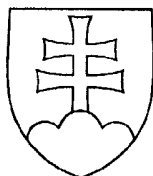


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

280 972

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl⁷:

A 01N 43/80
C 07D 261/12//
(A 01N 43/80
A 01N 35:02
A 01N 43:80
A 01N 43:08
A 01N 33:12
A 01N 59:20
A 01N 31:08
A 01N 37:40
A 01N 43:88)

(21) Číslo prihlášky: **447-93**

(22) Dátum podania: **07.05.1993**

(31) Číslo prioritnej prihlášky: **4-114808, 5-42523**

(32) Dátum priority: **07.05.1992, 03.03.1993**

(33) Krajina priority: **JP, JP**

(40) Dátum zverejnenia: **08.12.1993**

(45) Dátum zverejnenia udelenia
vo Vestníku: **09.10.2000**

(86) Číslo PCT:

(73) Majiteľ patentu: Sankyo Company Limited, Tokyo 103, JP;

(72) Pôvodca vynálezu: Fujimoto Masahiko, Shiga-ken, JP;
Tanizava Kinji, Shiga-ken, JP;
Yasui Kenji, Shiga-ken, JP;
Sabi Hiroshi, Shiga-ken, JP;
Kobayashi Kozo, Tokyo, JP;
Ohkouchi Takeo, Shiga-ken, JP;
Hosoda Hitoshi, Shiga-ken, JP;
Kato Shigehiro, Shiga-ken, JP;
Kondo Yasuhiko, Shiga-ken, JP;
Takahi Yukiyo, Shiga-ken, JP;

(74) Zástupca: Majlingová Marta, Ing., Bratislava, SK;

(54) Názov vynálezu: **Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizotiazolov, spôsob jeho prípravy, agrochemické prípravky a jeho použitie**

(57) Anotácia:

Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa vyznačuje dobrým fungicídnym účinkom. Jeho príprava spočíva v reakcii vápenatej zlúčeniny, napr. hydroxidu vápenatého s 3-hydroxy-5-metylizoxazolom. Uvedený dihydrát v kombinácii s antimikrobiálnym činidlom, vybraným zo skupiny obsahujúcej 1,5-pentándial, 1,2-benzizotiazolín-3-ón, 2,5-dimetoxytetrahydrofuran, benzalkóniumchlorid, 1,2-benzizotiazolín-3-ón, hydroxid meďnatý, 4-chlór-2-xylenol, 4-chlór-2-krezol, estery kyseliny p-hydroxybenzoovej a tetrahydro-3,5-dimetyl-2-H-1,3,5-tiadiazín-2-tión, vo vzájomnom pomere soli k činidlu 15 : 1 až 1 : 2, poskytuje agrochemické prostriedky.

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka určitých nových prípravkov a spôsobov použitia známeho pôdneho fungicidu a regulátora rastlín 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, obsahujúceho *inter alia*, špecifický hydrát vápenatej soli tejto zlúčeniny.

Doterajší stav techniky

3-Hydroxy-5-metylizoxazol, ktorý je tiež známy pod obchodným názvom „hymexazol“ a je dostupný od Sankyo Co. Ltd. pod obchodným názvom „Tachigaren“, je opísaný *inter alia*, v britskej patentovej prihláške č. 1113618. Nasledujúce britské patentové prihlášky č. 1199737 a 1256835 opisujú iné spôsoby jeho prípravy a opisujú jeho soli s alkalickými kovmi. Japonské patentové prihlášky č. Sho 45-38953, Sho 45-72625, Sho 39-73350, Sho 45-29263 a Sho 45-108798 opisujú rôzne špecifické použitia tejto zlúčeniny na liečbu alebo prevenciu rôznych chorôb rastlín alebo ako regulátora rastu rastlín; tieto prihlášky tiež opisujú vápenatú soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu ako zvlášť výhodnú, aj keď nie je opísaný žiadny hydrát týchto zlúčenín. Úplný prehľad použitia a aktivít 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je uvedený v Ann. Sankyo Res. Lab., 25, 1 až 51 (1973).

Choroby pôdneho pôvodu ovplyvňujú rôzne druhy plodín, sú vyvolané v pôde žijúcimi patogénmi, spôsobujú značné problémy, a to dlhý čas v kultúrnych rastlinách a v poľnohospodárstve, pretože spôsobujú nežiaduce poškodenie a pretože nie je ľahké ich zodpovedajúcim spôsobom riadiť a kontrolovať. Tieto problémy boli spôsobené tendenciou posledných rokov prevzatia intenzívnej schémy alebo monokultúry, ktorá vedie k jedinému typu plodín pri kultivácii veľa rokov na rovnakej pôde alebo v skleníkoch alebo na otvorených poliach. Ako následok sa objavujú choroby pôdy vo veľkom množstve a tieto spôsobujú značné nebezpečenstvo a finančné straty alebo môžu spôsobiť pokles alebo žiadnu úrodu. Typickými v pôde žijúcimi patogénmi, ktoré spôsobujú tieto choroby sú mikroorganizmy, ktoré patria do rodu *Fusarium*, *Pythium*, *Aphanomyces* a *Rhizoctonia*.

3-Hydroxy-5-metylizoxazol je v súčasnosti v širokom rozsahu používaný na prevenciu veľkého množstva pôdnych chorôb, spôsobených týmito v pôde žijúcimi patogénmi, pretože je účinný ako aj vysoko bezpečný. Používa sa napríklad *inter alia*, na ochranu pred padaním semenáčikov ryže a iných plodín, ktoré sú vyvolané *Pythium* a *Fusarium sp.*, pred fusariovým vysychaním rôznych plodín, ktoré je spôsobené *Fusarium sp.*, a pred padaním semenáčikov cukrovej repy, ktoré je spôsobené *Aphanomyces sp.* 3-Hydroxy-5-metylizoxazol môže chrániť pred týmito pôdnymi chorobami nielen priamou aplikáciou na oštenie pôdy, ale tiež oštením semien potenciálne ovplyvnených rastlín. Napríklad oštenie semien 3-hydroxy-5-metylizoxazolom bude veľmi účinne potláčať padanie semenáčikov cukrovej repy, ktoré je vyvolané *Aphanomyces* a *Pythium sp.* V súlade s tým, je morenie semien 3-hydroxy-5-metylizoxazolom v širokom rozsahu používané v Japonsku a v mnohých európskych krajinách. Okrem toho je 3-hydroxy-5-metylizoxazol známy ako látka, ktorá má určité fyziologické účinky na rôzne kultúrne rastliny. Napríklad bude promóvať rast koreňov a bude zvyšovať fyziologické aktivity koreňov. V súlade s tým, je v Japonsku veľmi časté ošetrovanie semenáčikov ryže 3-hydroxy-5-metylizoxazolom pred ich vysadením na zavodnené ryžové pole a je

známe, že toto oštenie je účinné na stabilizáciu usadenia ryžových sadeníc.

V prípade, že sa 3-hydroxy-5-metylizoxazol a/alebo jeho soli použijú v hydroníi, vykazujú algicídny účinok napríklad proti bahennej pene.

Vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je známa, ako je uvedené v japonskej patentovej prihláške Kokai č. Sho 48-38148, že má podobné aktivity ako samotný 3-hydroxy-5-metylizoxazol proti rastlinným chorobám pôsobiacim na rôzne typy plodín. Okrem toho, vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu má menšiu prchavosť ako 3-hydroxy-5-metylizoxazol, a preto má praktické výhody, ak je použitá na oštenie semien.

Navyše 3-hydroxy-5-metylizoxazol je v pôde veľmi rýchlo rozkladaný pôdnymi mikroorganizmami. Toto je faktor, ktorý limituje jeho reziduálnu účinnosť, ako je uvedené v Ann. Sankyo Res. Lab., 25, 42 až 45.

Ak je dávka 3-hydroxy-5-metylizoxazolu zvýšená s cieľom predĺžiť jeho reziduálnu účinnosť, môže sa pri ošetrovaných rastlinách prejavovať fytotoxicita, najmä pri ošetrovaní semien, ako je inhibícia rastu alebo oneskorená germinácia. Vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je z toho hľadiska výhodnejšia, pretože fytotoxicita spôsobená vápenatou soľou pri ošetrovaní semien je nižšia ako pri použití 3-hydroxy-5-metylizoxazolu. Avšak ak je vápenatá soľ použitá vo veľkom množstve, spôsobuje tiež občas fytotoxicitu. Preto je veľmi ťažké predĺžiť reziduálnu účinnosť zvýšením množstva 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho vápenatej soli. Napriek použiteľnosti 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a jeho derivátov, existuje potreba zlepšiť reziduálnu účinnosť týchto zlúčenín.

Až doteraz bolo výhodou 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a jeho derivátov, že sa tieto zlúčeniny ľahko rozkladajú v pôde na konečný oxid uhličitý, čím zanechávajú málo zvyškov a znižujú vstup do rastlín, čím tieto zlúčeniny nie sú zabudované do potravinového reťazca. Takémuto zabudovaniu je lepšie predchádzať, aj keď sú tieto zlúčeniny označované ako netoxické pre živočíchy, vrátane ľudí.

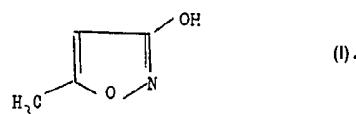
Teraz bolo s prekvapením zistené, že podanie antimikrobiálneho činidla spolu s 3-hydroxy-5-metylizoxazolom alebo jeho soľou bude inhibovať rozklad 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a predlžovať čas jeho účinnosti, bez nevyhnutnej ochrany tohto prostriedku pri zachovaní výhod bezpečnosti týchto zlúčenín. Okrem toho bolo zistené, že zlepšenie zvyškovej aktivity v pôde je väčšie, ako by mohlo byť jednoducho predpokladané z inhibície rozkladu tejto zlúčeniny.

Bolo tiež zistené, že doteraz neznámy dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu má zvláštne výhody oproti samotnému 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a jeho známym soliam, ako bude podrobne vysvetlené.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu je dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, v zmesi s alebo v spojení s antimikrobiálnym činidlom.

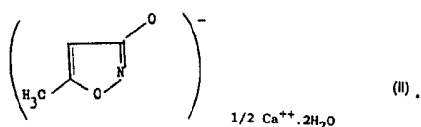
3-Hydroxy-5-metylizoxazol môže byť reprezentovaný vzorcom (I)



Z hľadiska predloženého vynálezu je možné použitie samotného 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho soli. Ak

sa použije soľ, nie je pre predložený vynález podstatný charakter soli a môže byť použitá akákoľvek agrikultúrne prijateľná soľ, ktorá je v danej oblasti techniky známa. Príklady výhodných solí obsahujú soli opísané v japonskej patentovej prihláške Kokai č. Sho 48-38148, najmä soli kovov alebo amónne soli, napríklad soli alkalických kovov, ako sú známe draselné soli, soli kovov alkalických zemín, ako je vápenatá soľ, soli iných kovov, ako je horečnatá a amónna soľ. Z uvedených solí je výhodná najmä vápenatá soľ a predovšetkým dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu. V týchto soliach je atóm kovu alebo amónny ión nahradený atómom vodíka hydroxyskupiny v polohe 3, izoxazolového kruhu 3-hydroxy-5-metylizoxazolu.

