

(19)



(10) LT 3180 B

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patento numeris: 3180

(51) Int.Cl.⁵: C07D 261/00,
A01N 43/80

(21) Paraiškos numeris: IP508

(22) Paraiškos padavimo data: 1993 05 03

(41) Paraiškos paskelbimo data: 1994 08 25

(45) Patento paskelbimo data: 1995 02 27

(31,32,33) Prioritetas: 4-114808, 1992 05 07, JP 5-42523, 1993 03 03, JP

(72) Išradėjas:

Fujimoto Masahiko, JP
Tanizawa Kinji, JP
Yasui Kenji, JP
Sabi Hiroshi, JP
Kobayashi Kozo, JP
Ohkouchi Takeo, JP
Hosoda Hiroshi, JP
Kato Shigehiro, JP
Kondo Yasuhiko, JP
Takahi Yukiyoshi, JP

(73) Patento savininkas:

Sankyo Company Limited, 5-1, Nichonbashi Honcho, 3-chome, Chuo-ku, Tokyo 103, JP

(74) Patentinis patikėtinis:

Marius Jakulis-Jason, 3, A.A.A.Baltic Service Company, Rūdninkų g. 18/2-12, 2001 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Agrocheminės kompozicijos ir 3-hidroksi-5-metilizoksazolo talkymo būdai

(57) Referatas:

3-Hidroksi-5-metilizoksazolo mišinys su antimikrobinio agentu, naudojamas žemės ūkyje, pasižymi geru fungicidiniu veikimu, kuris tęsiasi ilgiau, negu naudojant vien tik 3-hidroksi-5-metilizoksazolą. 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas yra geresnis, palyginus su laisvu 3-hidroksi-5-metiloksazolu, kitomis druskomis ir bevandeniu junginiu.

Šis išradimas skirtas tam tikroms naujoms kompozicijoms ir būdams, naudojantiems žinomą dirvožemio fungicidą ir augalų augimo reguliatorių 3-hidroksi-5-metilizoksazolą, įskaitant, tarp kitų, specifinį šio junginio kalcio druskos hidratą.

3-Hidroksi-5-metilizoksazolas, kuris taip pat žinomas įprastu vardu "himeksazolas" ir yra parduodamas Sankyo Co. Ltd. prekybiniu pavadinimu "Tachigaren", yra atskleistas, tarp kitų, GB paraiškoje Nr. 1 113 618. Vėlesnės GB paraiškos Nr. 1 199 737 ir Nr. 1 256 835 atskleidžia kitus jo gavimo būdus ir atskleidžia jo šarminio metalo druskas. JP paraiškos Nr. Sho 45-38953, Sho 45-72625, Sho 39-73350, Sho 45-29263 ir Sho 45-108798 atskleidžia įvairius specifinius šio junginio panaudojimus, gydant ar užkertant kelią įvairioms augalų ligoms, arba reguliuojant augalų augimą. Šie pritaikymai taip pat atskleidžia 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druską kaip ypač naudingą, bet nėra atskleistas joks šių junginių hidratas. 3-hidroksi-5-metilizoksazolo panaudojimų ir veikimo pilna apžvalga pasirodė Ann. Sankyo Res. Lab., 25, 1-51 (1973).

Dirvožemio pernešamos ligos, veikiančios įvairius pasėlius ir sukeltos dirvožemyje gyvenančių patogenų, ilgą laiką yra pagrindinė derliaus užauginimo ir žemės ūkio tvarkymo problemų priežastis, kadangi jos daro didelę žalą ir su jomis sunku kompetentingai kovoti. Šias problemas pasunkino pastarųjų metų tendencija taikyti intensyvaus arba mono-auginimo schemas, dėl ko vieno tipo kultūros daug metų pastoviai auginamos tame pačiame dirvožemyje, šiltnamiuose arba atvirame lauke. Kaip to pasekmė, labai paplito dirvožemio pernešamos ligos, kas sukėlė žalą ir finansinius nuostolius, nes šios ligos arba sumažina, arba sunaikina derlių. Tipiški dirvožemyje gyvenantys patogenai, sukeliantys

tokias dirvožemio pernešamas ligas, apima mikro-organismus, priklausančius *Fusarium*, *Pythium*, *Aphanomyces* ir *Rhizoctonia* gentims.

