained, 2 parts of enzyme modified dextrin, 5 parts of sodium alkyl naphthalenesulfonate, 2 parts of sodium lauryl sulfate, 14 parts of hollow plastic bodies containing 85 parts of moisture and 66.9 parts of sodium sulfate anhydride were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 5 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 2% by mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.80).

Comparative Example 9

A 0.5 part portion of bensulfuron-methyl (pKa 5.03) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 91.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition containing 0.5% by mass of bensulfuron-methyl (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.01). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30

minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 10

5 A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 91.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded
10 with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3
15 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.68). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that
20 it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 11

 A 0.5 part portion of Compound A (pKa 5.75), 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch
25 and 94.5 parts of clay, which gave a 1% by weight aqueous suspension having a pH of 4.2, were uniformly blended and crushed with a hammer mill. The powder thus obtained was uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by
30 extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass
35 of Compound A (pH of a 1% by mass aqueous suspension 4.54). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the

disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 12

5 A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 91.5 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded
10 with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3
15 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.72). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that
20 it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 13

 A 0.5 part portion of Compound B (pKa 6.17), 2 parts of dilauryldimethylammonium chloride, 3 parts of α starch
25 and 94.5 parts of clay, which gave a 1% by weight aqueous suspension having a pH of 4.2, were uniformly blended and crushed with a hammer mill. The powder thus obtained was uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by
30 extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 0.5% by mass
35 of Compound B (pH of a 1% by mass aqueous suspension 4.77). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the

disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 14

5 A 2 parts portion of tricyclazole (pKa 1.6) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 90 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded
10 with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3
15 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of tricyclazole (pH of a 1% by mass aqueous suspension 8.79). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that
20 it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 15

 A 2 parts portion of EDDP (pKa 10.5), 5 parts of calcium carbonate and 1 part of fumed silica were
25 uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 89 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition of a suitable amount of water followed by extrusion by using a
30 basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of EDDP (pH of a 1% by mass
35 aqueous suspension 8.32). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules

to obtain a result that it was of a non-disintegration type.

Comparative Example 16

5 A 2 parts portion of PHC (pKa 11.5) and 5 parts of calcium carbonate were uniformly blended and crushed with a hammer mill. Together with the powder thus obtained, 3 parts of α starch and 90 parts of clay were uniformly blended in a high speed agitator and kneaded with addition
10 of a suitable amount of water followed by extrusion by using a basket-type granulator through a screen of 1.2 mm mesh opening and the granulated material was dried by standing at 60 °C to obtain a granular agrochemical composition having a diameter of 1.1 to 1.3 mm and a
15 length of 3 to 7 mm and containing 2% by mass of PHC (pH of a 1% by mass aqueous suspension 9.27). The granular agrochemical composition thus obtained was put into water and observed after 30 minutes for the disintegrability of the granules to obtain a result that it was of a non-
20 disintegration type.

Test Example 1 (in-water dissolution test)

 Into a glass vessel having an inner diameter of 15 cm, 900 ml of hard water of degree 3 were taken to make up
25 a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 1, 2, 4 and 8-11 and Comparative Examples 1-7 was added thereto in such an amount as to correspond to 1 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, water was taken to determine the
30 concentration of the active ingredient in water by analyzing with the high-performance liquid chromatography (HPLC) thereby to obtain the proportion relative to the overall content in the granular material as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 1.

35 As is understood from Table 1, the granular agrochemical composition in each Example, with respect to the sulfonylurea-based compound or difluoromethanesul-

fonylanilide derivative or salt thereof as the herbicide, which was the active ingredient of the agrochemical, had the dissolution ratio in water moving low in all of the tests one day through 35 days after the treatment as

5 compared with the comparative examples excepting Comparative Examples 2 and 3.

In Comparative Examples 2 and 3, the in-water concentration moved low throughout indicating that dissolution of the agrochemically active ingredient was
10 limited to the very beginning stage not to be continued. Accordingly they were apparently inferior because a large portion of the agrochemically active ingredient in the granular agrochemical composition remained unutilized.

Table 1

	Agrochemically active ingredient	Dissolved ratio in water (%)				
		1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example 1	bensulfuron-methyl	42	56	64	76	82
Example 2	pyrazosulfuron-ethyl	58	72	80	83	86
Example 4	bensulfuron-methyl	49	61	69	79	86
	azimsulfuron	62	68	76	83	89
Example 8	Compound B	25	32	40	45	50
Example 9	bensulfuron-methyl	57	67	78	84	92
Example 10	Compound A	19	23	31	35	41
	fentrazamide	32	78	97	100	100
Example 11	imazosulfuron	56	72	77	86	89
	Pentoxazone	4	9	12	12	18
Comparative Example 1	bensulfuron-methyl	98	100	100	100	100
Comparative Example 2	pyrazosulfuron-ethyl	12	9	11	15	9
Comparative Example 3	bensulfuron-methyl	4	0	3	0	0
Comparative Example 4	bensulfuron-methyl	100	100	100	100	100
Comparative Example 5	bensulfuron-methyl	97	100	100	100	100
	dymron	27	51	68	82	94
Comparative Example 6	Compound A	100	100	100	100	100
Comparative Example 8	Compound B	99	100	100	100	100

Test Example 2 (in-water dissolution: influence of amount of cationic surfactant added)

Into a glass vessel having an inner diameter of 15 cm, 900 ml of hard water of degree 3 were taken to make up a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 3, 14 and 15 and Comparative Example 6 was added thereto in such an amount as to correspond to 1 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, water was taken to determine the concentration of the active ingredient in water by the HPLC analysis as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 2.

It is understood from Table 2 that, as the content of the cationic surfactant in the granular agrochemical composition was increased, the dissolved ratio in water of the compound A was reduced moving low as compared with Comparative Example 6 where no cationic surfactant was added.

20

Table 2

	Content of cationic surfactant	Dissolved ratio in water (%)				
		1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example 14	1%	33	48	56	67	71
Example 3	2%	24	31	42	46	50
Example 15	3%	12	18	22	29	33
Comparative Example 6	—	99	97	100	100	100

Test Example 3 (in-water dissolution: control of sustained releasability)

Into a glass vessel having an inner diameter of 15 cm, 900 ml of hard water of degree 3 were taken to make up a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 3, 5, 6 and 7 and Comparative

Example 6 was added thereto in such an amount as to correspond to 1 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, water was taken to determine the concentration of the active ingredient in water by the HPLC analysis as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 3.

It is understood from Table 3 that, as compared with the granular agrochemical composition of the Comparative Example without sustained releasability, the sustained releasability of the compound A could be controlled in the granular agrochemical compositions in the Examples.

Table 3

	Dissolved ratio in water (%)				
	1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example 3	20	28	38	42	47
Example 5	33	41	49	55	60
Example 6	58	62	67	71	72
Example 7	82	86	90	91	95
Comparative Example 6	100	100	99	100	100

Test Example 4 (in-water dissolution)

Into a 75 cm by 35 cm wide container, 9 liters of hard water of degree 3 were introduced to make up a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 12 and 13 and Comparative Examples 7 and 8 was applied for treatment in such an amount as to correspond to 0.25 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, the water was taken to determine the concentration of the active ingredient in water by the HPLC analysis as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 4.

As is understood from Table 4, the in-water concentration in Examples moved low as compared with the

Comparative Example indicating that the agrochemical active ingredient was imparted with sustained releasability.

5

Table 4

	Agrochemically active ingredient	Dissolved ratio in water (%)				
		1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example 12	bensulfuron-methyl	48	58	65	71	74
Example 13	Compound B	58	62	70	78	85
Comparative Example 7	bensulfuron-methyl	100	100	100	100	100
Comparative Example 8	Compound B	100	100	100	100	100

10 Test Example 5 (biological effectiveness test: paddy rice)

A 100 cm² wide plastic pot was filled with a paddy field soil and, after watering and shuffling, seeds of each of early watergrass (*Echinochloa oryzoides*), heartshape false pickerelweed (*Monochoria vaginalis*) and
 15 HOTARU-I (*Scirpus juncooides*) were sowed in a depth of 0.5 cm. Further, two paddy rice plants at the two-leaves stage were transplanted in a transplanting depth of 2 cm followed by pooling of water in a depth of 5 cm. On the next day of transplantation, each of the granular
 20 agrochemical compositions obtained in Examples 3, 5, 6 and 7 and Comparative Example 6 was evenly applied for treatment in an amount relative to the amount of the effective ingredient corresponding to 5 g/10 ares by weighing. The plants on these plastic pots were grown in
 25 a greenhouse and, after 28 days, evaluation was made by the following criteria for the herbicidal effects and the extent of chemical damages. The results are shown in Table 5.

It is noted from Table 5 that the granular agrochemical compositions of the Examples exhibited excellent herbicidal effects almost without chemical damages to the paddy rice while considerable chemical damages were found in Comparative Example 6 against paddy rice.

Evaluation criteria for herbicidal effects (growth suppression and chemical damages

- 10
- 5: 90 % or higher
- 4 or higher but lower than 5: 70 % or higher but lower than 90 %
- 3 or higher but lower than 4: 50 % or higher but lower than 70 %
- 15
- 2 or higher but lower than 3: 30 % or higher but lower than 50 %
- 1 or higher but lower than 2: 10 % or higher but lower than 30 %
- 0 or higher but lower than 1: 0 % or higher but lower than 10 %
- 20

Table 5

	Herbicidal effects			chemical damages
	early watergrass	heartshape false pickerel-weed	HOTARU-I	paddy rice
Example 3	4.5	5.0	5.0	0
Example 5	5.0	5.0	5.0	0
Example 6	5.0	5.0	5.0	0.5
Example 7	5.0	5.0	5.0	0.5
Comparative Example 6	5.0	5.0	5.0	1.5

Test Example 6 (biological effectiveness test: effect retention test)

A 200 cm² wide plastic pot filled with a paddy field soil was watered and the soil was shuffled followed by
5 introduction of water to give a water depth of 5 cm and one of the granular agrochemical compositions obtained in Examples 5, 6 and 7 and Comparative Example 6 was applied thereto by weighing in such an amount as to correspond to
10 2.5 g/10 ares relative to the amount of the effective ingredient. From just after this treatment, water leak was caused from the bottom of the plastic pot for 3 days at a rate of 2 cm per day and the water leak was followed by introduction of water from above the plastic pot to make up a water depth of 5 cm. On the 0th, 20th and 40th
15 days from the treatment, respective seeds of early watergrass, heartshape false pickerelweed and HOTARU-I were sowed and growth of the weeds was observed on the 30th day from sowing. The evaluation criteria of the herbicidal effects were in accordance with those in Test
20 Example 5. The results are shown in Table 6. It is understood from Table 6 that the granular agrochemical compositions in the Examples exhibited superior effect retention as compared with the Comparative Example.