Napríklad dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu môže byť znázornený vzorcom (II)



Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu môže byť pripravený reakciou zlúčeniny vápnika s 3-hydroxy-5-metylizoxazolom a potom získaním požadovanej vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu za podmienok, ktoré uprednostňujú tvorbu dihydrátu. Napríklad môže byť získaný nasledujúcim spôsobom: jeden diel (molárny) hydroxidu vápenatého a dva diely (molárne) 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa pridajú do vody a rozpustia sa pri relatívne vysokej teplote, výhodne pri teplote 70 až 90 °C, najmä pri teplote 80 °C, výsledný roztok sa ešte teplej prefiltruje, potom sa filtrát ochladí na vhodnú teplotu na uľahčenie tvorby kryštálov dihydrátu, výhodne na asi 0 °C. Usadené kryštály sa potom odstránia filtráciou a sušia, napríklad pri teplote 0 °C.

Je potrebné zdôrazniť, že tieto podmienky sú uvedené iba ako príklad a že reakčné podmienky a podmienky delenia sa môžu v širokom rozsahu meniť. Spôsob podľa predloženého vynálezu zahŕňa všetky podmienky, pri ktorých je možné vyrobiť požadovaný dihydrát.

Podľa prvého uskutočnenia predloženého vynálezu sa dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu používa v zmesi alebo v spojení s antimikrobiálnym činidlom. Charakter antimikrobiálneho činidla bude samozrejme ovplyvňovať životnosť prípravku podľa predloženého vynálezu. Môže však byť vybrané z veľkého rozsahu týchto zlúčenín používajúc kritéria dobre známe v tejto oblasti techniky. Výhodne je použitie antibakteriálnej alebo antifungálnej zlúčeniny, ktorá je známa ako bezpečná pri priemyselnom použití, tiež baktericídnej alebo fungicídnej zlúčeniny známej pri agrikultúrnom použití. Príklady vhodných antimikrobiálnych činidiel zahŕňajú aldehydy a zlúčeniny schopné uvoľňovať aldehydy počas použitia (napríklad pri aplikácii na pôdu, do vody, na rastliny, rastlinný materiál alebo iný materiál, ktorý má byť ošetrovaný), alkoholy, zahŕňajúce halogénom substituované nitroalkoholové deriváty a alkoholy, majúce arylový substituent, kvartérne amóniové soli, lipofilné slabé kyseliny (zahŕňajúce benzoovú kyselinu, substituované benzoové kyseliny, estery týchto kyselín a difenoly), tiazolové deriváty (vrátane izotiazolov), epoxidy, substituované benzénové a pyridínové deriváty (najmä halogénované deriváty), zlúčeniny schopné uvoľňovať sírouhlík počas použitia, zahŕňajúce tetrahydrodiazintióny, guanidíny a biguanidíny, antimikrobiálne halogén-substituované amidy, organické a anorganické zlú-

čeniny medi, zlúčeniny arzenu vrátane arzínu a rôzne ďalšie antimikrobiálne činidlá, zahŕňajúce fungicidy a antelmintiká. Špecifické príklady takýchto zlúčenín zahŕňujú:

Aldehydy

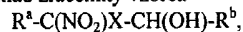
Sem patria najmä dialdehydy, ako je glyoxal, dialdehyd kyseliny jantárovej a 1,5-pentándial.

Zlúčeniny, uvoľňujúce aldehyd

Sú to zlúčeniny, ktoré uvoľňujú aldehyd, najmä formaldehyd, počas použitia, napríklad 2,5-dimetoxytetrahydrofurán, 5-halogén-5-nitrodioxány (ako je 5-brom-5-nitrodioxán), 2-halogén-N-hydroxymetylacetamidy (ako je 2-chlór-N-hydroxymetyl-acetamid), 1-hydroxymetyl-5,5-dimetylhydantoín, hexametyléntetraamín, 1-(3-halogénalyl)-3,5,7-triaza-1-azoniaadamantán-halogenidy (ako je chlorid 1-(3-chlór-alyl)-3,5,7-triaza-1-azoniaadamantánu), 1,3-bis-(hydroxymetyl)-5,5-dimetyl-2,4-imidazolidindión, 4,4-dimetyl-1,3-oxazolidín a hexahydro-1,3,5-tris-(2-hydroxymetyl)-S-triazín.

Nitroalkoholové deriváty substituované halogénom

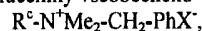
Sú to napríklad zlúčeniny vzorca



kde X znamená atóm halogénu, výhodne atóm chlóru alebo brómu, R^a a R^b sú rovnaké alebo rozdielne a každý znamená alkylovú skupinu, ktorá má 1 až 6 atómov uhlíka, výhodne 1 až 3 atómy uhlíka, hydroxyskupinu, atóm vodíka alebo atóm halogénu ako je 2-brom-2-nitro-1,1-propándiol.

Kvartérne amóniové soli

Sú to najmä zlúčeniny všeobecného vzorca



kde X znamená atóm halogénu, výhodne chlóru, Ph znamená fenylovú skupinu a R^c znamená alkylovú skupinu, ktorá obsahuje 1 až 20, výhodne 8 až 18 a ešte výhodnejšie 12 až 14 atómov uhlíka a výhodne benzalkóniumhalogenid, v ktorom R^c znamená zmes alkylových skupín, ktoré obsahujú 12 až 14 atómov uhlíka.

Alkoholy, obsahujúce arylový substituent

Sú to najmä alkoholy, obsahujúce 1 až 6, výhodne 1 až 4 atómy uhlíka, ktoré sú substituované aspoň jednou aryloxy alebo benzyloxyskupinou, ako je benzyloxymetanol.

Lipofilné slabé kyseliny

Je to napríklad kyselina benzoová a substituované benzoové kyseliny (výhodne hydroxy-substituované benzoové kyseliny) a estery týchto kyselín, príklady esterov zahŕňajú alkylestery, ktoré obsahujú 1 až 10 atómov uhlíka, ako je metyl, etyl, propyl, butyl, heptyl, oktyl a 2-etylhexylester a aralkylestery, v ktorých alkylová skupina obsahujúca 1 až 4 atómy uhlíka je substituovaná aspoň (výhodne 1 až 3) arylovými skupinami, výhodne fenylovými skupinami ako sú benzylestery a fenoly, najmä tie, v ktorých je fenol substituovaný aspoň ďalšou arylovou, výhodne fenylovou skupinou, ako je o-fenylfenyl.

Izotiazoly

Je to napríklad izotiazol-3(2H)-ón, 1,2-benzizotiazol-3(2H)-ón, 5-halogén-2-metylizotiazol-3(2H)-óny (ako je 5-chlór-2-metylizotiazol-3(2H)-ón) a 2-alkylizotiazol-3(2H)-óny, v ktorých alkylová skupina má 1 až 10 atómov uhlíka (ako je 2-metylizotiazol-3(2H)-ón).

Benzénové a pyridínové deriváty, obsahujúce halogénové atómy

Je to napríklad 2,4,5,6-tetrahalogénizofalonitrily (ako je 2,4,5,6-tetrachlórizo-ftalonitril), halogénxylénoly, najmä p-halogén-m-xylénoly (ako je napríklad p-chlór-m-xylénol) a halogénkrezoly, najmä p-halogén-o-krezoly a p-halogén-m-krezoly (ako je p-chlór-o-krezol a p-chlór-m-krezol).

Zlúčeniny, uvoľňujúce sírouhlík

Sú to zlúčeniny, ktoré uvoľňujú sírouhlík počas použitia, ako je tetrahydro-3,5-dimetyl-2H-1,3,5-tiadiazín-2-tión, bis(dimetyltiokarbamoyl)disulfid a soli, najmä soli alkalických kovov N-metylditiokarbamovej kyseliny, ako je napríklad N-metylditiokarbamat sodný.

Guanidíny a biguanidíny

Sú to napríklad alkyलगuanidíny, v ktorých alkylová časť má 1 až 20, výhodne 10 až 20 atómov uhlíka, ako je dodecylguanidín a bis[5-(halogénfenyl)biguanidino]-hexán-dihydrohalogenid (ako je [5-(p-chlórphenyl)biguanidino]hexán-dihydrochlorid).

Halogénsubstituované amidy

Sú to najmä amidy mastných kyselín, napríklad halogénacetamidy (ako je chlóracetamid alebo brómacetamid) a 2,2-dihalogén-3-nitropropionamidy (ako je 2,2-dibróm-3-nitropropionamid).

Zlúčeniny medi

Je to napríklad hydroxid meďnatý, síran meďnatý a meď-8-chinolát.

Arzínové zlúčeniny

Ako je napríklad 10,10-oxybis-10H-fenoxýarzin.

Iné antimikrobiálne činidlá, zahŕňujúce iné fungicídy a antelmintiká

Je to napríklad 2-(4-tiazolyl)-1H-benzimidazol, N-(dichlórfuórmetyltio)ftalimid a N,N-dimetyl-N-(dichlórmetyltio)sulfamid.

Z uvedených látok sú výhodné:

1,5-pentadiál (ďalej označovaný ako zlúčenina B-1),
2,5-dimetoxytetrahydrofurán (ďalej označovaný ako zlúčenina B-2),
glyoxal (ďalej označovaný ako zlúčenina B-3),
benzalkóniumchlorid (ďalej označovaný ako zlúčenina B-4),
1,2-benzizotiazolín-3-ón (ďalej označovaný ako zlúčenina B-5),
hydroxid meďnatý (ďalej označovaný ako zlúčenina B-6),
4-chlór-2-xylénol (ďalej označovaný ako zlúčenina B-7),
4-chlór-2-krezol (ďalej označovaný ako zlúčenina B-8),
estery kyseliny p-hydroxybenzoovej, napríklad alkylestery, v ktorých alkylová časť má 1 až 6 atómov uhlíka (napríklad metyl, etyl, propyl, izopropyl, butyl, izobutyl, sek-butyl, pentyl, izopentyl, neopentyl, 2-metylbutyl, 1-etylpropyl, 4-metylpentyl, 3-metylpentyl, 2-metylpentyl, 1-metylpentyl, 3,3-dimetylbutyl, 2,2-dimetylbutyl, 1,1-dimetylbutyl, 1,2-dimetylbutyl, 1,3-dimetylbutyl, 2,3-dimetylbutyl, 2-etylbutyl, hexyl a izohexylskupiny, z ktorých sú výhodné alkylové skupiny, majúce 1 až 4 atómy uhlíka, výhodne metyl, etyl, propyl a butylskupiny a najvýhodnejšie propyl a metyl, etyl, propyl a butylskupiny, najmä fenylester.
p-hydroxybenzoová kyselina je tu označovaná ako zlúčenina B-9 a tetrahydro-3,5-dimetyl-2H-1,3,5-tiadiazín-2-tión (ďalej označovaný ako zlúčenina B-10).

Najvýhodnejšími mikrobiálnymi činidlami sú zlúčeniny B-1 a B-2. V súlade s predloženým vynálezom je možné použitie kombinácie dvoch alebo viacerých týchto činidiel.

Neexistujú žiadne zvláštne obmedzenia relatívnych množstiev 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho solí a antimikrobiálneho činidla. Relatívne množstvá môžu byť v rozmedzí napríklad 99 : 1 až 1 : 99 hmotnostne. Výhodný je však hmotnostný pomer 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho solí k antimikrobiálnemu činidlu od 15 : 1 do 1 : 2, výhodnejšie 13 : 1 až 1 : 1.