- 5 3-Hidroksi-5-metilizoksazolas dabar yra plačiai naudojamas, užkertant kelią daugeliui dirvožemio pernešamų ligų, sukeltų tokių dirvožemyje gyvenančių patogenų, kadangi jis yra ir efektyvus, ir labai patikimas. Pvz., jis yra naudojamas, tarp kitų,
- 10 užkertant kelią ryžių ir kitų pasėlių sėjinukų iššutimui, sukeltam *Pythium* ir *Fusarium spp.*, fuzariozės įvairių pasėlių vytimui, sukeltam *Fusarium sp.*, ir cukrinių runkelių iššutimui, sukeltam *Aphanomyces sp.* 3-Hidroksi-5-metilizoksazolas gali
- 15 užkirsti kelią šioms dirvožemio pernešamoms ligoms ne tik tiesiog apdorojant dirvožemį, bet taip pat ir potencialiai paveikiant augalų sėklą. Pvz., sėklos apdorojimas su 3-hidroksi-5-metilizoksazolu efektyviai stabdys cukrinių runkelių sėjinukų iššutimą, sukeliama
- 20 *Aphanomyces* ir *Pythium sp.* Todėl 3-hidroksi-5-metilizoksazolo sėklos apvalkalas plačiai naudojamas Japonijoje ir daugelyje Europos šalių. Be to, yra žinoma, kad 3-hidroksi-5-metilizoksazolas daro tam tikrą fiziologinį poveikį įvairioms grūdinėms
- 25 kultūroms. Pvz., jis pagreitina šaknų augimą ir padidina šaknų fiziologinį veiksmingumą. Todėl Japonijoje labai priimta apdoroti ryžių sėklą 3-hidroksi-5-metilizoksazolu iš anksto, prieš sodinant į užlietus ryžių laukus; ir yra žinoma, kad šis
- 30 apdorojimas yra veiksmingas, stabilizuojant ryžių sėjinukų prigijimą.

Toliau, kai 3-hidroksi-5-metilizoksazolas ir/arba jo druskos yra naudojamos hidroponikoje, jie turi

35 algicidinį poveikį prieš, pvz., tvenkinio maurus.

- Yra žinoma, kad 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska, kaip minima JP paraiškoje Kokai Nr. Sho 48-38148, turi panašų veiksmingumą kaip pats 3-hidroksi-5-metilizoksazolas prieš augalų ligas, veikiančias
5 įvairius pasėlius. Be to, kadangi 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska yra mažiau laki negu 3-hidroksi-5-metilizoksazolas, druska turi praktinių pranašumų, kai naudojama sėklos apdorojimui.
- 10 Tačiau dirvožemyje 3-hidroksi-5-metilizoksazolas greitai išskaidomas dirvožemio mikroorganizmų. Tai yra faktorius, kuris riboja jo liekamąjį efektyvumą, kaip pranešama Ann. Sankyo Res. Lab. 25, 42-45.
- 15 Jei 3-hidroksi-5-metilizoksazolo dozė yra smarkiai padidinta tam, kad būtų prailgintas liekamasis efektyvumas, ant paveiktų augalų, ypač apdorojus sėklą, gali atsirasti fitotoksiškumas, toks kaip augimo inhibicija arba pavėlavęs sudygimas. 3-hidroksi-5-
- 20 metilizoksazol^o kalcio druska yra tuo pačiu atžvilgiu geresnė, negu 3-hidroksi-5-metilizoksazolas, kadangi fitotoksiškumas, sukeltas kalcio druskos, apdorojant sėklą, yra mažesnis negu tas, kurį sukelia 3-hidroksi-5-metilizoksazolas. Tačiau netgi kalcio druska kartais
- 25 sukelia fitotoksiškumą, jei naudojama dideliais kiekiais. Tuo būdu sunku padidinti liekamąjį efektyvumą, žymiai padidinant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo arba jo kalcio druskos kiekį. Nepaisant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir jo darinių naudingumo, išlieka poreikis
- 30 pagerinti liekamąjį šių junginių efektyvumą.