Table 6

	Herbicidal effects								
	early watergrass			heartshape false pickerelweed			HOTARU-I		
	0 day	20 days	40 days	0 day	20 days	40 days	0 day	20 days	40 days
Exam-ple 5	4.3	4.5	4.0	4.7	4.9	4.5	4.7	4.9	4.8
Exam-ple 6	4.5	4.5	3.5	4.9	4.8	4.5	4.8	4.9	4.5
Exam-ple 7	4.8	4.5	3.7	4.9	4.3	3.5	4.9	4.8	4.5
Compar-ative Exam-ple 6	4.3	3.5	3.0	4.8	4.3	3.0	4.8	4.8	3.7

5 Test Example 7 (in-water dissolution)

Into a glass vessel having an inner diameter of 15 cm, 900 ml of hard water of degree 3 were taken to make up a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 1, 16 and 17 and Comparative Examples 9, 10 and 12 was added thereto in such an amount as to correspond to 1 kg per 10 ares and each of the granular agrochemical compositions of Examples 23, 24 and 25 and Comparative Examples 14, 15 and 16 was added thereto in such an amount as to correspond to 3 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, water was taken to determine the concentration of the active ingredient in water by the HPLC analysis as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 7.

Table 7 indicates that, when the pKa of the acidic agrochemically active ingredient was 2 to 7, the dissolved ratio in water of the compound A and compound B as a difluoromethane sulfonylanilide derivative in particular was strongly suppressed. An effect of suppressing

dissolved ratio in water was also noted in Example 25 for an insecticidal agent and in Examples 23 and 24 for a bactericidal agent.

5

Table 7

	Active ingredient	Dissolved ratio in water (%)				
		1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example23	tricyclazole	72	77	89	100	97
Example1	bensulfuron-methyl	55	60	69	82	87
Example16	Compound A	15	30	32	48	53
Example17	Compound B	11	28	25	35	44
Example24	EDDP	6	11	21	25	23
Example25	PHC	64	70	69	75	74
Comparative Example14	tricyclazole	100	100	100	94	98
Comparative Example9	bensulfuron-methyl	92	99	100	100	100
Comparative Example10	Compound A	97	100	100	100	100
Comparative Example12	Compound B	100	99	100	98	100
Comparative Example15	EDDP	18	31	48	41	37
Comparative Example16	PHC	81	100	95	91	89

Test Example 8 (in-water dissolution)

10 Into a glass vessel having an inner diameter of 15 cm, 900 ml of hard water of degree 3 were taken to make up a depth of 5 cm. Each of the granular agrochemical compositions of Examples 18, 19, 20, 21 and 22 and Comparative Examples 11 and 13 was added thereto in such
15 an amount as to correspond to 1 kg per 10 ares. After 1, 3, 7, 21 and 35 days from the treatment, water was taken to determine the concentration of the active ingredient in water by the HPLC analysis as the dissolved ratio in water. The results are shown in Table 8.

Table 8 indicates that the dissolved ratio in water was suppressed by increasing the content of the basic substance while the dissolved ratio in water was suppressed when the pH of the granular agrochemical composition as a 1% by weight aqueous suspension was higher than the pKa of the acidic agrochemically active ingredient.

Table 8

10

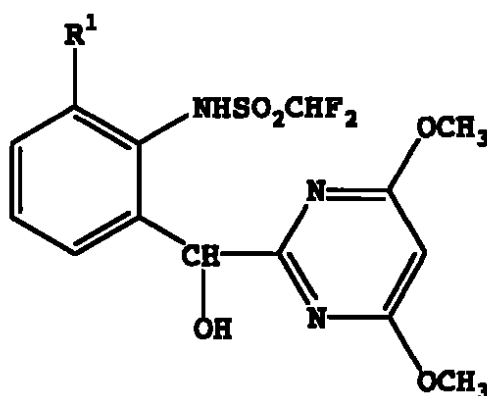
	Activate ingredient	Dissolved ratio in water (%)				
		1 day	3 days	7 days	21 days	35 days
Example 18	Compound B	54	68	68	71	75
Example 19	Compound B	42	59	55	61	65
Example 20	Compound B	12	10	24	40	45
Example 21	Compound A	39	54	47	52	75
Example 22	Compound A	9	18	21	40	42
Comparative Example 13	Compound B	82	87	95	100	96
Comparative Example 11	Compound A	79	84	96	96	100

Industrial Applicability

The granular agrochemical composition of the invention can be prepared in a simple formulation and can moderately impart sustained releasability to the dissolution of the agrochemically active ingredient, thereby, to exhibit the efficacy of the agrochemically ingredient over a long time and a remarkable effect can be obtained that, by decreasing the rate of release of the agrochemically ingredient into the environments, the load on the environments can be decreased and the chemical damages, such as the chemical damages against target crops, caused by the agrochemically active ingredient can be alleviated or prevented.

CLAIMS

1. A granular agrochemical composition characterized by containing an acidic agrochemically active ingredient, a
5 cationic surface-active agent and a basic substance.
2. The granular agrochemical composition described in claim 1, wherein the acidic agrochemically active ingredient has a pKa of 2 to 7.
- 10 3. The granular agrochemical composition described in claim 1 or 2, wherein the cationic surface-active agent causes gelation or shows swelling in water.
- 15 4. The granular agrochemical composition described in claim 1, 2 or 3, wherein the acidic agrochemically active ingredient is a herbicide.
- 20 5. The granular agrochemical composition described in claim 4, wherein the herbicide is a sulfonylurea-based compound.
6. The granular agrochemical composition described in claim 4, wherein the herbicide is a difluoromethane-sulfonylanilide derivative or a salt thereof expressed by
25 the general formula



(R¹ in the formula is a hydrogen atom, alkyl group or alkoxyalkyl group).

7. The granular agrochemical composition described in
5 either one of claims 1 to 6, wherein a 1% by mass aqueous
suspension thereof has a pH of 5 or higher.
8. The granular agrochemical composition described in
10 either one of claims 1 to 7, wherein a 1% by mass aqueous
suspension thereof has a pH which is equal to or higher
than the pKa value of the agrochemically active ingredient.
9. A mixed granular agrochemical composition which is a
15 blend of the granular agrochemical composition described
in either one of claims 1 to 8 and agrochemical granules
without containing either one or both of the cationic
surface active agent and the basic substance in a mass
proportion of from 1:9 to 9:1.

Abstract

Provided is a granular agrochemical composition by which the problems accompanying the prior art granular agrochemical compositions can be overcome, which can be prepared in a simple formulation and by which sustained releasability of the agrochemically active ingredient is obtained so that the load on the environments can be decreased and the chemical damages caused by the agrochemically active ingredient can be alleviated or prevented. The granular agrochemical composition contains an acidic agrochemically active ingredient, a cationic surfactant and a basic substance. Inter alia, a pH of 5 or higher is obtained in a 1% by mass aqueous suspension thereof. Preferably, the acidic agrochemically active ingredient should have a pKa of 2 to 7 and the cationic surfactant should be one which is gelled or exhibits swellability in water.

DESCRIPCIÓN

COMPOSICIÓN AGROQUÍMICA GRANULAR

CAMPO TÉCNICO

5 La invención se refiere a una composición agroquímica granular capaz de aliviar o prevenir los daños químicos y disminuir la carga ambiental junto con la capacidad de exhibir eficiencia durante una larga duración.

ANTECEDENTES

10 Convencionalmente, han sido estudiados para aliviar los daños químicos de las composiciones agroquímicas granulares que contienen ingredientes agroquímicamente activos y para retener la efectividad, diferentes métodos para una formulación capaz de controlar la disolución de los ingredientes agroquímicamente activos. Han sido propuestos muchos métodos que incluyen, por ejemplo, métodos
15 que proporcionan una liberación sostenida mediante la adición de una cera de parafina, carbón activado, gránulos espumados y minerales del tipo de las arcillas en combinación (Solicitudes de Patente Japonesas Dejadas-Abiertas Nos. 63-35504, 63-45201 y 2-288803), métodos de mezclado con dimron para aliviar los daños químicos de compuestos basados en sulfonilúrea (Solicitudes de Patente Japonesas
20 Dejadas-Abiertas Nos. 62-161702 y 3-72407).

 Sin embargo, tales métodos del estado de la técnica anterior para impartir liberación sostenida no son necesariamente efectivos y existen los problemas de que los métodos de preparación de las composiciones agroquímicas granulares sean
25 complicados: y que una gran porción del ingrediente agroquímicamente activo permanece sin utilizar efectivamente en la composición agroquímica granular debido

a una liberación insuficiente de la composición agroquímica. En el caso de los métodos de adición de otros ingredientes agroquímicamente activos tales como dimron para aliviar los daños químicos de un ingrediente agroquímicamente activo dado, existe un problema que los ingredientes agroquímicamente activos son liberados más de lo que se necesita a los ambientes, que resulta en un incremento de la carga sobre los ambientes.

REVELACIÓN DE LA INVENCION

Bajo estas circunstancias, la invención tiene como objetivo superar los problemas de las composiciones agroquímicas convencionales y proporcionar una composición agroquímica granular la cual pueda ser preparada en una formulación simple, capaz de mostrar la eficiencia de los ingredientes agroquímicamente activos durante largo tiempo, disminuir la carga ambiental, y aliviar o prevenir los daños químicos ocasionados por los ingredientes agroquímicamente activos.

Los inventores han conducido extensas investigaciones sobre una composición agroquímica granular, como un resultado, para encontrar que los problemas anteriormente mencionados pueden ser solucionados mediante la obtención de una composición por la combinación de un ingrediente agroquímicamente activo ácido con un surfactante catiónico y una sustancia básica y han llevado a cabo la invención basados en este hallazgo.