Samozrejme sa predpokladá, že dve hlavné aktívne zlúčeniny prípravku, podľa predloženého vynálezu, môžu a výhodne sú dodávané na konečné použitie v zmesi. Nie je to však podstatné, pretože účinky vynálezu je možné tiež dosiahnuť aj v tom prípade, ak sú zlúčeniny dodávané oddelene a aplikované spoločne. V súlade s tým predložený vynález zahŕňa súbežné použitie 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a antimikrobiálneho činidla na oštenie pôdy, rastlín alebo častí, najmä rozmnožovacieho materiálu rastlín ako aj súčasne alebo v podstate súčasne dodávanie 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho solí a antimikrobiálneho činidla na oštenie pôdy, vody pre rastliny alebo častí, najmä rozmnožovacieho materiálu rastlín.

Ohľadom aktivity prípravku podľa predloženého vynálezu, vynález ďalej poskytuje prípravky, ktoré obsahujú kompozície podľa vynálezu spolu s nosičom a prípadne ďalšími pomocnými činidlami, ak je to potrebné. Tieto kompozície môžu byť formulované ako prípravky, ktoré sa bežne používajú v poľnohospodárstve alebo v záhradníctve, napríklad ako prášky, hrubé prášky, mikrogranuly, jemné mikrogranuly, zmáčateľné prášky a rôzne kvapalné prípravky, ako sú emulgovateľné koncentráty a vodné alebo olejové suspenzie.

Nosič používaný v týchto prípravkoch môže byť prírodný alebo syntetický, organický alebo anorganický. Nosič sa všeobecne používa na podporenie aktívnej zložky pri ošetrovaní substrátu, na uľahčenie skladovania, transportu alebo manipulácie s aktívnou zlúčeninou. Môže byť tuhý alebo kvapalný.

Vhodné tuhé nosiče zahŕňujú: anorganické substancie ako sú hlinky (ako napríklad bentonit, kaolinit, montmorilonit a attapulgit), mastenec, slúda, agalmatolit, pyrophyllit, pemza, vermikulit, sádra, uhličitan vápenatý, dolomit, diatomické hlinky, uhličitan horečnatý, apatit, zeolit, anhydrid kyseliny kremičitej a syntetický kremičitan vápenatý; rastlinné organické substancie ako sú orechové škrupiny (napríklad vlašských orechov alebo iných orechov), múčka zo sójových bôbov, tabakový prášok, prášok z vlašských orechov, pšeničná múka, drevná múčka, škrob a kryštalická celulóza, syntetické alebo prírodné polyméry s vysokou molekulovou hmotnosťou, najmä živice ako sú kumarónové živice, ropné živice, alkydové živice, polyvinylchlorid, polyalkylénglykoly, ketónové živice, esterové gúmy, xantánová guma, kopálová guma a damarová guma, vosky ako je karnaubský vosk a včelí vosk alebo močovina.

Príklady vhodných kvapalných nosičov zahŕňujú: parafrinické alebo naftenické uhľovodíky, ako je kerozén, minerálny olej, vretenový olej a biely olej; aromatické uhľovodíky, ako je benzén, toluén, xylén, rozpúšťadlová nafta, etylbenzén, kumén a metylnaftalén; halogénované uhľovodíky, najmä chlórované uhľovodíky, ako je chlorid uhličitý, chloroform, trichlóretylén, monochlórbenzén a o-chlórtoluén; étery ako je dioxán a tetrahydrofurán; ketóny ako je acetón, metyletylketón, diizobutylketón, cyklohexanón, acetofenón a izoforón; estery ako je etylacetát, etylénglykolacetát, dietylénglykolacetát, dibutylmaleát a dietylsukcinát; alkoholy ako je metanol, etanol, izopropanol, hexanol, ety-

lén glykol, dietylén glykol, cyklohexanol a benzylalkohol; éteralkoholy, ako je etylén glykolmonoetyléter, etylén glykolmonofenyléter, dietylén glykolmonoetyléter a dietylén glykolmonobutyléter; iné polárne rozpúšťadlá ako je dimetylformamid a dimetylsulfoxid a voda.

Kompozície podľa vynálezu môžu obsahovať jedno alebo viac povrchovoaktívnych činidiel a/alebo polymérov na zlepšenie vlastností prípravkov a na uľahčenie ich dispergácie, emulgácie, postreku, penetrácie a naviazanie alebo na riadenie dezintegrácie, zlepšenie toku alebo odolnosti proti korózii pri použití prípravku alebo na stabilizáciu aktívnej zlúčeniny. Môže byť použitá ktorákoľvek z bežných skupín povrchovoaktívnych činidiel (neiónová, aniónová, kationová alebo amfoterná), výhodnejšie je použitie neiónových a/alebo aniónových povrchovoaktívnych činidiel, ktorými je možné zlepšiť zmačavosť, adhéziu a absorpciu ako aj požadované účinky.

Príklady výhodných neiónových povrchovoaktívnych činidiel zahŕňujú: polyoxyetylénalkylétery, polyoxyetylénalkylalylétery, blokové polyméry oxyetylén-oxypropylén, polymeračné adukty etylénoxidu s vyššími alkoholmi ako je laurylalkohol, stearylalkohol a olejalkohol; polymeračné adukty etylénoxidu s alkylfenolmi, ako je izooktylfenol alebo nonylfenol; polymeračné adukty etylénoxidu s alkyl-naftolmi, ako je butyl-naftol alebo oktyl-naftol; polymeračné adukty etylénoxidu s vyššími masťnými kyselinami, ako je kyselina palmitová, kyselina stearová alebo kyselina olejová; polymeračné adukty etylénoxidu s mono- alebo dialkylfosforečnými kyselinami, ako je kyselina stearylfosforečná alebo kyselina dilaurylfosforečná; polymeračné adukty etylénoxidu s aminmi, ako je dodecylamín; amidy alebo etoxylované amidy vyšších masťných kyselín, ako je stearamid; vyšších masťných kyselín s viacsýtnymi alkoholmi, ako je sorbitan a polymeračné adukty týchto látok s etylénoxidom; estery vyšších masťných kyselín s glycerolborátmi alebo etoxylovanými glycerolborátmi; glyceridy a cukrové estery masťných kyselín.

Príklady výhodných aniónových povrchovoaktívnych činidiel zahŕňujú: soli arylsulfonátov, najmä alkylbenzén-sulfonáty a alkyl-naftalénsulfonáty, ako je izopropyl-naftalénsulfonát sodný, metylénbis-naftalénsulfonát sodný a dodecylbenzén-sulfonát sodný; fosfáty alebo sulfáty polyoxyetylénalkyl alebo alkylalyléterov; β -naftalénsulfonát-formalín-kondenzované soli; lignínsulfonáty, ako je lignínsulfonát sodný; polymérne povrchovoaktívne látky polykarboxylátového a/alebo polysulfonátového typu; kondenzované fosfáty, ako je hexametafosfát sodný alebo tripolyfosfát sodný; soli vyšších masťných kyselín, ako sú mydlá, napríklad oleát sodný; soli, napríklad sodné a vápenaté soli sulfónových kyselín a kyseliny samotné, napríklad lignínsulfónová kyselina a alkylsulfonátové soli, najmä dialkylsulfojantarany sodné, ako je dioktylsulfojantarany sodný alebo 2-etylhexénsulfonát sodný a ekvivalentné soli s kovmi inými ako je sodík, soli, napríklad sodné, amonné a aminové soli polyoxyetylénalkylarylétersulfátov alebo polyoxyetylénalkylétersulfátov alebo voľné kyseliny alebo soli polyoxyetylénalkylarylétersulfátov alebo polyoxyetylénalkylfosfátov a soli alkylsulfátov ako je laurylsulfát sodný alebo aminová soľ oleylsulfátov.

Príklady výhodných kationových povrchovoaktívnych činidiel zahŕňujú: kondenzáty vyšších alifatických amínov a etylénoxidu, kvartérne amóniové soli napríklad chloridy, N-alkylaminoacetáty a N-alkylaminoxidy.

Príklady amfotérnych povrchovoaktívnych látok zahŕňujú betaíny a povrchovoaktívne látky typu aminokyselín.

Kompozícia podľa predloženého vynálezu môže byť použitá tiež v kombinácii so zlúčeninami s vysokou molekulovou hmotnosťou alebo s inými formulačnými činidlami, napríklad ochrannými koloidmi ako je kazeín, želatína, arabská guma, albumín, glej, alginát sodný, karboxymetylcelulóza, metylcelulóza alebo polyvinylalkohol; dispergačnými činidlami ako je polyfosfát sodný; anorganickými dispergačnými činidlami, ako je bentonit alebo veegum; stabilizátormi; spojivami a s činidlami proti zamŕznaniu. Na širokú aplikáciu a laboratórne úspory môžu byť kompozície podľa vynálezu, ak je to potrebné, kombinované s jednou alebo viacerými agrochemikáliami, napríklad fungicídmi, insekticídmi, herbicídmi, regulátormi rastu rastlín a hnojivami.

Uvedené nosiče a pomocné látky môžu byť použité samotné alebo v akejkoľvek žiaducej kombinácii v závislosti od typu prípravku, aplikácii a iných faktoroch. Podobné faktory budú tiež dôležité pri stanovovaní koncentrácie aktívnej zlúčeniny v prípravku. Všeobecne sú výhodné kompozície podľa predloženého vynálezu, ktoré by mali obsahovať jeden hmotnostný diel 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a od 0,1 do 10 hmotnostných dielov, výhodnejšie od 0,1 do 1 hmotnostného dielu antimikrobiálneho činidla alebo činidiel. Celkový obsah účinných zložiek sa môže meniť v širokom rozsahu a nie je pre predložený vynález podstatný. Všeobecne sa bude meniť v závislosti od charakteru prípravku. Napríklad kvapalný prípravok, ako je emulgovateľný koncentrát, môže zvyčajne obsahovať napríklad 1 až 50 %, výhodne 5 až 50 % hmotnostných účinných zlúčeniny a 5 až 20 % hmotnostných emulgačného činidla, zvyšok tvorí kvapalný nosič a ak je to žiaduce aj inhibitor korózie.

Olejové prostriedky môžu zvyčajne obsahovať od 0,5 do 5 % hmotnostných účinných látok, zvyšok tvorí kvapalný nosič ako je kerozín.

Prášky môžu zvyčajne obsahovať 0,1 až 25 % hmotnostných, výhodne 0,3 až 25 % hmotnostných účinných zlúčenín, zvyšok tvorí tuhý nosič.

Zmačateľné prášky zvyčajne obsahujú napríklad 1 až 90 %, výhodne 25 až 80 % hmotnostných účinných látok, zvyšok tvorí tuhý nosič, dispergačné a zmačacie činidlo spolu s chrániacim koloidným činidlom, tixotropným činidlom a protipenivým činidlom.

Granuly zvyčajne môžu obsahovať 0,3 až 35 %, výhodne 0,3 až 25 % hmotnostných aktívnej zlúčeniny, hlavný podiel zvyšku tvorí tuhý nosič. Aktívna zlúčenina sa homogénne zmieša s tuhým nosičom alebo je adhérovaná k nosiču alebo je adsorbovaná na povrch nosiča. Priemer každej granuly je výhodne 0,2 až 1,5 mm.