Iki šiol buvo nagrinėjamas 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir jo darinių pranašumas, kad šie junginiai greitai skyla dirvožemyje iki anglies dioksido, tuo būdu
35 palikdami mažai liekanų ir sumažindami sugėrimą į augalus, kad negalėtų įvesti junginių į maistą. Galvojama, kad šio įvedimo geriausia išvengti, net jei

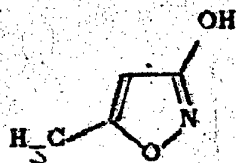
šie junginiai yra pastebimai netoksiški gyvuliams, įskaitant žmogų.

5 Tačiau mes dabar netikėtai atradome, kad antimikrobinio
agento, kartu su 3-hidroksi-5-metilizoksazolu ar jo
druska panaudojimas, inhibuos 3-hidroksi-5-metilizoks-
azolo skilimą ir pailgins efektyvumo periodą,
galiausiai neišvengiant šio skilimo, tuo būdu
10 palaikant žinomus šių junginių saugumo pranašumus. Be
to, mes radome, kad liekamojo efektyvumo dirvožemyje
pagerinimas yra didesnis, negu galėtų būti
prognozuojamas paprastai iš junginio skilimo
inhibicijos.

15 Mes taip pat atskleidėme, kad iki šiol nežinomas 3-
hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas
turi ypatingus pranašumus prieš patį 3-hidroksi-5-
metilizoksazolą ir jo žinomas druskas, kaip čia
smulkiai paaiškinta toliau.

20 Atitinkamai, vienu aspektu, šis išradimas pateikia
dirvožemio fungicidinę kompoziciją, susidedančią iš 3
hidroksi-5-metilizoksazolo arba jo druskos mišinyje
arba asocijate su antimikrobinu agentu. Kitu aspektu,
25 šis išradimas pateikia kaip naują šios srities
kompozicijos medžiagą - 3-hidroksi-5-metilizoksazolo
kalcio druskos dihidratą.

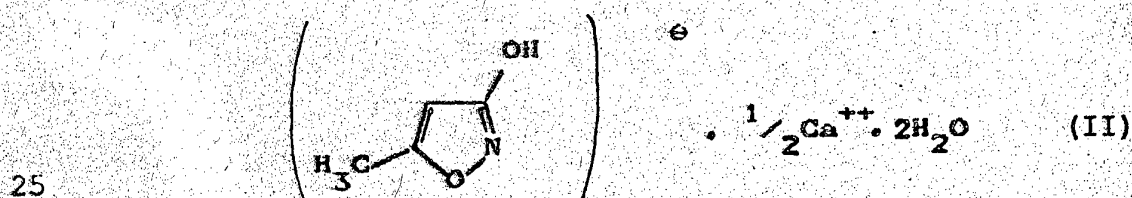
30 3-hidroksi-5-metilizoksazolas gali būti pavaizduotas
(I) formule:



(I)

Pirmame šio išradimo aspekte galima panaudoti arba patį 3-hidroksi-5-metilizoksazolą, arba jo druską. Kur naudojama druska, druskos prigimtis nėra šiam išradimui lemiamą, ir gali būti panaudota bet kuri žemės ūkyje priimtina druska, kas gerai žinoma šioje srityje. Tinkamų druskų pavyzdžiai apima tas, kurios aprašytos JP paraiškoje Kokai Nr. Sho. 48-38148, ypač metalo druskas arba amonio druskas, pvz., šarmino metalo druskas, tokias kaip natrio arba kalio druskos; žemės šarminio metalo druskos, tokios kaip kalcio druska; kitokio metalo druskas, tokias kaip magnio druska; ir amonio druską. Iš jų mes teikiame pirmenybę kalcio druskai, ir ypač 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratui. Šiose druskose metalo atomas arba amonis yra pakeistas hidroksi grupės vandenilio atomu 3-ioje pozicijoje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo izoksazolo žiede.