Esto es, la invención proporciona las siguientes composiciones que incluyen:

(1) una composición agroquímica granular caracterizada porque contiene un ingrediente agroquímicamente activo ácido, un surfactante catiónico y una sustancia básica;

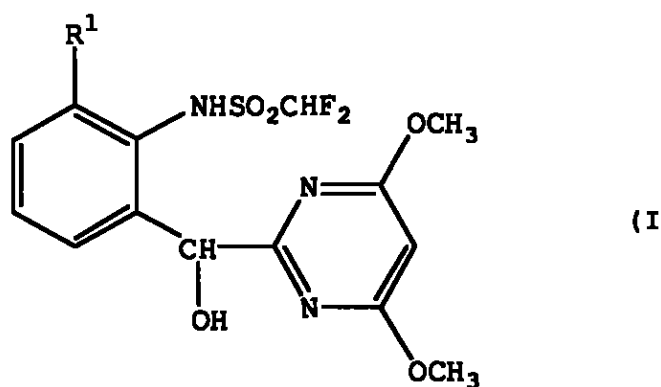
(2) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en (1), en donde el ingrediente agroquímicamente activo ácido tiene un pKa en el rango de 2 a 7;

5 (3) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en (1) ó (2), en donde el surfactante catiónico ocasiona gelificación o enseña hinchamiento en agua;

(4) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en cualquiera de los puntos (1), (2) ó (3), en donde el ingrediente agroquímicamente activo ácido es
10 un herbicida;

(5) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en (4), en donde el herbicida es un compuesto basado en sulfonilúrea;

15 (6) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en (4), en donde el herbicida es un derivado de difluorometansulfonilánilida o una sal de la misma expresado mediante la fórmula general (I):



20 (en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxialquilo);

(7) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en cualquiera de los puntos (1) a (6), en donde una suspensión acuosa del 1% en masa de la misma tiene un pH de 5 o mayor;

5 (8) una composición agroquímica granular descrita anteriormente en cualquiera de los puntos (1) a (7), en donde una suspensión acuosa del 1% en masa de la misma tiene un pH el cual es igual o mayor que el valor de pKa del ingrediente agroquímicamente activo; y

10 (9) una composición agroquímica granular mezclada, la cual es una mezcla de la composición agroquímica granular descrita anteriormente en cualquiera de las descripciones (1) a (8) y gránulos agroquímicos sin contener ya sea uno o ambos del surfactante catiónico y la sustancia básica en una relación que va desde 1:9 hasta 9:1 en masa.

15

MEJOR MODO DE REALIZACIÓN DE LA INVENCION

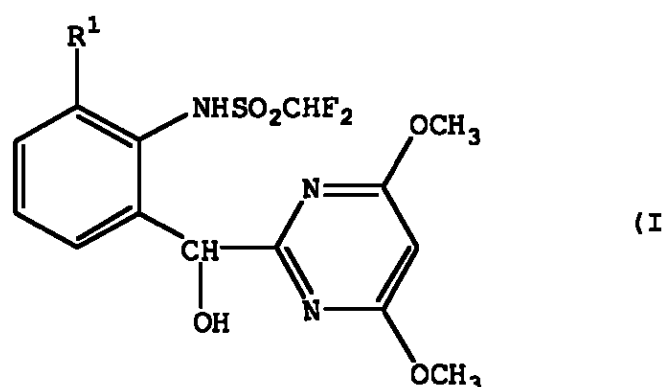
El tipo de ingrediente agroquímicamente activo ácido a ser utilizado para la composición agroquímica granular de la invención no está limitado particularmente, como quiera que, es generalmente un herbicida, un regulador de crecimiento de plantas, un fungicida, o un insecticida y especialmente, son preferibles aquellos que tienen un pKa en el rango de 2 a 7 y los isómeros geométricos y los isómeros ópticos también están incluidos.

20

El herbicida no está particularmente limitado y aquellos que tienen un pKa en el rango de 2 a 7 son preferibles y especialmente, aquellos que comprenden

25

principalmente compuestos basados en sulfonilúrea, o derivados de difluorometansulfonilánilida expresados por medio de la fórmula general (I):



(en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxialquilo);
o sales del mismo son adicionalmente preferibles.

Ejemplos del compuesto basado en sulfonilúrea incluyen 1-(4,6-
dimetoxipirimidin-2-il)-3-[1-metil-4-(2-metil-2H-tetrazol-5-il)pirazol-5-il]sulfonil]urea
(Azimsulfuron), 1-(2-cloroimidazo[1,2-a]piridin-3-il)sulfonil]-3-(4,6-dimetoxipirimidin-2-
il)urea (imazosulfuron), 5-(4,6-dimetoxipirimidin-2-ilcarbamoilsulfamoil)-1-metilpirazol-
4-carboxilato de etilo (pirazosulfuron-etilo), α -(4,6-dimetoxipirimidin-2-
ilcarbamoilsulfamoil)-o-tolueno de metilo (bensulfuron-metilo), 1-(4,6-dimetoxi-
pirimidon-2-il)-3-(2-etoxifenoxisulfonil)urea (etoxisulfuron), 1-[2-
(ciclopropilcarbonil)anilín-sulfonil]-3-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)urea (ciclosulfamuron),
1-(4,6-dimetoxi-1,3,5-triazin-2-il)-3-[2-(2-metoxietoxi)fenilsulfonil]urea (cinosulfuron),
3-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-ilcarbamoilsulfamoil)-2-tenoato de metilo
(tifensulfuron-metilo), 2-(4,6-dimetoxipirimidin-2-ilcarbamoilsulfamoil)-N,N-
dimetilnicotinamida (nicosulfuron), 3-cloro-5-(4,6-dimetoxipirimidin-2-
ilcarbamoilsulfamoil)-1-metilpirazol-4-carboxilato de metilo (halosulfuron-metilo), 1-

(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-3-(3-trifluorometil-2-piridilsulfonil)urea (flazasulfuron) y 1-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-3-(3-etilsulfonil-2-piridilsulfonil)urea (rimsulfuron).

Ejemplos de los derivados de difluorometansulfonilanilida y sales de los mismos incluyen los compuestos descritos en la Solicitud de Patente Japonesa Dejada-Abierta No. 2000-44546, tales como 2-[(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)hidroximetil]-N-difluorometansulfonilanilida, 2-[(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)hidroximetil]-6-metoximetil-N-difluorometansulfonilanilida y 2-[(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)hidroximetil]-6-etil-N-difluorometansulfonilanilida.

Ejemplos de otros herbicidas incluyen S-etil 2-metil-4-clorofenoxioacetato (fenotiol), α -2-naftoxipropionanilida (naproanilida), 5-(2,4-diclorofenoxi)-2-nitrobenzoato de metilo (bifenox), S-(4-clorobenzil)-N,N-dietiltiocarbamato (bentiocarb), S-bencil 1,2-dimetilpropil(etil)tiocarbamato (esprocarb), S-etil hexahidro-1H-azepin-1-carbotioato (molinato), S-1-metil-1-feniletil piperidin-1-carbotioato (dimepiperato), O-3-*terc*-butilfenil 6-metoxi-2-piridil(metil)tiocarbamato (piributicarb), 2-cloro-2',6'-dietil-N-(2-butoximetil)acetanilida (butaclor), 2-cloro-2',6'-dietil-N-(2-propoxietil)acetanilida (pretilaclor), (RS)-2-bromo-N-(α,α -dimetilbencil)-3,3-dimetilbutilamida (bromobutida), 2-benzotiazol-2-iloxi-N-metilacetanilida (mefenacet), 1-(α,α -dimetilbencil)-3-(*p*-tolil)urea (dimron), 2-metiltio-4,6-bis(etilamino)-s-triazina (simetrin), 2-metiltio-4,6-bis(isopropil-amino)-s-triazina (prometrin), 2-metiltio-4-etilamino-6-(1,2-dimetilpropilamino)-s-triazina (dimetametrin), 2,4-diclorofenil-3'-metoxi-4'-nitrofenil éter (clometoxifen), 5-*terc*-butil-3-(2,4-dicloro-5-isopropoxifenil)-1,3,4-oxadiazol-2(3H)-ona (oxadiazon), 4-(2,4-diclorobenzoil)-1,3-dimetil-5-pirazolil-*p*-toluensulfonato (pirazolinato), 2-[4-(2,4-dicloro-benzoil)-1,3-dimetilpirazol-5-iloxi]acetofenona (pirazoxifen), (RS)-2-(2,4-dicloro-*m*-toliloxi)propion-anilida

(clomeprop), 2-[4-(2,4-dicloro-*m*-toluol)-1,3-dimetilpirazol-5-iloxi]-4'-metilacetofenona (benzofenap), S,S'-dimetil 2-difluorometil-4-isobutil-6-trifluorometilpiridin-3,5-dicarbotoato (ditiopir), 2-cloro-N-(3-metoxi-2-tenil)-2',6'-dimetilacetanilida (tenilclor), (R)-2-[4-(4-ciano-2-fluorofenoxi)-fenoxi]propionato de butilo (cihalofop-butilo), 3-[1-(3,5-diclorofenil)-1-metiletil]-2,3-dihidro-6-metil-5-fenil-4H-1,3-oxazin-4-ona (oxadiclefona), 3-(4-cloro-5-ciclopentiloxi-2-fluorofenil)-5-isopropiliden-1,3-oxazolidin-2,4-diona (pentoxazona), 1-(dietilcarbamoil)-3-(2,4,6-trimetilfenilsulfonil)-1,2,4-triazol (cafenstrol) y 2-[(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)oxi]-6-[(E)-1-(metoxiimino)etil]benzoato de metil (piriminobac-metilo).

El regulador de crecimiento de plantas no está limitado particularmente y ejemplos del mismo incluyen 4'-cloro-2'-(α -hidroxibenzil)isonicotinanilida (inabenfida), (2RS,3RS)-1-(4-clorofenil)-4,4-dimetil-2-(1H-1,2,4-triazol-1-il)-pentan-3-ol (paclobutrazol), (E)-(S)-1-(4-clorofenil)-4,4-dimetil-2-(1H-1,2,4-triazol-1-il)pent-1-en-3-ol (uniconazol), 3-oxido-5-oxo-4-propionilciclohexa-3-encarboxilato de calcio (prohexadiona-calcio) y la sal colina de la hidrazida maléica. Entre estos, aquellos que tienen un pKa en el rango de 2 hasta 7 son preferiblemente utilizados.