Fungicídne pôdne prostriedky, podľa vynálezu, môžu byť pripravené na použitie kombinácie 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho soli s jedným alebo viacerými uvedenými antimikrobiálnymi činidlami zvyčajnými spôsobmi, napríklad jednoduchým zmiešaním, ak je to potrebné aj s ďalšími bežnými zložkami, ktoré sú opísané za vzniku bežných agrochemických prostriedkov. Tieto prípravky môžu byť zmiešané s jedným alebo viacerými ďalšími aktívnymi komponentmi, ako sú ďalšie fungicídy, baktericídy, insekticídy, akaricídy, hnojivá a pôdne kondicionéry ako aj, ak je to potrebné, s nosičmi a/alebo riedidlami alebo pomocnými prostriedkami na formuláciu.

Tieto prípravky môžu byť aplikované priamo, a to na semená alebo pôdu alebo po zriedení na vhodnú koncentráciu v závislosti od účelu použitia. Ak sú použité na hydroponickú kultúru, je možný priamy prídavok do živného roztoku. Čas použitia nie je zvlášť dôležitý a prípravky môžu byť aplikované pri siatí alebo pri presádzovaní. Na plo-

dinách neboli pozorované žiadne poškodenia ani v tom prípade, keď prípravky boli použité počas štádia rastu rastliny.

Mnoho agrochemikálií, vrátane 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, môže spôsobovať hrdzavenie alebo koróziu zariadenia používaného na prípravu alebo aplikáciu alebo na skladovanie alebo rozdeľovanie týchto látok. Okrem toho 3-hydroxy-5-metylizoxazol je prchavý a pri skladovaní bude postupne prchať, čo nie je žiaduce pre kupujúceho. 3-Hydroxy-5-metylizoxazol a jeho bezvodé soli sú ľahko zápalné, a preto je možnosť nebezpečia požiaru. Teraz bolo s prevapením zistené, že dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu nemá tieto nevýhody a najmä nespôsobuje rýchle hrdzavenie alebo koróziu, aj keď sa aktívna zlúčenina použije vo forme prášku alebo vo vode dispergovateľných granúl.

3-Hydroxy-5-metylizoxazol bol až doteraz používaný vo forme práškových prípravkov, práškových potiahnutých prípravkov a kvapalných prípravkov. Aj keď 3-hydroxy-5-metylizoxazol má vo svojej molekule kyslú hydroxyskupinu, vykazuje také nevýhody, ako je spôsobovanie hrdzavenia a/alebo korózie zariadenia použitého na prípravu týchto prípravkov.

Vo vode dispergovateľné granuly majú veľa výhod, napríklad ako:

1. pri zaobchádzaní s nimi sa nepráši,
2. nie sú objemné, pretože ich zjavná špecifická hmotnosť je 1/2 až 1/3 hmotnosti zmáčateľných práškov a
3. je možná ľahká príprava homogénnych disperzií prídavkom vody. Všeobecne sa tento typ príspevku pripraví prídavkom vody k zmesi aktívnej zlúčeniny, plniva, dispergačného činidla a spojiva, tvarovaním zmesi do granúl a potom ich sušením a preosiatím cez sito. Tlak pary 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je relatívne vysoký, t. j. 0,133 Pa pri 25 °C, a preto sú tu problémy s odparovaním aktívnej zložky počas sušenia pri príprave prípravku.

Až doteraz nebolo výhodné používať 3-hydroxy-5-metylizoxazol vo forme vo vode dispergovateľných granúl, pretože spôsoboval hrdzavenie alebo koróziu zariadenia, najmä použitého na prípravu takýchto prípravkov. Teraz však bolo s prevapením zistené, že dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu môže tieto problémy odstrániť.

Dalším uskutočnením vynálezu je poskytnutie fungicídneho a bakteriálneho prípravku na agrikultúrne a hortikultúrne použitie vyznačujúce sa tým, že prípravok obsahuje dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu.

Pri teste horenia, bezvodé formy 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, jeho sodná soľ, jeho draselná soľ a jeho vápenatá soľ, ľahko vzplanú a horia, ak sú uvedené do kontaktu so slabozžeraveným uhlím.

Naopak, dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je takmer nemožné zapáliť a horí veľmi ťažko.

Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu má žiaducu fyzikálno-chemickú stabilitu a nie je hygroskopický pri relatívnej vlhkosti 80 %, pri teplote 40 °C. Okrem toho nestráca svoju kryštalovú vodu pod 40 °C a pri relatívnej vlhkosti 5 %.

Ak sa použije dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, nie je počas prípravy agrochemických prípravkov pozorovaná žiadna korózia alebo hrdzavenie zariadenia a účinná zložka sa neodparuje počas sušenia vykonávaného pri príprave vo vode dispergovateľných granulovaných prípravkov. Naopak sodné a draselné soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu nemôžu byť ekonomicky používané pre svoj vysoko hygroskopický charakter.

Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu môže byť pripravený reakciou vápenatej zlúčeniny s 3-

-hydroxy-5-metylizoxazolom a potom získaním požadovanej vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu v podmienkach vedúcich k tvorbe dihydrátu. Napríklad môže byť získaný nasledujúcim spôsobom: jeden diel (molárny) hydroxidu vápenateho a dva diely (molárne) 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa pridajú do vody a rozpustia sa pri relatívnej vysokej teplote, výhodne 70 až 90 °C, výhodnejšie približne pri teplote 80 °C. Výsledný roztok sa potom ešte pokiaľ je teplý filtruje, filtrát sa ochladí na teplotu vhodnú na promótovanie tvorby kryštálov dihydrátov, výhodne asi 0 °C, vylúčené kryštály sa potom odstránia filtráciou a sušia sa, napríklad pri teplote 50 až 60 °C.

Je potrebné poznamenať, že tieto podmienky predstavujú iba príklad a že reakčné a separačné podmienky sa môžu v širokom rozsahu meniť. Postup podľa vynálezu zahŕňa všetky podmienky, v ktorých bude vznikať požadovaný dihydrát.

Výsledný dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je belavá kryštalická substancija a môže byť formovaný do akýchkoľvek zvyčajných agrochemických prípravkov, známych pre samotný 3-hydroxy-5-metylizoxazol, napríklad môže byť formovaný ako prášok, potiahnutý prášok, zmáčateľné granuly a kvapalné prípravky bežnými postupmi. Ak je to žiaduce môžu byť do prípravku zapracované ďalšie agrochemikálie (napríklad fungicídy, ako metalaxyl, oxadixyl, triadimefón, prochloraz, benomyl a tiofanátmetyl a insekticídy ako je furatiokarb, benfurakarb a karbosulfan), ako je už všeobecne opísané.

Príklady spôsobov, ktoré môžu byť použité pri príprave prípravkov podľa vynálezu, sú nasledujúce. Rovnaké spôsoby môžu byť tiež použité na prípravu podobných prípravkov v súlade s prvým uskutočnením predloženého vynálezu.

Práškový prípravok môže byť získaný zmiešaním dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu s jemným práškom minerálnej substancie, napríklad hlinkou, mastencom alebo uhličitanom vápenatým, výhodne s priemerom menším ako 45 µm, potom sa zmes práškuje použitím kvytného kladiva.

Práškový potiahnutý prípravok môže byť získaný zmiešaním dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu s akýmkoľvek zvyčajnými prísadami, prípadne s prídavkom plniva. Príklady plnív, ktoré môžu byť použité na prípravu práškových potáhaných prípravkov zahŕňajú: jemné prášky minerálnej substancie menšie ako 45 µm v priemere, ako je hlinka, mastenec, uhličitan vápenatý, biele sadze alebo oxid titaničitý; deriváty škrobu ako je škrob alebo esterifikovaný škrob; cukor ako je dextrín, glukóza, fruktóza alebo sacharóza. Prísady, ktoré môžu byť použité na prípravu práškových potáhaných prípravkov zahŕňajú povrchovoaktívne látky, ako sú neiónové povrchovoaktívne látky a aniónové povrchovoaktívne látky, ktoré už boli uvedené ako príklady; spojivá a prášky termoplastických živíc. Príklady spojív, ktoré môžu byť použité na udržiavanie a navádzanie účinných zložiek na povrch semien, zahŕňajú vo vode rozpustné zlúčeniny s vysokou molekulovou hmotnosťou, napríklad vo vode rozpustné polysacharidy ako je kyselina alginová a jej soli, karboxycelulóza a jej soli, metylcelulóza, polyvinylpyrrolidón alebo xantánová guma. Príklady práškov termoplastických živíc, ktoré majú membránotvornú kapacitu a ktoré môžu byť použité, zahŕňajú prášok živice etylénvinylchloridového kopolyméru, prášok živice etylénvinylacetátového kopolyméru a prášok vinylchloridovej živice. Potáhané práškové prípravky môžu byť pripravené kombináciou aktívnej zložky s jednou alebo viacerými týmito prísadami, v závislosti od účelu použitia. Zvyčajne

môže byť použité rozmedzie od 10 do 95 %, od 0 do 90 %, od 0 do 20 % a od 0 do 70 % aktívnej zložky, plniva, zmáčacieho dispergačného činidla, spojiva a termoplastického živického prášku.

Vo vode rozpustný granulovaný prípravok môže byť pripravený zmiešaním vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu s jednou alebo viacerými prísadami, vybratými zo skupiny zahrnujúcej plniva, zmáčacie dispergačné činidlá a spojivá, ako bolo už uvedené pri práškovom potažovanom prípravku a potom práškovaním zmesi. Prášková zmes sa potom výhodne pridá do granulátora s miešaným fluidným lôžkom a celá sa premieša a potom sa suší a preoseje. Vo vode dispergovateľné granuly majú priemer častíc od 63 do 1700 µm.

Na prípravu kvapalných prípravkov je veľmi dôležitý výber rozpúšťadla. Rozpúšťadlo musí mať nasledujúce vlastnosti: musí byť schopné rozpúšťať dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, nesmie ovplyvňovať stabilitu aktívnej zložky, musí sa dobre miešať s vodou, musí mať nízku fytotoxicitu a musí mať relatívne vysoký bod varu. Príklady rozpúšťadiel, ktoré spĺňajú tieto podmienky zahŕňajú etylénglykol, propylénglykol a dipropylénglykol. Kvapalný prostriedok môže byť pripravený rozpustením dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu v jednom alebo vo viacerých uvedených rozpúšťadlách alebo v zmesi jedného alebo viacerých z týchto rozpúšťadiel s vodou. Počas prípravy kvapalného prostriedku môže byť pridané antimikrobiálne činidlo, ako je nižší alkyl (metyl, etyl, propyl alebo butyl)ester parahydroxybenzoovej kyseliny alebo 1,2-benzizotiazolín-3-ón (B. I. T.).

Príklady uskutočnenia vynálezu

Prvé uskutočnenie vynálezu je ilustrované nasledujúcimi neobmedzujúcimi príkladmi, v ktorých všetky diely a percentá sú hmotnostné. Antimikrobiálne činidlá, ktoré boli použité, sú označené kódmi, ktoré im boli už skôr v texte priradené.

Príklad 1

Päťdesiat dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 10 dielov Protectolu GDA (označenie pre antimikrobiálne činidlo, ktoré obsahuje 50 % zlúčeniny B-1, produkt BASF Japan Co., Ltd.), 2 diely Gohsenolu GL-05S (označenie pre polyvinylalkohol, produkt Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.) a 38 dielov Carplexu č. 80-S (označenie pre hydratovaný amorfný oxid kremičitý, produkt Shionogi ang Co., Ltd.) sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna, čím sa získa prášok vo forme prípravku podľa vynálezu.