Taip, pvz., 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas gali būti pavaizduotas (II) formule:



3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas gali būti gautas, paveikiant kalcio junginį su 3-hidroksi-5-metilizoksazolu ir tada regeneruojant reikalingą 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druską, esant sąlygoms, palankioms dihidrato susidarymui. Pvz., jis gaunamas pagal tokią procedūrą: viena dalis (molinė) kalcio hidroksido ir dvi dalys (molinės) 3-hidroksi-5-metilizoksazolo sudedamos į vandenį ir ištirpinamos santykinai aukštoje temperatūroje, geriau nuo 70 iki 90°C, dar geriau apie 80°C; tada gautas

mišinys filtruojamas, kol dar šiltas, po to filtratas atšaldomas iki temperatūros, tinkamos pagreitinti dihidrato kristalų susidarymą, atitinkamai apytikriai 0°C; nusėdę kristalai nufiltruojami ir išdžiovinami, pvz., esant 50-60°C.

Tačiau reikėtų pažymėti, kad šios sąlygos duotos tik kaip pavyzdys ir kad ši reakcija bei atskyrimo sąlygos gali būti plačiose ribose pakeičiamos. Šio išradimo būdai apima visas sąlygas, kuriose pagaminamas reikalingas dehidratas.

Pirmame šio išradimo aspekto 3-hidroksi-5-metilizoksazolas arba jo druska yra panaudojami mišinyje arba asocijate su antimikrobinio agentu. Antimikrobinio agento prigimtis, žinoma, veiks šio išradimo kompozicijos ilgaamžiškumą. Tačiau šis agentas gali būti parinktas tokių junginių plačiose ribose, panaudojant kriterijus, gerai žinomus šioje srityje. Mes teikiame pirmenybę panaudojimui antibakterinio ar antigrybelinio junginio, kuris žinomas kaip labai patikimas pramoniniam panaudojimui, arba bakteriniam arba fungicidiniam junginiui, žinomam naudojimui žemės ūkyje. Tinkamų antimikrobinų agentų pavyzdžiai apima: aldehidus arba junginius, galinčius atpalaiduoti aldehidus naudojimo metu (t.y. kai jais paveikiamas dirvožemis, vanduo, augalai, augalinė medžiaga ar kitokia medžiaga), alkoholius, įskaitant halogenų pakeistus nitro-alkoholio darinius ir alkoholius, turinčius arilo pakaitalus, ketvirtines amonio druskas, lipofilines silpnas rūgštis (įskaitant benzoinę rūgštį, pakeistas benzoines rūgštis, šių rūgščių esterius ir fenolius), tiazolo darinius (įskaitant izotiazolonus), epoksidus, pakeistus benzolo arba piridino darinius (ypač halogenintus darinius), junginius, galinčius naudojimo metu atpalaiduoti anglies disulfidą, įskaitant tetrahidrotiadiazino

tionus, guanidinus ir biguanidus, antimikrobinus halogenų pakeistus amidas, organinius ir neorganinius vario junginius, arseninius junginius, įskaitant arsinus, ir įvairius kitus antimikrobinus agentus, 5 įskaitant kitus fungicidus ir antihelminthus. Specifiniai tokių junginių pavyzdžiai yra:

aldehidai:

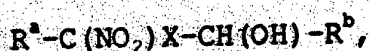
10 ypač dialdehidai, tokie kaip glioksalis, sukcinodialdehidas ir 1,5-pentanodialdehidas;

aldehidą atpalaiduojantys junginiai:

15 tai junginiai, kuriuos naudojant atpalaiduojamas aldehidas, ypač formaldehidas, pvz., 2,5-dimetoksitetrahidrofuranas, 5-halogen-5-nitrodioksanas (tokie, kaip 5-brom-5-nitrodioksanas), 2-halogen-N-hidroksimetilacetamidai (tokie, kaip 2-chlor-N-hidroksi-metilacetamidas), 1-hidroksimetil-5,5-dimetilhidantoinas, heksametilentetraminas, 1-(3-halogenililo)-3,5,7-triaza-1-azonia-adamantano halogenidai [tokie, kaip 1-(3-chlorilil)-3,5,7-triaza-1-azoniadamantano chloridas], 1,3-bis(hidroksimetil)-5,5-dimetil-2,4-imidazolidindionas, 4,4-dimetil-1,3-oksazolidinas ir 25 heksahidro-1,3,5-tris(2-hidroksietil)-S-triazinas;

halogenų pakeisti nitroalkoholio dariniai:

30 pvz., dariniai formulės



kurioje X reiškia halogeno atomą, geriau chloro arba 35 bromo atomą, R^a ir R^b yra tokie patys arba skirtingi ir kiekvienas reiškia alkilo grupę, turinčią nuo 1 iki 6 anglies atomų, geriau nuo 1 iki 3 anglies atomų,

hidroksi grupę, vandenilio atomą arba halogeno atomą, toki, kaip 2-brom-2-nitro-1,1-propandiolas;

ketvirtinės amonio druskos:

5

ypač junginiai formulės



- 10 kurioje X reiškia halogeno atomą, geriau chloro atomą, Ph reiškia fenilo grupę, ir R^c reiškia alkilo grupę, turinčią nuo 1 iki 20, geriau nuo 8 iki 18, dar geriau - nuo 12 iki 14 anglies atomų, ir labiau tinka benzalkonio halogenidas, kuriame R^c reiškia alkilo grupių mišinį, turintį nuo 12 iki 14 anglies atomų;
- 15

alkoholius, turinčius arilo pakaitalą:

- ypač alkoholius, turinčius nuo 1 iki 6, geriau nuo 1 iki 4 anglies atomų, kurie yra pakeisti mažiausiai viena ariloksi arba benziloksi grupe, tokia kaip benziloksimetanolis;
- 20

lipofilinės silpnos rūgštys:

25

pvz.

- benzoinė rūgštis arba pakeistos benzoinės rūgštys (geriau hidroksi-pakeistos benzoinės rūgštys) ir šių rūgščių esteriai; esterų pavyzdžiai apima alkilo esterius, turinčius nuo 1 iki 10 anglies atomų, tokius, kaip metilas, etilas, propilas, butilas, heptilas, oktilas ir 2-etilheksilo esteriai, ir aralkilo esteriai, kuriuose alkilo grupė, turinti nuo 1 iki 4 anglies atomų, yra pakeičiama mažiausiai viena (geriau nuo 1 iki 3) arilo grupe, geriau fenilo grupėmis, tokiomis kaip
- 30
- 35

benzilo esteriai, ir fenoliai, ypač tie, kuriuose fenolis yra pakeičiamas mažiausiai viena papildoma arilo, geriau fenilo grupe, tokia kaip O-fenilfenolis;

5

izotiazolonai:

pvz., izotiazol-3(2H)-onas, 1,2-benzizotiazol-3(2H)-onas, 5-halogen-2-metilizotiazol-3(2H)-onai [tokie, kaip 5-chlor-2-metilizotiazol-3(2H)-onas] ir 2-alkilizotiazol-3(2H)-onai, kuriuose alkilo grupė turi nuo 1 iki 10 anglies atomų [tokie, kaip 2-metilizotiazol-3(2H)-onas];

15 benzolo ir piridino dariniai, turintys halogeno atomų:

pvz. 2,4,5,6-tetrahalogenizoftalonitrilai (tokie, kaip 2,4,5,6-tetrachlorizoftalonitrilas), halogenksilenoliai, ypač p-halogen-m-ksilenoliai (tokie, kaip p-chlor-m-ksilenolis) ir halogenkrezoliai, ypač p-halogen-o-krezoliai ir p-halogen-m-krezoliai (tokie, kaip p-chlor-o-krezolis ir p-chlor-m-krezolis);

25 anglies disulfidą atpalaiduojantys junginiai:

tai junginiai, kurie, juos naudojant, atpalaiduoja anglies disulfidą, tokie, kaip tetrahydro-3,5-dimetil-2H-1,3,5-tiadiazin-2-tionas, bis (dimetiltiokarbamoil) disulfidas ir druskos, ypač šarminio metalo druskos, N-metilditiokarbamino rūgštis, tokios kaip natrio N-metilditiokarbamatas;

35

guanidina ir biguanidai:

pvz., alkilguanidina, kuriuose alkilo dalis turi nuo 1 iki 20, geriau nuo 10 iki 20 anglies atomų, tokie, kaip

dodecilguanidinas, ir bis[5-(halogenfenil)-biguanid] heksano dihidrohalogenidai (tokie, kaip bis[5-(p-chlorfenil)biguanido] heksano dihidrochloridas);