El fungicida no está limitado particularmente y ejemplos del mismo incluyen O,O-diisopropil s-bencil tio-fosfato (iprobefos), 3'-isopropoxi-2-metilbenzanilida (mepronil), α,α,α -trifluoro-3'-isopropoxi-O-toluanilida (fultolanil), ácido 3,4,5,6-tetracloro-N-(2,3-diclorofenil)-ftalámico (tecloftalam), 1-(4-clorobencil)-1-ciclopentil-3-fenilurea (pencicuron), 6-(3,5-dicloro-4-metilfenil)-3(2H)-piridazinona (diclomezina), N-(2-metoxiacetil)-N-(2,6-xilil)-DL-alaninato de metilo (metalaxil), (E)-4-cloro- α,α,α -trifluoro-N-(1-imidazol-1-il-2-propoxietiliden)-o-toluidina (trifulmizole), kasugamicina, validamicina, 1,1-dioxido de 3-aliloxi-1,2-benzoisotiazol (probenazol), 1,3-ditiolan-2-

ilidenmalonato de diisopropilo (isoprotilano), 5-metil-1,2,4-triazolo[3,4-b]benzo-tiazol (triciclazol), 1,2,5,6-tetrahidropiroro[3,2,1-ij]quinolin-4-ona (piroquilon), ácido 5-etil-5,8-dihidro-8-oxo[1,3]dioxolo[4,5-g]quinolin-7-carboxílico (ácido oxollnico), (Z)-2'-metilacetofenona 4,6-dimetil-pirimidin-2-ilhidrazona-4,5,6,7-tetracloroftalida (ferimzona) y 3-(3,5-diclorofenil)-N-isopropil-2,4-dioxoimidazolidin-1-carboxamida (iprodiona). Entre estos, aquellos que tienen un pKa en el rango de 2 hasta 7 son preferiblemente utilizados.

El insecticida no está limitado particularmente y ejemplos del mismo incluyen O,O-dimetil O-(3-metil-4-nitrofenil)tiofosfato (MEP), (2-isopropil-4-metilpirimidin-6-il)-dietiltiofosfato (diazinon), 1-naftil N-metilcarbamato (carbaril), O,O-dietil O-(3-oxo-2-fenil-2H-piridazin-6-il) fosforotioato (piridafention), O,O-dimetil O-3,5,6-tricloro-2-piridil fosforotioato (clorpirifos-metilo), dicarbetoietil ditiofosfato de dimetilo (malation), O,O-dimetil S-(N-metilcarbamoilmetil) ditiofosfato (dimetoato), O,O-dipropil O-4-metiltiofenil fosfato (propafos), O,S-dimetil N-acetilfosforoamidotioato (acefato), p-nitrofenil tionobencenofosfonato de etilo (EPN), 2-sec-butilfenil N-metilcarbamato (BPMC), 2,3-dihidro-2,2-dimetil-7-benzo[b]furanil N-dibutilaminotio-N-metilcarbamato (carbosulfan), N-[2,3-dihidro-2,2-dimetilbenzofuran-7-iloxicarbonil(metil)aminotio]-N-isopropil-β-alaninato de etilo (benfuracarb), (RS)-α-ciano-3-fenoxibencil (RS)-2,2-dicloro-1-(4-etoxifenil) ciclopropancarboxylato (cicloprotrin), 2-(4-etoxi-fenil)-2-metilpropil 3-fenoxibencil éter (etofenprox), clorhidrato de 1,3-bis(carbamoiltio)-2-(N,N-dimetilamino)propano (cartap), hidrógeno oxalato de 5-dimetilamino-1,2,3-tritiano (tiociclam), S,S'-2-dimetilaminotri-metilen di(bencentiosulfonato) (bensultap) y 2-terc-butilimino-3-isopropil-5-fenil-1,3,5,6-tetrahidro-2H-1,3,5-tiadiazin-4-ona (buprofezin). Entre estos, aquellos que tienen un pKa en el rango de 2 hasta 7 son preferiblemente utilizados.

En el caso de emplear el ingrediente agroquímicamente activo ácido descrito anteriormente que tenga el pKa prescrito, el pKa del ingrediente puede ser medido mediante, por ejemplo, un método descrito en "Jikken Kagaku Koza 5, (Thermal measurement and Equilibrium)" (Medición Térmica y Equilibrio), Maruzene, p. 469-474, Enero. 20 (1958) y similares.

El surfactante catiónico a ser utilizado en la invención no está particularmente limitado y puede ser ejemplificado preferiblemente mediante aquellos del tipo sal de amina, tipo sal de piridinio y tipo sal de amonio cuaternario.

Ejemplos de los surfactantes catiónicos del tipo sal de amina incluyen clorhidrato de laurilamina, clorhidrato de estearilamina, acetato de oleilamina, acetato de estearilamina y acetato de estearilaminopropilamina.

Ejemplos de los surfactantes catiónicos del tipo sal de piridinio incluyen cloruro de laurilpiridinio, cloruro de miristilpiridinio y cloruro de cetilpiridinio.

Ejemplos de los surfactantes catiónicos del tipo sal de amonio cuaternario incluyen cloruro de alquildimetilbencilamonio, cloruro de lauriltrimetilamonio, cloruro de cetiltri-metilamonio, cloruro de esteariltrimetilamonio, cloruro de dilaurildimetilamonio, cloruro de dioleildimetilamonio, cloruro de dicocoildimetilamonio, cloruro de diestearil-dimetilamonio, cloruro de laurildi(hidroxietil)metil-amonio, cloruro de oleilbis(polioxietilen)metilamonio, cloruro de estearilhidroxietildimetilamonio, cloruro de laurildimetilbencilamonio, etosulfato de lauroilaminopropil-dimetiletilamonio, y perclorato de lauroilaminopropil-dimetilhidroxietilamonio.

Aquellos particularmente preferibles como surfactante catiónico son compuestos que están gelificados o que exhiben capacidad de hinchamiento en agua tales como cloruro de dialquildimetilamonio, del cual la parte alquilo es C_8 a C_{22} , particularmente, cloruro de dilaurildimetilamonio, cloruro de dioleildimetilamonio, cloruro de dicocoildimetilamonio y cloruro de diestearildimetilamonio. Estos surfactantes pueden ser empleados bien sea individualmente o en combinación de dos especies o más.

La sustancia básica a ser utilizada en la invención no está limitada particularmente, no obstante son preferibles aquellas que tengan un pH de 7.5 o mayor o, más preferiblemente de 9 a 12, en el caso de que estén en la forma de solución acuosa del 1% por masa o de suspensión acuosa del 1% por masa. Ejemplos de las sustancias básicas incluyen hidróxidos de metales alcalinos y de metales alcalinotérreos, sales de metales alcalinos, sales de metales alcalinotérreos, y sustancias químicas y minerales que los contienen y ejemplos más particulares incluyen hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de hidrógeno sódico, carbonato de sodio, hidróxido de calcio, carbonato de calcio, óxido de calcio, sílice básica ahumada y arcilla ácida básica. Estas sustancias básicas pueden ser utilizadas bien sea individualmente o en combinación de dos especies o más.

La composición agroquímica granular de la invención puede contener componentes aditivos comúnmente utilizados en preparaciones agroquímicas, con base en la necesidad. Como los componentes aditivos, un extensor o un componente auxiliar pueden ser utilizados.

Como el extensor, un portador sólido tal como un portador mineral y una sal soluble en agua pueden ser utilizados y ejemplos particulares de los mismos incluyen arcillas, carbonato de calcio, bentonita, talco, tierra de diatomáceas, arcilla ácida, sílice de arena, carbonato de calcio granulado, estearato de calcio, sílice ahumada, cloruro de potasio, sulfato de sodio anhidro, sulfato de potasio, urea, sulfato de amonio y similares. Estos pueden ser empleados bien sea individualmente o en combinación de dos especies o más.

Como el componente auxiliar, por ejemplo, puede ser incluido un enlazante para la preparación de composiciones granulares y ejemplos particulares incluyen sal de sodio de carboximetil celulosa, dextrina, almidón soluble en agua, goma xantano, goma guar, sucrosa, poli(vinilpirrolidona), poli(vinil alcohol), poliacrilato de sodio, polietilen glicol que tenga un peso molecular promedio de 6,000 a 20,000 y óxido de polietileno que tenga un peso molecular promedio de 100,000 a 5,000,000. Ejemplos particulares del solvente orgánico a ser utilizado en el momento de la disolución del ingrediente agroquímicamente activo ácido y el surfactante catiónico y la adsorción de los mismos sobre un portador, incluyen alquilnaftalenos, dimetilformamida, dimetil sulfóxido, N-metil-2-pirrolidona, N-octilpirrolidona y diferentes alcoholes polihídricos. Por otra parte, pueden ser utilizados de acuerdo con la necesidad, estabilizadores, gránulos inorgánicos huecos, gránulos plásticos huecos y segmentos de plantas. Estos pueden ser utilizados bien sea individualmente o como una combinación de dos especies o más.

Las relaciones de composición de los respectivos componentes de la composición agroquímica granular de la invención son seleccionadas en los rangos, usualmente, como un ingrediente agroquímicamente activo ácido de 0.01 hasta 50%

en masa, un surfactante catiónico de 0.1 hasta 20% en masa y una sustancia básica de 0.1 hasta 95% en masa y cuando la cantidad total de los tres componentes precedentes no alcanza el 100%, el balance se logra con un componente aditivo opcional. Las relaciones de composición de los componentes anteriores son seleccionadas de tal forma que el pH de una suspensión acuosa al 1% en masa de la composición agroquímica granular es ajustado hasta 5 o mayores, preferiblemente, 7 o mayores o, aún más preferiblemente, 7.5 hasta 11.5 y especialmente que el pH de una suspensión acuosa del 1% en masa de la composición agroquímica granular indique un valor mayor que el pKa del ingrediente agroquímicamente activo o, particularmente, en el rango más amplio que el valor de pKa sea 2 hasta 6.

En el caso de que el extensor y los agentes auxiliares se encuentren contenidos, los contenidos en la cantidad total de la composición son seleccionados generalmente en los rangos de 5 hasta 95% en masa para el extensor y de 0.1 hasta 30% en masa para los agentes auxiliares.