Príklad 2

Päťdesiat dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 25 dielov Proxelu GXL (označenie pre antimikrobiálne činidlo, ktoré obsahuje 20 % zlúčeniny B-5, produkt ICI Japan Co., Ltd.), 2 diely Gohsenolu GL-05S a 23 dielov Carplexu č. 80-S (označenie pre hydratovaný amorfný oxid kremičitý, produkt Shionogi ang Co., Ltd.) sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna, čím sa získa zmáčateľný prášok prípravku podľa vynálezu.

Príklad 3

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 4 diely Protectolu CDA, 4 diely Carplexu č. 80-S a 88 dielov Zeeklite NG (označenie pre jemný prášok, obsahujúci kaolinit a cesonit ako hlavné zložky, produkt Zeeklite Co., Ltd.) sa

zmiešajú a práškujú s použitím kladivového mlyna, čím sa získa prášok vo forme prípravku podľa vynálezu.

Príklad 4

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 0,5 dielov Protectolu DMT (označenie pre antimikrobiálne činidlo, obsahujúce 100 % zlúčeniny B-2, produkt BASF Japan Co., Ltd.) a 95 dielov Zeeklite NG (označenie pre jemný prášok, obsahujúci kaolinit a cesonit ako hlavné zložky, produkt Zeeklite Co., Ltd.) sa zmiešajú a práškujú s použitím kladivového mlyna, čím sa získa prášok vo forme prípravku podľa vynálezu.

Príklad 5

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 5 dielov Protectolu GL40 (označenie pre antimikrobiálne činidlo, obsahujúce 40 % zlúčeniny B-3, produkt BASF Japan Co., Ltd.), 5 dielov Carplexu č. 80 a 86 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 6

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2,5 dielov Protectolu KLC 80 (označenie pre antimikrobiálne činidlo, obsahujúce 80 % zlúčeniny B-4, produkt BASF Japan Co., Ltd.), 2,5 dielov Carplexu č. 80 a 91 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 7

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 10 dielov Protectolu GLX, 10 dielov Carplexu č. 80 a 76 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 8

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely zlúčeniny B-6 a 94 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 9

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely zlúčeniny B-7 a 94 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 10

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely zlúčeniny B-8 a 94 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 11

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely Mckings P (označenie pre antimikrobiálne činidlo, obsahujúce 99 % propylesteru zlúčeniny B-9, produktu Ueno Seiyaku Co., Ltd.) a 94 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 12

Desať dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 20 dielov Protectolu GDA a 70 dielov N-metylpyrolidónu sa zmieša a rozpustí, čím sa získa kvapalný prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 13

Desať dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 50 dielov Proxelu GLX a 40 dielov Solfitu (označenie pre produkt firmy Kurare Co. Ltd.) sa zmieša a rozpustí, čím sa získa kvapalný prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 14

Zmes 97,5 dielov Zeeklite NG, 2 diely Gohsenolu GL-05S a 0,5 dielov Neocolu (označenie pre produkt firmy Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) sa zmieša s dostatočným množstvom vody, aby bolo možné miesenie. Potom sa nechá prejsť peletovacím strojom (0,9 mm priemer sita), čím vzniknú granuly, ktoré sa sušia pri teplote 110 °C. Vzniká nosič pre granulovaný prípravok s priemerom 0,3 až 1,7 mm.

Oddelene sa zmiešajú a rozpustia 4 diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely Protectolu GDA a 7 dielov propylénglykolu, potom sa adsorbujú na nosič pre granuly pripravený uvedeným spôsobom na prípravu granulovaného prípravku podľa predloženého vynálezu.

Príklad 15

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 5 dielov Proxelu GXL a 5 dielov N,N-dimetylformamidu sa zmiešajú a rozpustia, potom sa adsorbujú na 86 dielov Kagelite č. 2 (označenie pre produkt firmy Silver Sanfyo Co., Ltd.) na prípravu granulovaného prípravku podľa predloženého vynálezu.

Príklad 16

Štyri diely vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 4 diely Protectolu GDA, 4 diely Carplexu č. 80 a 88 dielov Zeeklite NG sa zmieša a rozpustí, potom sa práškuje s použitím kladivového mlyna na prípravu práškoveho prípravku podľa predloženého vynálezu.

Príklad 17

Desať dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 20 dielov Protectolu GDA, 50 dielov Proxelu GLX a 20 dielov Solfitu sa zmieša a rozpustením sa získa kvapalný prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 18

Päťdesiat dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 10 dielov Protectolu GDA, 2 diely Gohsenolu (označenie pre produkt firmy Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.) a 38 dielov Carplexu č. 80 sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa prípravok zmáčateľného prášku podľa predloženého vynálezu.

Príklad 19

Päťdesiat dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 25 dielov Proxelu GLX, 2 diely Gohsenolu GL-S a 23 dielov Carplexu č. 80 sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna, čím sa získa prášok zmáčateľného prášku podľa predloženého vynálezu.

Príklad 20

Štyri diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 diely Protectolu TOE (označenie pre antimikrobiálne činidlo, obsahujúce 100 % zlúčeniny B-10, produkt BASF Japan Co., Ltd.) a 94 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje s použitím kladivového mlyna. Získa sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 21

5,2 dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (prípravenej ako je opísané v príklade 1A), 4

diely Protectolu GDA, 4 diely Carplexu č. 80 a 86,8 dielov Zeeklite NG sa zmieša a práškuje v kladivovom mlyne. pripraví sa práškový prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 22

Šesťdesiatpäť dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (prípravenej ako je opísané v príklade 1A), 10 dielov Protectolu GDA, 2 diely Gohsenolu GL-05S a 23 dielov Carplexu č. 80-S sa zmieša a práškuje kladivovým mlynom, čím sa získa zmáčateľný prípravok podľa predloženého vynálezu.

Príklad 23

Šesťdesiatpäť dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (prípravenej ako je opísané v príklade 1A), 25 dielov Proxelu GLX, 2 diely Gohsenolu GL-05S a 8 dielov Carplexu č. 80-S sa zmieša a práškuje kladivovým mlynom, čím sa získa zmáčateľný prípravok podľa predloženého vynálezu.

Porovnávací príklad 1

S použitím 50 dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 dielov Gohsenolu GL-05S a 48 dielov Carplexu č. 80-S, sa získa prípravok zmáčateľného prášku podobným postupom, ako je opísané v príkladoch 1 a 2.

Porovnávací príklad 2

S použitím 10 dielov Protectolu GDA, 2 dielov Gohsenolu GL-05S a 88 dielov Carplexu č. 80-S, sa získa zmáčateľný prášok postupom podobným postupu, ktorý je opísaný v príklade 1.

Porovnávací príklad 3

S použitím 25 dielov Proxelu GLX, 2 dielov Gohsenolu GL-05S a 73 dielov Carplexu č. 80-S sa získa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 2, zmáčateľný prášok.

Porovnávací príklad 4

S použitím 4 dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a 96 dielov Zeeklite NG sa získa postupom podobným postupu opísanému v príklade 3 práškový prostriedok.

Porovnávací príklad 5

S použitím 4 dielov Protectolu GDA, 4 dielov Carplexu č. 80 a 92 dielov Zeeklite NG sa postupom podobným, postupu opísanému v príklade 3, získa práškový prostriedok.

Porovnávací príklad 6

S použitím 0,5 dielov Protectolu DMT a 99,5 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 4, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 7

S použitím 5 dielov Protectolu GL40, 5 dielov Carplexu č. 80 a 90 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným ako je opísaný v príklade 5, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 8

S použitím 2,5 dielov Protectolu KLC 80, 2,5 dielov Carplexu č. 80 a 95 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 6, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 9

S použitím 10 dielov Proxelu GLX, 10 dielov Carplexu č. 80 a 80 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 7, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 10

S použitím 2 dielov zlúčeniny B-6 a 98 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 8, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 11

S použitím 2 dielov zlúčeniny B-7 a 98 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 9, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 12

S použitím 2 dielov zlúčeniny B-8 a 98 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 10, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 13

S použitím 2 dielov Mekkinga P a 98 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 11, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 14

S použitím 10 dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a 90 dielov Solfitu sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 13, získa kvapalný prípravok.

Porovnávací príklad 15

S použitím 20 dielov Protectolu GDA a 80 dielov N-metyl-pyrolidónu sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 12, získa kvapalný prípravok.

Porovnávací príklad 16

S použitím 50 dielov Proxelu GLX a 50 dielov Solfitu sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 13, získa kvapalný prípravok.

Porovnávací príklad 17

S použitím 4 dielov 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 8 dielov N,N-dimetyl-formamidu a 88 dielov Kagalitu č. 2 sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 15, získa granulovaný prípravok.

Porovnávací príklad 18

S použitím 2 dielov Protectolu GDA, 7 dielov propylénglykolu a 91 dielov nosiča pre granulovaný prípravok, získaného tak, ako je opísané v príklade 14, sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 14, získa granulovaný prípravok.

Porovnávací príklad 19

S použitím 5 dielov Protectolu GLX, 5 dielov N,N-dimetylformamidu a 90 dielov Kagalitu č. 2 sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 15, získa granulovaný prípravok.

Porovnávací príklad 20

S použitím 4 dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a 96 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 16, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 21

S použitím 50 dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, 2 dielov Gohsenolu GL-05S a 48 dielov Carplexu č. 80 sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 18 a príklade 19, získa prípravok zmáčateľného prášku.

Porovnávací príklad 22

S použitím 2 dielov Protectolu TDE a 98 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 20, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 23

S použitím 5,2 dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (prípravený tak, ako je opísané v príklade 1A) a 94,8 dielov Zeeklite NG sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 22, získa práškový prípravok.

Porovnávací príklad 24

S použitím 652 dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (prípravený tak, ako je opísané v príklade 1A), 2 dielov Gohsenolu GL-05S a 33 dielov Carplexu č. 80 sa postupom, podobným postupu opísanému v príklade 23 a príklade 24, získa prípravok zmáčateľného prášku.

Údaje o aktivite

Prípravok, podľa predloženého vynálezu, môže vysoko zvyšovať a predlžovať účinok kontroly chorôb a fyziologických aktivít 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a jeho solí a môže zlepšovať reziduálny účinok. Tieto vlastnosti umožňujú ich použitie v množstvách, ktoré zodpovedajú nižším dávkam 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo jeho solí, ako bolo doteraz možné.

Pokus 1

Kontrola podania semenáčikov ryže (zmáčateľný prášok)

Kultúra *Phytophthora graminicola* (predtým kultivovaná trepaním v zemiakovo-cukrovom médiu) sa homogenizuje použitím miešača na získanie suspenzie jej hýf. Táto suspenzia sa mieša so sterilizovanou pôdou. Vzorka pôdy inokulovaná patogénom sa umiestni do malého pestovateľského boxu z plastu, 20 x 20 cm, 3 cm hlbokého. Semená ryže (var.: Koshihikari), ktoré boli predtým ponorené na germináciu, sa potiahnu známym množstvom jedného z prípravkov zmáčateľných práškov, pripravených z príkladoch 1, 2, 18 a 19 a porovnávacích príkladoch 1, 2, 3 a 21 a potom sa ihneď tieto semená vysejú v množstve 30 g suchých, nelúpaných ryžových semien na box. Semenáčky sa nechajú rásť v skleníku pri udržiavaní teploty 20 °C cez deň aj v noci. Meria sa plocha s chorobou podľa padania semenáčikov ryže 2 alebo 3 až 5 týždňov po vysiatí. Inhibícia rastu semenáčikov ryže bola skúšaná 2 týždne po vysiatí porovnaním, s kontrolou bez patogénov.

Ako je uvedené v tabuľkách 1 a 2, pôsobenie kontroly účinkom 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu pokračuje po asi 2 až 3 týždňoch. Potom sa symptómy choroby začali rýchlo objavovať a silné symptómy boli pozorované po 5 týždňoch. Ak rastliny boli ošetrené 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, vápenatou soľou 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, zlúčeninou B-1 alebo zlúčeninou B-5 samotnou, bola zistená veľmi slabá aktivita. Ak sa však 3-hydroxy-5-metylizoxazol alebo vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu spoja so zlúčeninou B-1 alebo so zlúčeninou B-5, nebola pozorovaná žiadna infekcia semenáčikov ryže ani po 5 týždňoch. Zvyškové

účinnosti 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu boli výrazne zvýšené a bola vykazovaná prekvapujúca aktivita. Po ošetroaní prípravkom, podľa vynálezu, v akejkoľvek dávke na semenáčikoch ryže nebola pozorovaná žiadna fytotoxicita, ako je inhibícia rastu rastlín. Po ošetroaní 3-hydroxy-5-metylizoxazolom vo vysokej koncentrácii (1 % hmotnosti semien), bola pozorovaná fytotoxicita (inhibujúca germináciu, inhibujúca rast), avšak po ošetroaní vápenatou soľou 3-hydroxy-5-metylizoxazolu v rovnakej koncentrácii nebola pozorovaná žiadna fytotoxicita.

Tabuľka 1

Testovaná zlúčenina			Plocha postihnutá padaním semenáčikov ryže (%)		Inhibícia rastu semenáčikov ryže
Dávka*			2 týždne po vysiatí	5 týždňov po vysiatí	
Príklad č. 1	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1			
	0,05	0,005	0	0	-
	0,1	0,01	0	0	-
	0,2	0,02	0	0	-
Príklad č. 2	Zlúčenina A	Zlúčenina B-5			
	0,05	0,005	0	0	-
	0,1	0,01	0	0	-
	0,2	0,02	0	0	-
Porov. príklad č. 1	Zlúčenina A				
	0,05		15	90	-
	0,1		0	50	-
	0,2		0	30	-
Porov. príklad č. 2		Zlúčenina B-1			
		0,005	50	100	-
		0,01	40	100	-
		0,02	25	90	-
Porov. príklad č. 3		Zlúčenina B-5			
		0,01	30	100	-
		0,02	20	80	-
		0,04	10	60	-
Neošetrená kontrola			50	100	-

*Dávka je množstvo aktívnej zlúčeniny vyjadrené ako percentá hmotnosti semien.

Tabuľka 2

Testovaná zlúčenina			Plocha postihnutá padaním semenáčikov ryže (%)		Inhibícia rastu semenáčikov ryže
Dávka*			2 týždne po vysiatí	5 týždňov po vysiatí	
Príklad č. 18	Zlúčenina C	Zlúčenina B-1			
	0,25	0,025	0	0	-
	0,5	0,05	0	0	-
	1,0	0,01	0	0	-
Príklad č. 19	Zlúčenina C	Zlúčenina B-5			
	0,25	0,025	0	0	-
	0,5	0,05	0	0	-
	1,0	0,2	0	0	-
Porov. príklad č. 1	Zlúčenina A				
	0,25		15	80	-
	0,5		0	60	±
	1,0		(neposudzované pre žiadnu germináciu)		+++

Porov. príklad č.2		Zlúčenina B-1			
		0,025	40	100	-
		0,05	30	80	-
Porov. príklad č.3		0,1	20	70	-
		Zlúčenina B-5			
		0,05	30	90	-
Porov. príklad č.21	Zlúčenina C	0,1	25	80	-
		0,25	20	80	-
		0,5	0	50	-
Neošetrená kontrola		1,0	0	20	-
			40	100	-

* ako v tabuľke 1

Pokus 2

Kontrola padania semenáčikov ryže (práškový prípravok)

Infikovaná pôda (rovnaká ako bola použitá v pokuse 1) sa spracuje s každým z práškových prípravkov, pripravených v príkladoch 3 až 11, 18, 20 a 21 a porovnávacích príkladoch 4 až 13 a 21 až 23, v celej pôdnej vrstve. Siatie, kultivácia a hodnotenie sa uskutočňuje tak, ako je opísané v pokuse 1.

Ako je uvedené v tabuľke 3, 3-hydroxy-5-metylizoxazol, vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu vykazujú zlé reziduálne účinnosti, ak sú aplikované samostatne. Tiež všetky antibakteriálne zložky, použité v tomto teste, mali slabú kontrolnú účinnosť, ako boli aplikované samo-

statne. Ak sa však 3-hydroxy-5-metylizoxazol, vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu spojí s akýmkoľvek z antimikrobiálnych činidiel, bol kontrolný účinok 3-hydroxy-5-metylizoxazolu, vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu alebo dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu podstatne zvýšený, vrátane jeho reziduálnych účinností. Okrem toho, nebola pozorovaná žiadna fytotoxicita, ako inhibícia rastu semenáčikov ryže, po aplikácii akéhokoľvek z iných prípravkov ako tých, spojených so zlúčeninou B-8. Naopak, bol promótovaný rast koreňov a získané boli zdravé semenáčky. Výsledky sú uvedené v tabuľke 3.

Tabuľka 3

Testovaná zlúčenina			Plocha postihnutá padaním semenáčikov ryže (%)		Inhibícia rastu semenáčikov ryže
Dávka*			2 týždne po vysiatí	5 týždňov po vysiatí	
Príklad č.3	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1			
	10	5	0	0	-
	20	10	0	0	-
Príklad č.4	Zlúčenina A	Zlúčenina B-2			
	10	5	0	30	-
	20	10	0	10	-
Príklad č.5	Zlúčenina A	Zlúčenina B-3			
	10	5	5	60	-
	20	10	0	0	-
Príklad č.6	Zlúčenina A	Zlúčenina B-4			
	10	5	0	70	-
	20	10	0	10	-
Príklad č.7	Zlúčenina A	Zlúčenina B-5			
	10	5	0	0	-
	20	10	0	0	-
Príklad č.8	Zlúčenina A	Zlúčenina B-6			
	10	5	10	50	-
	20	10	0	20	-
Príklad č.9	Zlúčenina A	Zlúčenina B-7			
	10	5	10	30	-
	20	10	0	30	-
Príklad č.10	Zlúčenina A	Zlúčenina B-8			
	10	5	0	40	-
	20	10	0	30	-
Príklad č.11	Zlúčenina A	Zlúčenina B-9			
	10	5	10	40	-
	20	10	0	35	-

Příklad č.16	Zlúčenina A 10 20	Zlúčenina B-1 5 10	0 0	0 0	- -
Příklad č.20	Zlúčenina A 10 20	Zlúčenina B-10 5 10	0 0	15 0	- -
Příklad č.21	Zlúčenina A 10 20	Zlúčenina B-1 5 10	0 0	0 0	- -
Porov. příklad č.4	Zlúčenina A 10 20		10 0	80 40	- -
Porov. příklad č.5		Zlúčenina B-1 5 10	40 30	100 80	- -
Porov. příklad č.6		Zlúčenina B-2 5 10	40 35	100 90	- -
Porov. příklad č.7		Zlúčenina B-3 5 10	40 30	100 90	- -
Porov. příklad č.8		Zlúčenina B-4 5 10	50 40	90 90	- -
Porov. příklad č.9		Zlúčenina B-5 5 10	20 10	100 80	- -
Porov. příklad č.10		Zlúčenina B-6 5 10	50 30	100 100	- -
Porov. příklad č.11		Zlúčenina B-7 5 10	50 50	100 90	- -
Porov. příklad č.12		Zlúčenina B-8 5 10	40 20	100 90	- -
Porov. příklad č.13		Zlúčenina B-9 5 10	40 30	100 80	- -
Porov. příklad č.20	Zlúčenina C 10 20		15 0	80 50	- -
Porov. příklad č.22		Zlúčenina B-10 5 10	50 30	100 90	- -
Porov. příklad č.23	Zlúčenina D 10 20		18 5	80 65	- -
Neošetrená kontrola			50	100	-

* Dávka je množstvo účinnej zloženia (mg) na box.

Pokus 3

Kontrola fusariového schnutia uhoriek (kvapalný prípravok)

Suspenzia mikrokonidií *Fusarium oxysporum f. sp. cucumerinum* (ktorá bola predtým kultivovaná trepaním v zemiakovo-cukrovom médiu) sa zmieša so sterilizovanou pôdou. Vzorka pôdy bola naplnená do plastového kvetináča (veľkosť asi 2 litre). Semenáčky uhoriek (var.: Sagami Hanjiro, v štádiu dvoch lístkov) boli potom vysadené do kvetináčov v množstve 3 uhoriek na kvetináč. Každá vzorka pôdy, v ktorej sa uskutočňuje pestovanie, bola morená

množstvom 100 ml na nádobu, známym množstvom kvapalného prípravku pripraveného, ako je opísané, v príkladoch 12, 13 a 17 a porovnávacích príkladoch 14, 15 a 16, po zriedení vodou. Po 3 a 5 týždňoch pestovania v skleníku bol stanovený počet zdravých semenáčikov. Výsledky sú priemerom z piatich rovnako ošetrovaných nádob v každom jednotlivom prípade.

Pôdny fungicídny prípravok, podľa vynálezu, výborne inhibuje výskyt fusariového schnutia, ako vyplýva z tabuľky 4.

Tabuľka 4

Testovaná zlúčenina			Percento zdravých semenáčikov		Fytotoxicita
Dávka*			po 3 týždňoch	po 5 týždňoch	
Príklad č. 12	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1			
	200	200	100	95	-
	400	400	100	100	-
	600	600	100	100	-
Príklad č. 13	Zlúčenina A	Zlúčenina B-5			
	200	200	100	90	-
	400	400	100	100	-
	600	600	100	100	-
Príklad č. 17	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1 Zlúčenina B-5			
	200	200 200	100	100	-
	400	400 400	100	100	-
Porov. príklad č. 14	Zlúčenina A				
	200		30	0	-
	400		50	10	-
	600		60	10	-
Porov. príklad č. 15	Zlúčenina B-1				
	200		25	0	-
	400		25	0	-
	600		25	0	-
Porov. príklad č. 16		Zlúčenina B-5			
		200	20	0	-
		200	20	0	-
		600	30	0	-
Neošetrená kontrola			20	0	-

* Dávka je koncentrácia účinnej zlúčeniny (ppm) v moriacej kvapaline

Pokus 4

Kontrola padania semenáčikov cukrovej repy (granuly)

Mycelium buniek *Aphanomyces cochlioides*, zahrnujúce oospóry, ktoré boli získané kultiváciou mikroorganizmov na agarovom médiu s kukuričnou múkou, ku ktorému bol pridaný cholesterol, sa homogenizuje v miešači a zmieša sa so sterilizovanou pôdou. Každá vzorka pôdy sa umiestni do nádoby z plastu (veľkosť 30 x 40 cm, 20 cm hlboká). Semená cukrovej repy (var.: Monomidori) sa vysejú v množstve 60 semien na nádobu. Po vysiatí sa každý

z granulovaných prípravkov, získaných v príkladoch 14. a 15 a porovnávacích príkladoch 17, 18 a 19, rozptýli na povrchu vzorky pôdy v každej nádobe. Po kultivácii v skleníku, po 6 týždňoch, sa stanoví počet zdravých semenáčikov. Výsledky sú priemerom z 3 rovnako ošetrených nádob, v každom jednotlivom prípade. Pôdny fungicídny prípravok, podľa predloženého vynálezu, vykazuje výraznú účinnosť proti padaniu semenáčikov cukrovej repy, ako je uvedené v tabuľke 5.