La composición agroquímica granular de la invención es preferiblemente un material granular que tiene un diámetro de partícula de 0.01 hasta 5 mm o, más preferiblemente, de 0.1 hasta 3 mm o que tenga un diámetro de 0.1 hasta 10 mm o, más preferiblemente, de 0.5 hasta 7 mm y una longitud de 0.3 hasta 30 mm o, más preferiblemente, de 1.5 hasta 20 mm.

Si bien la composición agroquímica granular de la invención puede ser de un tipo en el que los gránulos son desintegrados y pierden la mezcla maestra de los gránulos por división o dispersión (del tipo desintegración) o puede ser del tipo en el que los gránulos no son desintegrados y mantienen la mezcla maestra granular de

los gránulos (del tipo de no desintegración), después del tratamiento en un campo, es preferible el tipo de no desintegración y es especialmente preferible el tipo de no desintegración que mantiene la mezcla maestra de los gránulos, en la cual la desintegración de los gránulos no es encontrada o es escasamente encontrada inclusive después de 15 hasta 30 minutos de la adición de agua.

Adicionalmente, la composición agroquímica granular del tipo de no desintegración de la invención puede ser agregada a gránulos del tipo de desintegración que flotan en el agua dispersos en la superficie del agua con el fin de obtener una preparación agroquímica preservada que tenga liberación sostenida de disolución de los ingredientes agroquímicamente activos.

La invención también incluye una composición agroquímica granular mezclada la cual es una mezcla de la composición agroquímica granular anteriormente mencionada y gránulos agroquímicos que no contienen bien ya sea uno o ambos del surfactante catiónico y de la sustancia básica en una proporción en masa que va desde 1:9 hasta 9:1.

Un método para la preparación de la composición agroquímica granular de la invención no se encuentra particularmente limitada aunque, usualmente, los siguientes métodos pueden ser empleados:

Un método que incluye las etapas de adicionar una cantidad adecuada de agua a una mezcla de todos los materiales base, amasando la mezcla, llevando a cabo sucesivamente la granulación mediante extrusión de la mezcla a través de un tamiz que tienen una abertura de un tamaño específico, y secado de los gránulos;

Un método que incluye las etapas tanto de la disolución de un ingrediente agroquímicamente activo ácido y un surfactante catiónico en un solvente orgánico y el sometimiento de la mezcla a ser adsorbida a un portador básico, o la disolución de un ingrediente agroquímicamente activo ácido y de un surfactante catiónico en un solvente orgánico, el sometimiento de la mezcla adsorbida sobre un portador y posteriormente el sometimiento de la misma para ser recubierta o adsorbida con una sustancia básica y, de acuerdo con la necesidad, un ingrediente agroquímicamente activo que no tenga liberación sostenida; y

Un método que incluye las etapas de mezclar la composición agroquímica granular que tiene liberación sostenida obtenida por medio de los métodos anteriormente mencionados, un ingrediente agroquímicamente activo que no tiene liberación sostenida y agentes auxiliares, amasando la mezcla después de la adición de una cantidad adecuada de agua, llevando a cabo la granulación por medio de extrusión de la mezcla a través de un tamiz que tiene un diámetro de abertura de malla más grande que el diámetro de partícula de los gránulos de la composición agroquímica que tiene liberación sostenida y secado de los gránulos.

De aquí en adelante, la invención será descrita en detalles con referencia a los Ejemplos y Ejemplos de Prueba pero la invención no estará limitada a estos Ejemplos. Adicionalmente, el término de partes en los Ejemplos respectivos se refiere a partes en masa.

Cada una de las sustancias básicas en los Ejemplos fue utilizada como una solución acuosa del 1% en masa o una suspensión acuosa del 1% en masa que tienen un pH de 7.5 o mayores.

Cada uno de los surfactantes catiónicos utilizados en los Ejemplos 1, 3, 5 a 8, 10 y 12 a 25 ocasionaron gelificación en agua.

Ejemplo 1

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo (pKa 5.03) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 89.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tienen un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.28). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 2

Una porción de 0.5 partes de pirazosulfuron-etilo (pKa 3.91), 10 partes de arcilla y 0.2 partes de hidróxido de sodio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de clorhidrato de laurilamina, 5 partes de polivinil alcohol, 10.0 partes de bentonita de sodio y 72.3 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido

por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de pirazosulfuron-etilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 10.51). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 3

Una porción de 0.5 partes del compuesto de fórmula general (I) en el cual R¹ era un grupo metoximetilo (de aquí en adelante, referido como el Compuesto A, pKa 5.75), 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 94.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.08). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 4

Una porción de 0.3 partes de bensulfuron-metilo (pKa 5.03), 0.06 partes de azimsulfuron (pKa 3.60), 5 partes de cloruro de esteariltrimetilamonio, 5 partes de

sílice básica ahumada, 2 partes de poliacrilato de sodio y 87.64 partes de arcilla se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.3% en masa de bensulfuron-metilo y 0.06% en masa de azimsulfuron (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 10.28). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 5

Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 3 partes de almidón α y 96.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A. Una porción de 20 partes de la composición agroquímica granular y 80 partes de la composición agroquímica granular que contiene 0.5% en masa del Compuesto A del Ejemplo 3 se mezclaron por medio de un mezclador hasta obtener una composición agroquímica granular mezclada que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa del Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.44). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se

colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 6

5 Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 3 partes de almidón α y 96.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al
10 dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A. Una porción de 50 partes de la composición agroquímica granular y 50 partes de la composición agroquímica granular que contiene 0.5% en masa del Compuesto A del Ejemplo 3, se mezclaron por medio de un mezclador hasta obtener una composición agroquímica granular mezclada que
15 tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa del Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.90). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

20

Ejemplo 7

 Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 3 partes de almidón α y 96.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido
25 por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al

dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A. Una porción de 80 partes de la composición agroquímica granular y 20 partes de la composición agroquímica granular que contiene 0.5% en masa del Compuesto A del Ejemplo 3 se mezclaron por medio de un mezclador hasta obtener una composición agroquímica granular mezclada que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa del Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.06). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 8

Una porción de 0.5 partes del compuesto de fórmula general (I) en el cual R¹ era un grupo etilo (de aquí en adelante, referido como el Compuesto B, pKa 6.17), 5 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 5 partes de sílice básica ahumada, 2 partes de poliacrilato de sodio y 87.5 partes de arcilla se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 10.41). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 9

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo (pKa 5.03), 10 partes de cloruro de cetilpiridinio y 8 partes de N-metil-2-pirrolidona se mezclaron hasta obtener una solución de bensulfuron-metilo. La solución de bensulfuron-metilo preparada anteriormente fue agregada sobre 81.5 partes de arcilla ácida básica, la cual tenía un tamaño de partícula de malla 16 hasta 35 (1000 hasta 425 μ m) y proporcionó un 1% en masa de suspensión acuosa que tiene un pH de 7 hasta 10, para ser adsorbida en seguida para granulación para proporcionar gránulos de la composición agroquímica que tienen un diámetro de partícula de 0.4 hasta 1.1 mm y que contienen 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 7.69). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 10

Una porción de 3 partes de polivinil alcohol y 85.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una base. En forma separada, 2 partes de fentrazamida y 2 partes de sílice básica ahumada se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración hasta obtener un polvo que contiene fentrazamida. Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 2.0 partes de cloruro de dilauryldimetilamonio y 5 partes de fosfato de tributilo se mezclaron hasta obtener una solución del Compuesto A. La

base preparada anteriormente fue agregada a la solución del Compuesto A para ser adsorbida en seguida para granulación y recubierta con el polvo que contiene fentrazamida para proporcionar gránulos de la composición agroquímica que tienen un diámetro de partícula de 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contienen 2% en masa de fentrazamida (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.45). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 11

Una porción de 2.5 partes de pentoxazona y 2 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración hasta obtener un polvo que contiene pentoxazona. Una porción de 0.5 partes de imazosulfuron (pKa 4.00), 5 partes de cloruro de cetiltrimetilamonio, 5 partes de dimetil sulfóxido y 10 partes de dimetil naftaleno se mezclaron hasta obtener una solución de imazosulfuron. Adicionalmente, la solución de imazosulfuron preparada anteriormente fue agregada a 75 partes de bentonita granulada, la cual tenía un tamaño de partícula de malla 12 hasta 42 (1400 hasta 355 μ m) y proporcionó un de suspensión acuosa de 1% en masa, que tiene un pH de 9 hasta 10, para ser absorbida en seguida para granulación y, entonces, recubierta con el polvo que contiene pentoxazona para proporcionar gránulos de la composición agroquímica que tienen un diámetro de partícula desde 0.3 hasta 1.5 mm y que contienen 0.5% en masa de imazosulfuron y 2.5% en masa de pentoxazona (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 7.96) La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la

desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 12

Una porción de 2 partes de bensusfuron-metilo (pKa 5.03), 4 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de polivinil alcohol, 2 partes de sílice básica ahumada y 15 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 0.6 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una base que contiene bensusfuron-metilo que tiene un diámetro de 0.5 hasta 0.7 mm y una longitud de 1 hasta 6 mm. En forma conjunta con la base que contiene bensusfuron-metilo, 2 partes de enzima dextrina modificada, 5 partes de alquilnaftalensulfonato de sodio, 2 partes lauril sulfato de sodio, 14 partes de cuerpos plásticos ahuecados que contienen 85% en masa de humedad y 62.9 partes de sulfato de sodio anhidro se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 5 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro de 3 hasta 7 mm y una longitud de 3 hasta 20 mm y que contiene 0.5% en masa de bensusfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.85). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener los resultados de que la composición agroquímica granular que tiene un diámetro de 3 hasta 7 mm y una longitud de 3 hasta 20 mm se desintegraba inmediatamente después de haber sido

colocada en el agua mientras que la base que contiene bensulfuron-metilo que tiene un diámetro de 0.5 hasta 0.7 mm y una longitud de 1 hasta 6 mm y que contiene cloruro de diestearildimetilamonio, el cual es un agente activo de superficie catiónica, era de un tipo de no desintegración.