Tabuľka 5

Testovaná zlúčenina			% zdravých semenáčikov	Fytotoxicita
Dávka*				
Príklad č.14	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1		
	10	2,5	60	-
	20	5	90	-
	40	10	100	-
Príklad č.15	Zlúčenina A	Zlúčenina B-5		
	10	2,5	70	-
	20	5	90	-
	40	10	100	-
Príklad č.17	Zlúčenina A			
	10		30	-
	20		50	-
	40		60	
Porov. príklad č.18		Zlúčenina B-1		
		2,5	20	-
		5	25	-
		10	25	-

Porov. príklad č.19	Zlúčenina B-5			
	2,5		15	-
	5		20	-
	10		20	-
Neošetrená kontrola			20	-

* Dávka je množstvo (mg) účinnej zlúčeniny na nádobu.

Pokus 5

Kontrola padania semenáčikov cukrovej repy (zmáčateľný prášok)

Opakuje sa postup opísaný v príklade 3, v ktorom bola vzorka pôdy infikovaná patogénom a umiestnená do nádoby z plastu, semenáčky cukrovej repy (var.: Monomidori a Hokkai č. 15) boli potiahnuté prípravkami zmáčateľného prášku, získaného ako je opísané v príkladoch 18, 19, 22 a 23 a porovnávacích príkladoch 1, 2, 3, 21 a 24, spolu s 2 %

kvapalnej arabskej gumy. Semená cukrovej repy, ktoré boli potiahnuté, sa vysejú v množstve 60 semien na nádobu. Po 6 týždňovej kultivácii v skleníku sa stanoví počet zdravých semenáčikov. Výsledky sú priemerom z 3 rovnako ošetrovaných nádob, v každom jednotlivom prípade. Pôdny fungicídny prípravok, podľa predloženého vynálezu, vykazuje výraznú účinnosť proti padaniu semenáčikov cukrovej repy a okrem toho, nebola pozorovaná žiadna fytotoxicita, ako je uvedené v tabuľke 6.

Tabuľka 6

Testovaná zlúčenina			Monomidori		Hokkai 51	
dávka*			% zdrav. semenáčikov	fyto-toxicita	% zdrav. semenáčikov	fytotoxicita
Príklad č. 18	Zlúčenina C 1,0	Zlúčenina B-1 0,1	85	-	90	-
	1,5	0,15	90	-	95	-
Príklad č. 19	Zlúčenina C 1,0	Zlúčenina B-5 0,1	80	-	88	-
	1,5	0,15	90	-	95	-
Príklad č. 23	Zlúčenina D 1,0	Zlúčenina B-1 0,1	90	-	93	-
	1,5	0,15	63	-	95	-
Príklad č. 24	Zlúčenina D 1,0	Zlúčenina B-5 0,1	85	-	90	-
	1,5	0,15	95	-	95	-
Porov. príklad č. 1	Zlúčenina A 1,0		37	-	90	-
	1,5		53	oneskorený rast	95	oneskorený rast
Porov. príklad č. 2		Zlúčenina B-1 0,1	8	-	10	-
		0,15	10	-	14	-
Porov. príklad č. 3		Zlúčenina B-1 0,1	7	-	11	-
		0,15	10	-	13	-
Porov. príklad č. 21	Zlúčenina C 1,0		47	-	70	-
	1,5		60	-	80	-
Porov. príklad č. 24	Zlúčenina D 1,0		50	-	75	-
	1,5		55	-	80	-
Neošetrená kontrola			5	-	8	-

*Dávka je množstvo účinnej zlúčeniny a je vyjadrená ako percentá hmotnosti semien

Príklad 6

Priamy test vysiati s použitím pôdy z ryžových zavodnených polí

Pôda z ryžových zavodnených polí bola umiestnená do nádoby z plastu (veľkosť 50 cm x 40 cm, hĺbka 10 cm) do výšky 5 cm, potom bola pridaná voda a pôda sa nechala usadiť. Semená ryže (var.: Koshihikari), ktoré boli predtým ponorené na germináciu, boli potiahnuté známym množstvom každého z prípravkov zmáčateľných práškov pripra-

vených, ako je opísané v príkladoch 18 a 19 a v porovnávacích príkladoch 1 až 3 a 21 a potom boli ihneď vysiate do vzorky pôdy do hĺbky 2 cm v množstve 120 semien na nádobu, pri udržiavaní hĺbky vody 3 cm až 5 cm, boli semená pestované tri týždne v skleníku, pri teplote 20 °C počas dňa a pri teplote 15 °C v noci. Po uplynutí tejto doby bol stanovený podiel semien, ktoré boli usadené a stupeň fytotoxicity. Ako je uvedené v tabuľke 7, aj keď percentá semenáčikov, ktoré boli usadené boli vyššie v nádobách o-

šetrených 3-hydroxy-5-metylizoxazolom alebo jeho vápenatou soľou samotnou ako v neošetrenej kontrole, boli tieto percentá výrazne vyššie v nádobách, v ktorých bola kombinovaná zlúčenina B-1 alebo B-5 s vápenatou soľou 3-hydroxy-5-metylizoxazolu. Množstvo semenáčikov usadených v nádobách, ošetrovaných samotnou zlúčeninou B-

1 alebo B-5, sa málo líši od hodnôt dosiahnutých v kontrole. Kombinované antimikrobiálne zlúčeniny nevykazujú žiadnu fytotoxicitu v akejkoľvek dávke, ani samotný 3-hydroxy-5-metylizoxazol nevykazuje žiadnu toxicitu.

Tabuľka 7

Testovaná zlúčenina			množstvo usadených semenáčikov %	Fytotoxicita
Dávka*				
Príklad č.18	Zlúčenina C 0,5	Zlúčenina B-1 0,05	95	-
Príklad č.19	Zlúčenina C 0,5	Zlúčenina B-5 0,05	92	-
Porov. príklad č. 1	Zlúčenina A 0,5		68	-
Porov. príklad č. 2		Zlúčenina B-1 0,05	58	-
Porov. príklad č. 3		Zlúčenina B-5 0,05	60	-
Porov. príklad č. 21		Zlúčenina C 0,5	72	-
Neošetrená kontrola			54	

*Dávka je množstvo účinnej zlúčeniny vyjadrené ako percentá hmotnosti semien.

Príklad 7

Algicídny test v roztoku na hydropóniu

Riasy rástli vo vodnej nádrži v skleníku. Bola odobratá vzorka vody do 100 ml kadičky a k nej bola pridaná známa koncentrácia každého z kvapalných prípravkov, pripravených ako je opísané v príkladoch 12 a 13 a porovnávacích príkladoch 14, 15 a 16. V skleníku bola udržiavaná voda a po 1 týždni bol skúšaný stupeň vývoja rias.

Výsledky sú uvedené v tabuľke 8 a je z nich zrejmé, že prípravok podľa predloženého vynálezu má výrazný algicídny účinok.

V tabuľke 8 je stupeň vývoja rias označený nasledujúcimi symbolmi:

- nebol pozorovaný žiadny vývoj,
- ± bol pozorovaný slabý vývoj,
- + bol pozorovaný vývoj,
- ++ bol pozorovaný primeraný vývoj,
- +++ bol pozorovaný taký vývoj ako je v kontrole.

Tabuľka 8

Testovaná zlúčenina				Stupeň rias
Dávka*				
Príklad 12	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1		
	30	30		-
	100	100		-
Príklad 13	Zlúčenina A	Zlúčenina B-5		
	30	30		-
	100	100		-
Príklad 17	Zlúčenina A	Zlúčenina B-1	Zlúčenina B-5	
	10	10		-
	30	30		-
Porov. príklad 14	Zlúčenina A			
	30			+
	100			±
Porov. príklad 15		Zlúčenina B-1		
		30		++
		100		++
Porov. príklad 16		Zlúčenina B-5		
		30		+++
		100		++
Neošetrená kontrola				+++

*Dávka je koncentrácia účinnej zlúčeniny v ppm.

Príklad 1A

5,7 kg vody, 0,57 kg hydroxidu vápenatého a 1,4 kg 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa vloží do 10 l sklenenej nádoby a zmes sa zahrieva na teplotu 80 °C až do rozpustenia tuhých látok. Ešte teplá sa prefiltruje. Filtrát sa potom ochladí na teplotu 0 °C. Kryštály, ktoré sa vylúčia, sa oddeľia filtráciou a sušia sa 2 hodiny pri teplote 55 °C. Získa sa 1,0 kg surových bielych kryštálov. Tieto sa rekryštalizujú z vody a potom sa 2 hodiny sušia pri teplote 55 °C. Získajú sa biele kryštály s teplotou topenia 280 °C (s rozkladom).

Elementárna analýza pre $C_8H_8N_2O_4Ca \cdot 4H_2O$
 vypočítané 31,17 % C, 5,23 % H, 9,09 % N,
 zistené 31,09 % C, 5,24 % H, 9,07 % N.
 Infračervené absorpčné spektrum (KBr), ν_{max} cm^{-1} :
 3377(s), 3220(W), 1650(W), 1626(s), 1510(s),
 1410(s), 1255(s), 1125(s), 1025(s), 900(s).

Spektrum nukleárnej magnetickej rezonancie (D_2O), δ ppm:
 2,11 (3H, dublet, $J = 0,8$ Hz), 5,36 (1H, kvartet, $J = 0,8$ Hz).

Obsah vody metódou Karl-Fischer:
 vypočítané (%): 23,37,
 zistené (%): 23,62.

Na základe uvedených analytických údajov bola zlúčenina, ktorá bola získaná, potvrdená ako dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu.

Príklad 2A

6,5 hmotnostných dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (surové biele kryštály, získané ako je opísané v príklade 1, 97,8% čistota, počítané ako dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu) a 93,5 hmotnostných dielov Zeeklite NG (označenie jemného prášku, ktorý obsahuje kaolinit a sericit ako hlavné zložky, produkt firmy Zeeklite Co., Ltd.) sa zmieša a potom sa práškuje, používajúc práškovacie zariadenie kladivového typu (Ecksample) mlyn typ KII-1, produkt firmy Fuji Powder Co., Ltd.). Získa sa práškový prípravok.

Príklad 3A

64,5 dielov hmotnostných dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 97,8 %) a 35,5 dielov hmotnostných Carplexu č. 80 (označenie pre hydratovaný amorfný oxid kremičitý, produkt firmy Shionogi and Co., Ltd.) sa zmieša a potom sa jemne práškuje, používajúc Ecksample mlyn typu KII-1. Získa sa práškový prípravok.

Príklad 4A

80,0 hmotnostných dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 98,8 %) a 19,0 dielov hmotnostných Carplexu č. 80 a 1,0 hmotnostný diel Gohsenolu GL05S (označenie pre polyvinylalkohol, produkt firmy Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.) sa zmieša a potom sa jemne práškuje, používajúc Ecksample mlyn typu KII-1. Získa sa potiahnutý práškový prípravok.