5

Ejemplo 13

Una porción de 1 parte de Compuesto B (pKa 6.17), 3 partes de cloruro de dioleildimetilamonio y 5 partes de N-metil-2-pirrolidona se mezclaron hasta obtener una solución del Compuesto B. La solución de Compuesto B preparada
10 anteriormente fue agregada sobre 20 partes de arcilla ácida básica, la cual tenía un tamaño de partícula de malla 16 hasta 35 (1000 hasta 425 μm) y proporcionó una suspensión acuosa de 1%, que tiene un pH de 7 hasta 10, para ser adsorbida en seguida para granulación para proporcionar una base que contienen Compuesto B que tiene un diámetro de partícula de 0.4 hasta 1.1 mm. En forma conjunta con la
15 base que contiene Compuesto B, 1 parte de Compuesto B, 0.5 partes de poliacrilato de sodio, 5 partes de alquilnaftalensulfonato de sodio, 2 partes de dioctil sulfosuccinato, 20 partes de cuerpos inorgánicos ahuecados y 42.5 partes de benzoato de sodio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión
20 por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 5 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro de 3 hasta 7 mm y una longitud de 3 hasta 20 mm y que contiene 2% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.34). La composición agroquímica
25 granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener los resultados de que

la composición agroquímica granular que tiene un diámetro de 3 hasta 7 mm y una longitud de 3 hasta 20 mm se desintegraba inmediatamente después de haber sido colocada en el agua mientras que la base que contiene Compuesto B que tiene un diámetro de 0.4 hasta 1.1 mm y que contiene cloruro de dioleildimetilamonio, el cual es un agente activo de superficie catiónica, era de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 14

Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 1 parte de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 95.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa del Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.44). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 15

Una porción de 0.5 partes del Compuesto A (pKa 5.75), 3 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 93.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de

5 malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa del Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.68). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 16

10 Una porción de 0.5 partes de Compuesto A (pKa 5.75) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 89.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.51). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 17

25 Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración.

Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 89.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.93). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 18

Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17) y 1 parte de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 93.5 partes de arcilla, lo que produjo una suspensión acuosa al 1% en peso que tiene un pH de 4.2, en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 4.28). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó

en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 19

Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 89.5 partes de arcilla, lo que produjo una suspensión acuosa al 1% en peso que tiene un pH de 4.2, en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 5.81). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 20

Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17) y 10 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 84.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un

granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.62). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 21

Una porción de 0.5 partes de Compuesto A (pKa 5.75) y 1 parte de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de dilauryldimetilamonio, 3 partes de almidón α y 93.5 partes de arcilla, lo que produjo una suspensión acuosa al 1% en peso que tiene un pH de 4.2, en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 4.07). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 22

Una porción de 0.5 partes de Compuesto A (pKa 5.75) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 89.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.51). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo 23

Una porción de 2 partes de triciclazol (pKa 1.6) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 88 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de triciclazol (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa

8.17). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

5 Ejemplo 24

Una porción de 2 partes de EDDP (pKa 10.5), 5 partes de carbonato de calcio y 1 parte de sílice ahumada se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 87 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de EDDP (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 7.53). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

20

Ejemplo 25

Una porción de 2 partes de PHC (pKa 11.5) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de cloruro de diestearildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 88 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido

25

por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de PHC (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.86). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 1

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo y 10.0 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 2 partes de alquilbencensulfonato de sodio, 3 partes de almidón α y 84.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de bensulfuron-metilo y 2% en masa de alquilbencensulfonato de sodio (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.35).

Ejemplo Comparativo 2

Una porción de 0.5 partes de pirazosulfuron-etilo, 2 partes de parafina (punto de fusión 68 a 70°C) y 1 parte de sílice básica ahumada se mezclaron bajo fusión a 80 °C y, después de haber sido enfriadas a temperatura ambiente, trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron

uniformemente 3 partes de almidón α , 25 partes de bentonita de sodio y 68.5 partes de talco en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de pirazosulfuron-etilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.35).

Ejemplo Comparativo 3

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo, 15 partes de bentonita de sodio y 5 partes de carbón activado se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 76.5 partes de talco en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 7.89).

Ejemplo Comparativo 4

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo y 8 partes de N-metil-2-pirrolidona se mezclaron hasta obtener una solución de bensulfuron-metilo. La solución de bensulfuron-metilo preparada anteriormente fue agregada sobre 91.5 partes de una base natural de arcillas ácida básicas, la cual tenía un tamaño de partícula de malla 16 hasta 35 (1000 hasta 425 μ m) y proporcionó una suspensión acuosa del 1% que tiene un pH desde 7 hasta 10, para ser adsorbido en seguida

para granulación para proporcionar gránulos de la composición agroquímica que contienen 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.39).

5 Ejemplo Comparativo 5

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo, 4.5 partes de dimron, 25 partes de bentonita de sodio, 3 partes de almidón α y 67 partes de talco se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de bensulfuron-metilo y 4.5% en masa de dimron (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.12).

15

Ejemplo Comparativo 6

Una porción de 0.5 partes de Compuesto A, 2 partes de alquilbencensulfonato de sodio, 3 partes de almidón α y 94.5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.85).

25

Ejemplo Comparativo 7

Una porción de 2 partes de bensulfuron-metilo, 3 partes de polivinil alcohol, 2 partes de sílice básica ahumada y 15 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 0.6 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una base que contiene bensulfuron-metilo. En forma conjunta con la base que contiene bensulfuron-metilo así obtenida, 2 partes de enzima dextrina modificada, 5 partes de alquilnaftalensulfonato de sodio, 2 partes lauril sulfato de sodio, 14 partes de cuerpos plásticos ahuecados que contienen 85 partes de humedad y 66.9 partes de sulfato de sodio anhidro se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 5 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.89).

Ejemplo Comparativo 8

Una porción de 2 partes de Compuesto B, 3 partes de polivinil alcohol, 2 partes de sílice básica ahumada y 15 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 0.6 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una base que contiene bensulfuron-metilo. En forma conjunta con la base que contiene

bensulfuron-metilo así obtenida, 2 partes de enzima dextrina modificada, 5 partes de alquilnaftalensulfonato de sodio, 2 partes lauril sulfato de sodio, 14 partes de cuerpos plásticos ahuecados que contienen 85 partes de humedad y 66.9 partes de sulfato de sodio anhidro se mezclaron uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 5 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene 2% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.80).

Ejemplo Comparativo 9

Una porción de 0.5 partes de bensulfuron-metilo (pKa 5.03) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 91.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que contiene un 0.5% en masa de bensulfuron-metilo (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.01). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 10

Una porción de 0.5 partes de Compuesto A (pKa 5.75) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 91.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.68). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 11

Una porción de 0.5 partes de Compuesto A (pKa 5.75), 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 94.5 partes de arcilla, que proporcionó una suspensión acuosa al 1% en peso que tiene un pH de 4.2, se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. El polvo obtenido de esta manera fue mezclado uniformemente en un agitador de alta velocidad y amasado con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto

A (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 4.54). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

5

Ejemplo Comparativo 12

Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 91.5 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.72). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

10

15

20

Ejemplo Comparativo 13

Una porción de 0.5 partes de Compuesto B (pKa 6.17), 2 partes de cloruro de dilaurildimetilamonio, 3 partes de almidón α y 94.5 partes de arcilla, que proporcionaron una suspensión acuosa al 1% en peso que tiene un pH de 4.2, se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. El polvo obtenido de esta manera fue mezclado uniformemente en un agitador de alta

25

velocidad y amasado con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 0.5% en masa de Compuesto B (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 4.77). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 14

Una porción de 2 partes de triciclazol (pKa 1.6) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 90 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de triciclazol (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.79). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 15

Una porción de 2 partes de EDDP (pKa 10.5), 5 partes de carbonato de calcio y 1 parte de sílice ahumada se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 89 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de EDDP (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 8.32). La composición agroquímica granular obtenida de esta forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

Ejemplo Comparativo 16

Una porción de 2 partes de PHC (pKa 11.5) y 5 partes de carbonato de calcio se mezclaron uniformemente y trituradas con un martillo de trituración. Junto con el polvo obtenido de esta manera, se mezclaron uniformemente 3 partes de almidón α y 90 partes de arcilla en un agitador de alta velocidad y amasadas con adición de una cantidad adecuada de agua seguido por la extrusión por medio del empleo de un granulador del tipo de canasta a través de un tamiz de abertura de malla de 1.2 mm y el material granulado fue secado al dejarlo a 60°C hasta obtener una composición agroquímica granular que tiene un diámetro desde 1.1 hasta 1.3 mm y una longitud de 3 hasta 7 mm y que contiene un 2% en masa de PHC (pH de una suspensión acuosa al 1% en masa 9.27). La composición agroquímica granular obtenida de esta

forma se colocó en agua y observada después de 30 minutos para la desintegrabilidad de los gránulos hasta obtener un resultado que fue de un tipo de no desintegración.

5 **Ejemplo de Prueba 1 (prueba de disolución en agua)**

Dentro de un recipiente de vidrio que tiene un diámetro interno de 15 cm, se tomaron 900 ml de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm. Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 1, 2, 4 y 8-11 y de los Ejemplos Comparativos 1-7 fueron adicionadas allí en una cantidad tal que correspondiera a 1 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en el agua por medio de análisis con cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC por su sigla en inglés) para de este modo obtener la proporción relativa con respecto al contenido total en el material granular como la relación disuelta en agua. Los resultados son enseñados en la Tabla 1.

Tal como se comprende a partir de la Tabla 1, la composición agroquímica granular en cada Ejemplo, con respecto al compuesto basado en sulfonilúrea o al derivado de difluorometansulfonilánilida o la sal de los mismos como el herbicida, el cual era el ingrediente activo del agroquímico, tenía la relación de disolución en agua de desplazamiento inferior en todas las pruebas en el día uno a lo largo de los 35 días después del tratamiento así comparada con los ejemplos comparativos con excepción de los Ejemplos Comparativos 2 y 3.

25 En los Ejemplos Comparativos 2 y 3, la concentración en agua se desplazó inferiormente desde el principio hasta el fin, que indica que la disolución del

ingrediente agroquímicamente activo fue limitada por la etapa del principio para no ser continuada. En consecuencia fueron aparentemente inferiores debido a la gran porción del ingrediente agroquímicamente activo que permaneció sin ser utilizado.

5

Tabla 1

	Ingrediente agroquímicamente activo	Relación disuelta en agua (%)				
		1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo 1	bensulfuron-metilo	42	56	64	76	82
Ejemplo 2	pirazosulfuron-etilo	58	72	80	83	86
Ejemplo 4	bensulfuron-metilo	49	61	69	79	86
	azimsulfuron	62	68	76	83	89
Ejemplo 8	Compuesto B	25	32	40	45	50
Ejemplo 9	Bensulfuron-metilo	57	67	78	84	92
Ejemplo 10	Compuesto A	19	23	31	35	41
	fentrazamida	32	78	97	100	100
Ejemplo 11	Imazosulfuron	56	72	77	86	89
	Pentoxazona	4	9	12	12	18
Ejemplo Comparativo 1	Bensulfuron-metilo	98	100	100	100	100
Ejemplo Comparativo 2	pirazosulfuron-etilo	12	9	11	15	9
Ejemplo Comparativo 3	Bensulfuron-metilo	4	0	3	0	0
Ejemplo Comparativo 4	Bensulfuron-metilo	100	100	100	100	100
Ejemplo Comparativo 5	Bensulfuron-metilo	97	100	100	100	100
	Dimron	27	51	68	82	94
Ejemplo Comparativo 6	Compuesto A	100	100	100	100	100
Ejemplo Comparativo 8	Compuesto B	99	100	100	100	100

Ejemplo de Prueba 2 (disolución en agua: influencia de la cantidad de surfactante catiónico agregada)

Dentro de un recipiente de vidrio que tiene un diámetro interno de 15 cm, se tomaron 900 ml de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm. Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 3, 14 y 15 y del Ejemplo Comparativo 6 fueron adicionadas allí en una cantidad tal que correspondiera a 1 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en el agua por medio del análisis de HPLC como la relación disuelta en agua. Los resultados son enseñados en la Tabla 2.

Se comprende a partir de la Tabla 2 que, a medida que el contenido del surfactante catiónico en la composición agroquímica granular era incrementada, la relación disuelta en agua del Compuesto A era reducida desplazándose hacia abajo si es comparada con el Ejemplo Comparativo 6 en donde no fue añadido surfactante catiónico.

Tabla 2

	Contenido de surfactante catiónico	Relación disuelta en agua (%)				
		1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo 14	1%	33	48	56	67	71
Ejemplo 3	2%	24	31	42	46	50
Ejemplo 15	3%	12	18	22	29	33
Ejemplo Comparativo 6	-	99	97	100	100	100

Ejemplo de Prueba 3 (disolución en agua: control de la liberación sostenida)

Dentro de un recipiente de vidrio que tiene un diámetro interno de 15 cm, se tomaron 900 ml de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm.

Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 3, 5, 6, y 7 y del Ejemplo Comparativo 6 fueron adicionadas allí en una cantidad tal que correspondiera a 1 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en el agua por medio del análisis de HPLC como la relación disuelta en agua. Los resultados son enseñados en la Tabla 3.

Se comprende a partir de la Tabla 3 que, al comparar con la composición agroquímica granular del Ejemplo Comparativo sin liberación sostenida, la liberación sostenida del Compuesto A puede ser controlada en las composiciones agroquímicas granulares en los Ejemplos.

Tabla 3

	Relación disuelta en agua (%)				
	1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo 3	20	28	38	42	47
Ejemplo 5	33	41	49	55	60
Ejemplo 6	58	62	67	71	72
Ejemplo 7	82	86	90	91	95
Ejemplo Comparativo 6	100	100	99	100	100

Ejemplo de Prueba 4 (disolución en agua)

Dentro de un contenedor ancho de 75 por 35 cm, fueron introducidos 9 litros de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm. Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 12 y 13 y de los Ejemplos Comparativos 7 y 8, fueron aplicados para tratamiento en una cantidad tal que correspondiera a 0.25 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en

el agua por medio del análisis de HPLC como la relación disuelta en agua. Los resultados son enseñados en la Tabla 4.

5 Tal como se comprende a partir de la Tabla 4, la concentración en agua en los Ejemplos se desplazó hacia abajo al ser comparada con el Ejemplo Comparativo, lo que indica que el ingrediente agroquímico activo fue liberado con liberación sostenida.

Tabla 4

	Ingrediente agroquímicamente activo	Relación disuelta en agua (%)				
		1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo 12	bensulfuron-metilo	48	58	65	71	74
Ejemplo 13	Compuesto B	58	62	70	78	85
Ejemplo Comparativo 7	bensulfuron-metilo	100	100	100	100	100
Ejemplo Comparativo 8	Compuesto B	100	100	100	100	100

10

Ejemplo de Prueba 5 (prueba de efectividad biológica: arroz de cultivo de inundación)

15 Una matera plástica ancha de 100 cm² fue llenado con un suelo de campo de cultivo de inundación y, después de irrigar y revolver, se sembraron semillas de cada una de mala hierba del agua tempranera (*Echinochloa oryzoides*), flor del agua falsa en forma de corazón (*Monochoria vaginalis*) y HOTARU-I (*Scirpus juncoides*) a una profundidad de 0.5 cm. Adicionalmente, dos plantas de arroz de cultivo de inundación en la etapa de dos hojas fueron transplantadas en una profundidad de transplante de 2 cm seguido por el encharcamiento de agua a una profundidad de 5 cm. En el día
20 siguiente al transplante, cada una de las composiciones agroquímicas granulares

obtenidas en los Ejemplos 3, 5, 6 y 7 y en el Ejemplo Comparativo 6 fue aplicada uniformemente para tratamiento en una cantidad relativa a la cantidad del ingrediente activo correspondiente a 5 g/10 áreas por peso. Las plantas en estas materas plásticas crecieron en un invernadero y, después de 28 días, fue realizada una
5 evaluación mediante los siguientes criterios para los efectos del herbicida y el grado de daños químicos. Los resultados son mostrados en la Tabla 5.

Se ha notado a partir de la Tabla 5 que las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos exhibieron excelentes efectos herbicidas casi sin daños
10 químicos al arroz de cultivo de inundación mientras que fueron encontrados daños químicos considerables en el Ejemplo Comparativo 6 en contra del arroz de cultivo de inundación.

15 **Criterios de Evaluación para los efectos herbicidas (supresión del crecimiento y daños químicos)**

5:	90 % o mayor
4 o mayor pero menor que 5:	70 % o mayor pero menor que 90 %
20 3 o mayor pero menor que 4:	50 % o mayor pero menor que 70 %
2 o mayor pero menor que 3:	30 % o mayor pero menor que 50 %
1 o mayor pero menor que 2:	10 % o mayor pero menor 25 que 30 %

0 o mayor pero menor que 1: 0 % o mayor pero menor
que 10 %

Tabla 5

	Efectos Herbicidas			Daños químicos
	mala hlerba del agua tempranera	flor del agua falsa en forma de corazón	HOTARU-I	arroz de cultivo de inundación
Ejemplo 3	4.5	5.0	5.0	0
Ejemplo 5	5.0	5.0	5.0	0
Ejemplo 6	5.0	5.0	5.0	0.5
Ejemplo 7	5.0	5.0	5.0	0.5
Ejemplo Comparativo 6	5.0	5.0	5.0	1.5

5

Ejemplo de Prueba 6 (prueba de efectividad biológica: prueba del efecto de retención)

10

15

20

Una matera plástica ancha de 200 cm² llenada con un suelo de campo de inundación fue irrigado y el suelo fue removido seguido por la introducción de agua para proporcionar una profundidad de agua de 5 cm y se aplicaron allí, una de las composiciones agroquímicas granulares obtenidas en los Ejemplos 5, 6 y 7 y en el Ejemplo Comparativo 6 por peso, en una cantidad tal que correspondiera a 2.5 g/10 áreas relativa a la cantidad del ingrediente activo. Desde justo después de este tratamiento, fue inducido un escape de agua desde el fondo de la matera plástica durante 3 días a una velocidad de 2 cm por día y el escape de agua fue seguido por la introducción de agua desde arriba de la matera plástica para conformar una profundidad de agua de 5 cm. En los días 0, 20 y 40 del tratamiento, fueron sembradas semillas respectivas de mala hierba del agua tempranera, flor del agua falsa en forma de corazón y HOTARU-I y el crecimiento de las semillas fue observado en el día 30 desde el sembrado. Los criterios de evaluación de los

efectos herbicidas estuvieron en concordancia con aquellos del Ejemplo de Prueba 5. Los resultados son enseñados en la Tabla 6. Se comprende a partir de la Tabla 6 que las composiciones agroquímicas granulares en los Ejemplos exhibieron un efecto de retención superior comparado con el del Ejemplo Comparativo.

5

Tabla 6

	Efectos Herbicidas								
	mala hierba del agua tempranera			flor del agua falsa en forma de corazón			HOTARU-I		
	0 día	20 días	40 días	0 día	20 días	40 días	0 día	20 días	40 días
Ejemplo 5	4.3	4.5	4.0	4.7	4.9	4.5	4.7	4.9	4.8
Ejemplo 6	4.5	4.5	3.5	4.9	4.8	4.5	4.8	4.9	4.5
Ejemplo 7	4.8	4.5	3.7	4.9	4.3	3.5	4.9	4.8	4.5
Ejemplo Comparativo 6	4.3	3.5	3.0	4.8	4.3	3.0	4.8	4.8	3.7

Ejemplo de Prueba 7 (disolución en agua)

Dentro de un recipiente de vidrio que tiene un diámetro interno de 15 cm, se tomaron 900 ml de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm. Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 1, 16 y 17 y de los Ejemplos Comparativos 9, 10 y 12 se agregaron allí en una cantidad tal que correspondiera a 1 kg por 10 áreas y cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 23, 24 y 25 y de los Ejemplos Comparativos 14, 15 y 16 se agregaron allí en una cantidad tal que correspondiera a 3 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en el agua por medio del análisis de HPLC como la relación disuelta en agua. Los resultados son enseñados en la Tabla 7.

10

15

La Tabla 7 indica que, cuando el pKa del ingrediente agroquímicamente activo ácido era de 2 hasta 7, la relación disuelta en agua del Compuesto A y del Compuesto B como un derivado de difluorometansulfonilánilida en particular fue fuertemente suprimida. Un efecto de la supresión de la relación disuelta en agua también se notó para un agente insecticida en el Ejemplo 25 y para un agente bactericida en los Ejemplos 23 y 24.