Príklad 5A

90,0 hmotnostných dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 98,8 %), 7 hmotnostných dielov FARZYM-T (označenie pre denaturovaný škrob, produkt Matsutani Chem. Ind. Co., Ltd.) a 3 hmotnostné diely Neogen Powder (označenie pre alkyl(C_{12})-benzénsulfonát sodný, produkt Dai-Ichi Kogyo Seyaku Co., Ltd.) sa zmieša a potom sa jemne práškuje, používajúc Ecksample mlyn typu KII-1. Získa sa potiahnutý práškový prípravok.

Príklad 6A

50 hmotnostných dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 98,9 %), 45,0 hmotnostných dielov Caoline KCS (označenie pre jemný prášok kaolínovej hlinky, produkt firmy Matsamura Ind., Co., Ltd.) a 5,0 hmotnostných dielov Labelínu FAN (označenie pre sodnú soľ kondenzačného produktu kyseliny naftalén-sulfónovej a formalínu, produkt firmy Dai-Ichi Kogyo Seyaku Co., Ltd.) sa zmieša a zmes sa práškuje používajúc mlyn Ecksample typ KII-1. Získa sa 1000 g práškoveho produktu. Tento produkt sa umiestni do vertikálneho granulátora typu FM-VG-05 (miešací granulátor, výrobok firmy Powrex Co., Ltd.), pridá sa 150 g vody, miešaním sa premieša 3 minúty pri rýchlosti lopatky 800 $ot \cdot min^{-1}$ a pri rýchlosti 3000 $ot \cdot min^{-1}$. Získa sa granulovaný produkt, ktorý sa suší v sušiarňi s fluidným lôžkom, Mizet Dryer typ MD-B-400 (produkt firmy Fuji Powder Co., Ltd.), dokiaľ nie je pri teplote vstupného vzduchu 60 °C dosiahnutá výstupná teplota 50 °C. Produkt bol preosiaty, čím boli oddelené častice 150 μm až 840 μm a takto bol získaný prípravok požadovaných, vo vode dispergovateľných granulí.

Príklad 7A

26 hmotnostných dielov vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 97,8 %) sa pridá k zmesi 53 hmotnostných dielov etylénglykolu a 21 hmotnostných dielov vody a rozpustí sa. Získa sa kvapalný prípravok.

Porovnávací príklad 1A

Opakuje sa postup podobný postupu opísanému v príklade 6A s tým rozdielom, že sa 50 hmotnostných dielov dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 98,8 %) nahradí 32,0 hmotnostnými dielmi 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (čistota 98,7 %) a 45,0 hmotnostných dielov Caoline KCS sa nahradí 63,0 hmotnostnými dielmi Caoline KCS. Získa sa dispergovateľný granulovaný prípravok.

Hodnoty aktivity

Pokus 1A

Odparovanie účinnej zlúčeniny v procese sušenia

Teoretický obsah účinných zlúčenín v produktoch príkladu 6A a porovnávacieho príkladu 1A sa porovnáva s aktuálnym obsahom účinnej zlúčeniny, meraním aktuálneho obsahu účinnej zložky pred a po sušení v sušiarňi s fluidným lôžkom. Teoretické a aktuálne obsahy účinných zlúčenín sa vypočítajú bez ohľadu na obsah vody, pretože obsah vody bol menší ako 1,0 %. V produktoch z príkladu 6A a porovnávacieho príkladu 1A, ak obsah vody vo vzorke bol 1,5 % alebo vyšší, bolo pozorované zlepšovanie dispergovateľného prípravku, počas skladovania vo vode (vzájomné nalepovanie častíc). Na udržanie kvality je potrebné, aby obsah vody bol menší ako 1,0 %.

Stanovenie obsahu vody vo vzorke

Asi 5 g každej vzorky sa nechá stáť 48 hodín v exsikátore, ktorý obsahuje oxid fosforečný pri teplote miestnosti a rozdiel medzi hmotnosťou pred a po uchovaní v exsikátore sa hodnotí ako obsah vody. Počas 48 hodín stáť v exsikátore sa prejaví akékoľvek odparenie účinnej zlúčeniny, pretože oxid fosforečný absorbuje iba vodu a neabsorbuje 3-hydroxy-5-metylizoxazol. V súlade s tým, je obsah účinnej zlúčeniny po stáť v exsikátore obvyčajne vyšší ako pred ním.

Obsah účinnej zloženej, dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu v prípravku z príkladu 6A alebo 3-hydroxy-5-metylizoxazolu samotného v prípravku z porovnávacieho príkladu 1A bol meraný nasledovne:

3-Hydroxy-5-metylizoxazol

Asi 0,7 g vzorky sa extrahuje 50 ml metanolu. Do Erlenmeyerovej banky sa umiestni 5 ml tohto roztoku, 5 ml metanolickeho roztoku, obsahujúceho 10 mg kyseliny ftálovej, 1,0 ml 0,1N vodnej kyseliny sírovej a 19 ml vody (ako vnútorný štandard) sa potom pridá do banky. 5 µl tohto roztoku sa nastrekne do kolóny vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie (HPLC). Stanoví sa eluovaná účinná zloženie a kyselina ftálová a kvantifikujú sa monitorom ultrafialového svetla (240 nm) a digitálnym integrátorom. Kalibračná krivka pripravená zo štandardných roztokov bola použitá za účelom stanovenia množstva aktívnej zloženej vo vzorke.

HPLC podmienky:

kolóna: 4,6 x 250 mm Zorbax ODS (obchodná značka)
mobilná fáza: metanol, voda a 1 % kyseliny fosforečnej v pomere 30 : 68 : 2 obj.
prietoková rýchlosť: 1 ml/minútu.

Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu

Ak dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu je premenený na 3-hydroxy-5-metylizoxazol v kyslom roztoku, analytická metóda pre túto zloženu je rovnaká ako pre 3-hydroxy-5-metylizoxazol. Percentuálny obsah (D %) dihydrátu vápenatej soli je vypočítaný nasledovne:

$$D \% = A \times B / C,$$

kde

A je obsah 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (% hmotn.),

B je molekulová hmotnosť dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu,

C je molekulová hmotnosť 3-hydroxy-5-metylizoxazolu.

Výraz „zvýšené množstvo“ znamená obsah aktívnej zloženej po procese sušenia, vyjadrený ako percentá obsahu aktívnej zloženej pred sušením. Teoretický obsah aktívnej zloženej po procese sušenia bol 49,4 % a 31,6 % v príklade 6A a v porovnávacom príklade 1A. Výsledky sú uvedené v nasledujúcej tabuľke 9.

Tabuľka 9

	Príklad 6A	Porovnávaci príklad 1A
Obsah vody (%)	0,9	0,9
Obsah aktívnej zloženej (%)	49,4	26,3
Zvyšné množstvo	100,0	83,2

V príklade 6A nebolo pozorované žiadne odparenie aktívnej zloženej počas procesu sušenia, ale v porovnávacom príklade 1A došlo k strate 16,8 % aktívnej zloženej počas procesu sušenia.

Pokus 2A

5 g bezvodnej draselnej, sodnej a vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa umiestni do poréznej porcelánovej misky (10 cm v priemere). Zloženej sa na porovnanie nechajú zhorieť a porovnáva sa ich spáliteľnosť. Výsledky sú nasledujúce:

1. Draselná soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (obsah vody: 1,5 %): Táto zložena horí búrlivo, tvorí sa biely dym a skoro ihneď sa úplne odparí.

2. Sodná soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (obsah vody 1,0 %): Táto zložena horí búrlivo, pričom sa tvorí biely dym a skoro ihneď sa úplne odparí.

3. Vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (bezvodná): Táto zložena horí rýchlo, pričom sa tvorí čierny dym.

4. Vápenatá soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu (dihydrát): Aj keď sa občas tvorí sadzovitý dym, táto zložena nehorí. Pri opakovaných pokusoch o zapálenie soli, až päťkrát, soľ sa nezapálila, napriek tomu, že podstatná časť zloženej sa odparila.

Príklad 3A

5 g vzorky bezvodnej draselnej a sodnej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu a dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sa umiestni na sklenenú misku a nechajú sa stáť v exsíkátore udržiavanom v relatívnej vlhkosti 80 % pri teplote 40 °C. Obsah vody bezvodnej draselnej a sodnej soli sa rýchlo zvyšuje a za 48 hodín sa zvýši na asi 90 %. Rýchlosť zvyšovania sa potom začala znižovať, ale celkové zvýšenie obsahu vody po 96 hodinách bolo nad 100 % (sodná soľ) alebo skoro 100 % (draselná soľ). Naopak, obsah vody dihydrátu vápenatej soli nevykazuje žiadne zvýšenie počas celého testu (96 hodín). Z týchto výsledkov je zrejmé, že bezvodná draselná a sodná soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu sú hygroskopické, avšak u dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu nebola zistená žiadna hygroskopickosť. Je tiež zrejmé, že ani draselná ani sodná soľ 3-hydroxy-5-metylizoxazolu netvorí stabilný dihydrát.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Dihydrát vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu.

2. Spôsob prípravy zloženej podľa nároku 1, vyznačujúci sa tým, že zahŕňa reakciu vápenatej zloženej s 3-hydroxy-5-metylizoxazolom a získanie požadovanej vápenatej soli v podmienkach, pri ktorých sa výhodne tvorí dihydrát.

3. Spôsob podľa nároku 2, vyznačujúci sa tým, že sa jeden molárny diel hydroxidu vápenatého a 2 molárne diely 3-hydroxy-5-metylizoxazolu pridajú do vody a rozpustia pri teplote 70 až 90 °C, výsledný roztok sa prefiltruje pokiaľ je ešte teplý, filtrát sa ochladí asi na teplotu 0 °C, kryštály sa odfiltrujú a sušia.

4. Agrochemický prípravok, vyznačujúci sa tým, že obsahuje 10 až 95 % hmotn. dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu podľa nároku 1.

5. Agrochemický prípravok podľa nároku 4, vyznačujúci sa tým, že prípravkom je pôdny fungicíd s obsahom dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu v zmesi alebo v spojení s antimikrobiálnym činidlom a že pomer tejto soli k antimikrobiálnemu činidlu je 15 : 1 až 1 : 2.

6. Prípravok podľa nároku 5, vyznačujúci sa tým, že antimikrobiálne činidlo je vybrané zo skupiny, zahrnujúcej 1,5-pentándial, 2,5-dimetoxytetrahydrofurán, glyoxal, benzalkóniumchlorid, 1,2-benzizotiazolín-3-ón, hydroxid meďnatý, 4-chlór-2-xylenol, 4-chlór-2-keazol, estery kyseliny p-hydroxy-benzoovej a tetrahydro-3,5-dimetyl-2H-1,3,5-tiadiazín-2-tión.

7. Prípravok podľa nároku 6, vyznačujúci sa tým, že antimikrobiálne činidlo je vybrané zo skupiny, zahrnujúcej 1,5-pentándial a 1,2-benzizotiazolín-3-ón.

8. Prípravok podľa ktoréhokoľvek z nárokov 5 až 7, vyznačujúci sa tým, že pomer dihydrátu

vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu k antimikrobiálnemu činidlu je 13 : 1 až 1 : 1.

9. Použitie dihydrátu vápenatej soli 3-hydroxy-5-metylizoxazolu podľa nároku 1, na ochranu plodín, iných rastlín, pôdy alebo iných agrikultúrnych médií pred fungicídnym atakom.

Koniec dokumentu