Tabla 7

	Ingrediente activo	Relación disuelta en agua (%)				
		1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo23	Triciclazol	72	77	89	100	97
Ejemplo1	bensulfuron-metilo	55	60	69	82	87
Ejemplo16	Compuesto A	15	30	32	48	53
Ejemplo17	Compuesto B	11	28	25	35	44
Ejemplo24	EDDP	6	11	21	25	23
Ejemplo25	PHC	64	70	69	75	74
Ejemplo Comparativo 14	Triciclazol	100	100	100	94	98
Ejemplo Comparativo 9	bensulfuron-metilo	92	99	100	100	100
Ejemplo Comparativo 10	Compuesto A	97	100	100	100	100
Ejemplo Comparativo 12	Compuesto B	100	99	100	98	100
Ejemplo Comparativo 15	EDDP	18	31	48	41	37
Ejemplo Comparativo 16	PHC	81	100	95	91	89

10 **Ejemplo de Prueba 8 (disolución en agua)**

Dentro de un recipiente de vidrio que tiene un diámetro interno de 15 cm, se tomaron 900 ml de agua dura de grado 3 para conformar una profundidad de 5 cm. Cada una de las composiciones agroquímicas granulares de los Ejemplos 18, 19, 20, 21 y 22 y de los Ejemplos Comparativos 11 y 13 se agregaron allí en una cantidad tal que correspondiera a 1 kg por 10 áreas. Después de 1, 3, 7, 21 y 35 días del

15

tratamiento, se tomó agua para determinar la concentración del ingrediente activo en el agua por medio del análisis de HPLC como la relación disuelta en agua. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

5 La Tabla 8 indica que la relación disuelta en agua fue suprimida mediante el incremento del contenido de la sustancia básica mientras que la relación disuelta en agua fue suprimida cuando el pH de la composición agroquímica granular como una suspensión acuosa del 1% en peso era mayor que el pKa del ingrediente agroquímicamente activo ácido.

10

Tabla 8

	Ingrediente activo	Relación disuelta en agua (%)				
		1 día	3 días	7 días	21 días	35 días
Ejemplo 18	Compuesto B	54	68	68	71	75
Ejemplo 19	Compuesto B	42	59	55	61	65
Ejemplo 20	Compuesto B	12	10	24	40	45
Ejemplo 21	Compuesto A	39	54	47	52	75
Ejemplo 22	Compuesto A	9	18	21	40	42
Ejemplo Comparativo 13	Compuesto B	82	87	95	100	96
Ejemplo Comparativo 11	Compuesto A	79	84	96	96	100

Aplicación Industrial

15 La composición agroquímica industrial de la invención puede ser preparada en una formulación simple y puede impartir moderadamente una liberación sostenida a la disolución del ingrediente agroquímicamente activo, y de este modo, exhibir la eficacia del ingrediente agroquímicamente activo durante un período prolongado de tiempo y un efecto notable puede ser obtenido ya que, mediante la disminución de la velocidad de liberación del ingrediente agroquímicamente activo en los ambientes, la

carga sobre los ambientes puede ser disminuida y los daños químicos, tales como los daños químicos contra los cultivos objetivo, ocasionados por el ingrediente agroquímicamente activo pueden ser mitigados o prevenidos.

REIVINDICACIONES

1. Una composición agroquímica granular caracterizada porque contiene un ingrediente agroquímicamente activo ácido, un agente activo de superficie catiónica y una sustancia básica.

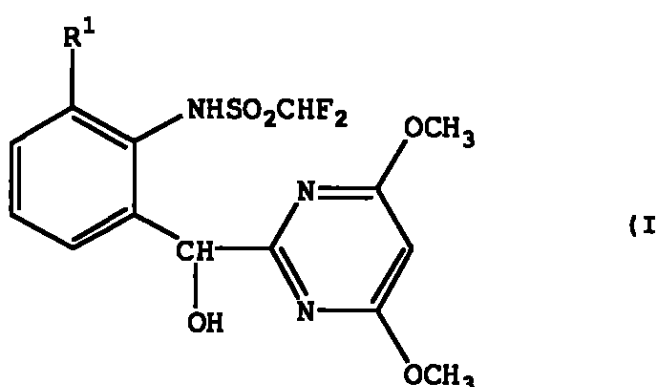
2. La composición agroquímica granular descrita en la reivindicación 1, caracterizada porque el ingrediente agroquímicamente activo ácido tiene un pKa de 2 hasta 7.

3. La composición agroquímica granular descrita en la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque el agente activo de superficie catiónica ocasiona la gelificación o muestra hinchamiento en agua.

4. La composición agroquímica granular descrita en la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizada porque el ingrediente agroquímicamente activo ácido es un herbicida.

5. La composición agroquímica granular descrita en la reivindicación 4, caracterizada porque el herbicida es un compuesto basado en sulfonilúrea.

6. La composición agroquímica granular descrita en la reivindicación 4, caracterizada porque el herbicida es un derivado de difluorometansulfonilánilida o una sal de la misma expresado mediante la fórmula general (I):



(R¹ es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxialquilo).

7. La composición agroquímica granular descrita en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque una suspensión acuosa del 1% en masa de la misma tiene un pH de 5 o mayor.

8. La composición agroquímica granular descrita en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque una suspensión acuosa del 1% en masa de la misma tiene un pH el cual es igual a o mayor que el valor de pKa del ingrediente agroquímicamente activo.

9. Una composición agroquímica granular mezclada la cual es una mezcla de la composición agroquímica granular descrita en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 y gránulos agroquímicos que no contienen ya sea uno o ambos del agente activo de superficie catiónica y la sustancia básica en una relación en masa que va desde 1:9 hasta 9:1.

Resumen

Se proporciona una composición agroquímica granular mediante la cual los problemas que acompañan a las composiciones agroquímicas granulares del estado de la técnica pueden ser superados, la cual puede ser preparada en una formulación simple y por medio de la cual se obtiene la liberación sostenida del ingrediente agroquímicamente activo de tal forma que la carga sobre los ambientes puede ser disminuida y los daños químicos ocasionados por el ingrediente agroquímicamente activo puede ser mitigado o prevenido. La composición agroquímica granular contiene un ingrediente agroquímicamente activo ácido, un surfactante catiónico y una sustancia básica. *Inter alia*, es obtenido un pH de 5 o más en una suspensión acuosa del 1% en masa de la misma. Preferiblemente, el ingrediente agroquímicamente activo ácido puede tener un pKa de 2 hasta 7 y el surfactante catiónico puede ser uno el cual sea gelificado o exhiba hinchamiento en agua.

PCT

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
[PCT36条及びPCT規則70]

出願人又は代理人 の書類記号 03-103 KC	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO3/03542	国際出願日 (日.月.年) 24.03.2003	優先日 (日.月.年) 29.03.2002
国際特許分類(IPC) Int. Cl ⁷ A01N25/12, 25/30, 25/32, 43/54, 47/36		
出願人(氏名又は名称) クミアイ化学工業株式会社		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。 ☐ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。 I ☒ 国際予備審査報告の基礎 II ☐ 優先権 III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV ☐ 発明の単一性の欠如 V ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI ☐ ある種の引用文献 VII ☐ 国際出願の不備 VIII ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 23.10.2003	国際予備審査報告を作成した日 15.04.2004	
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員)	4H 3235
	吉住 和之 電話番号 03-3581-1101 内線 3443	

1. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に
応答するために提出された差し替え用紙は、この報告において「出願時」とし、本報告には添付しない。
PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
明細書 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書 第 _____ ページ、 _____ 付の巻簡と共に提出されたもの

- ☐ 請求の範囲 第 _____ 項、 出願時に提出されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 _____ 付の巻簡と共に提出されたもの

- ☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の巻簡と共に提出されたもの

- ☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の巻簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出された磁気ディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された磁気ディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列と磁気ディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性（N）	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無
進歩性（IS）	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無
産業上の利用可能性（IA）	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明（PCT規則70.7）

請求の範囲 1 - 9 に記載された発明は、国際調査報告で引用されたいずれの文献にも記載されておらず、かつ、当業者にとって自明なものでもない。

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

USUARIO RADICADOR

PATENTE DE INVENCION

MODELO DE UTILIDAD

- | | | |
|---|-----|-----|
| - Indicación de que se solicita la concesión de una patente. | () | () |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud. | () | () |
| - Descripción de la invención. | () | () |
| - Dibujos de ser estos pertinentes. | () | () |
| - Comprobante de Pago de las tasas establecidas. | () | () |

COMPLETA () INCOMPLETA () ()

DISEÑO INDUSTRIAL ()

- | | | |
|--|-----|-----|
| - Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial. | () | () |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud. | () | () |
| - Representación gráfica o fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño. | () | () |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas | () | () |

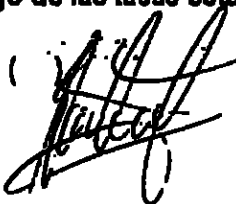
COMPLETA () INCOMPLETA () ()

ESQUEMA DE TRAZADO ()

- | | | |
|--|-----|-----|
| - Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado. | () | () |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud. | () | () |
| - Representación gráfica del esquema de trazado | () | () |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas. | () | () |

COMPLETA () INCOMPLETA () ()

Firma Responsable:



SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Radicacion : 04098565 00000000 Folios: 150
Fecha (AMD): 2004-10-04 14:08:21
Tramite : 011 PCT-PATENT 379 FASE RDCI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Fecha:

152
152



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

2020
Bogotá D C

Doctor(a)
MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO
Apoderado(a)
KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

Oficio N°
10052

ASUNTO:

Radicación N°	04-98565
Solicitud internacional	PCT/JP03/003542
Fecha inicio fase nacional	29/10/2004
Trámite	011
Evento	379
Actuación	430
Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

- La solicitud no contiene copia del documento en que consta la cesión del derecho de patente del inventor al solicitante o a su causante (Art. 26-k Decisión 486).
- La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando éste fuere una persona jurídica.
- El solicitante debe presentar un nuevo título, que permita identificar la materia de la cual trata la solicitud, ya que el relacionado no se encuentra con la precisión necesaria para identificar claramente el objeto de la solicitud de patente (Regla 4.3 PCT, Art. 27, 27 Decisión 486, Circular Única 5.2.9).

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.

ALIX CARMEN ACÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones.

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha
29 OCT 2004

202044

Sede Centro: Carrera 13 No. 27-00 Pisos 2, 5, 7 y 10
Commutador: 3 820840 Fax: 3 505220
Sede CAN: Tr. 40A No. 38-50 3153265 al 69
Fax: 3 505220. Línea 9800-910 165
Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co
Bogotá D.C. - Colombia