5 halogenų pakeisti amidai:

ypač riebiųjų rūgščių amidai, pvz., halogenacetamidai (tokie, kaip chloracetamidas ar bromacetamidas) ir 2,2-dihalogen-3-nitrilopropionamidai (tokie, kaip 2,2-dibrom-3-nitrilpropionamidas);

vario junginiai:

tokie, kaip vario hidroksidas, vario sulfatas ir vario 8-chinolinatas;

arsino junginiai:

tokie, kaip 10,10'-oksibis-OH-fenoksarsinas;

kiti antimikrobiniai agentai, įskaitant kitus fungicidus ir antihelminthus:

tokie, kaip 2-(4-tiazolil)-1H-benzimidazolas, N-(dichlorfluormetiltio)ftalimidas ir N,N-dimetil-N'-(dichlorfluormetiltio)sulfamidas.

Iš šių, mes teikiame pirmenybę:

30 1,5-pentandialdehidui (čia toliau vadinamam Junginiu B-1),

2,5-dimetoksitetrahydrofuranui (čia toliau vadinamam Junginiu B-2),

35 glioksaliui (čia toliau vadinamam Junginiu B-3),

benzalkonio chloridui (čia toliau vadinamam Junginiu B-4),

5 1,2-benzizotiazolin-3-onui (čia toliau vadinamam Junginiu B-5),

vario hidroksidui (čia toliau vadinamam Junginiu B-6),

10 4-chlor-2-ksilenoliui (čia toliau vadinamam Junginiu B-7),

4-chlor-2-krezoliui (čia toliau vadinamam Junginiu B-8),

15 p-hidroksibenzoinės rūgšties esteriams, pvz., alkilo esteriams, kuriuose alkilo dalis turi nuo 1 iki 6 anglies atomų (pvz., metilo, etilo, propilo, izopropilo, butilo, izobutilo, antr-butilo, t-butilo, pentilo, izopentilo, neopentilo, 2-metilbutilo, 1-etilpropilo, 4-metilpentilo, 3-metilpentilo, 2-metilpentilo, 1-metilpentilo, 3,3-dimetilbutilo, 2,2-dimetilbutilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,2-dimetilbutilo, 1,3-dimetilbutilo, 2,3-dimetilbutilo, 2-etilbutilo, heksilo ir izoheksilo grupės, iš kurių mes teikiame pirmenybę alkilo grupėms, turinčioms nuo 1 iki 4 anglies atomų, geriau tinka metilo, etilo, propilo ir butilo grupės, geriausiai - propilo grupė), benzilo esteriams ir arilo esteriams, ypač fenilo esteriumi; p-hidroksibenzoinė rūgštis čia toliau vadinama Junginiu B-9, ir

30

35 tetrahidro-3,5-dimetil-2H-1,3,5-tiadiazino 2-tionui (čia toliau vadinamam Junginiu B-10).

Labiausiai tinkami antimikrobiniai agentai yra Junginys B-1 ir Junginys B-5. Pagal šį išradimą galima naudoti vieną iš šių antimikrobinių agentų arba naudoti dviejų ar daugiau iš jų kombinaciją.

5

Nėra ypatingų apribojimų 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ar jo druskos ir antimikrobinio agento santykiniams kiekiams, pagal svorį jie gali kisti ribose, pvz., nuo 99:1 iki 1:99. Tačiau mes laikome, kad tinkamesnis 3-
10 hidroksi-5-metilizoksazolo ar jo druskos ir antimikrobinio agento svorių santykis turėtų būti nuo 15:1 iki 1:2, dar geriau - nuo 13:1 iki 1:1.

15

Žinoma, geriau, kad du pagrindiniai aktyvūs junginiai šio išradimo kompozicijoje yra patiekti vartotojui sumaišyti. Tačiau tai nėra esminis dalykas, ir išradimo nauda bus pasiekta, jei šios dvi komponentės bus patiekiamos atskirai ir naudojamos kartu. Todėl šis išradimas apima konkurencinį arba iš esmės konkurencinį
20 3-hidroksi-5-metilizoksazolo arba jo druskos ir antimikrobinio agento naudojimą dirvožemio, vandeninių augalų arba dalių, ypač reprodukcinės augalų dalies gydymui, kaip ir konkurencinį arba iš esmės konkurencinį 3-hidroksi-5-metilizoksazolo arba jo
25 druskos ir antimikrobinio agento patiekimą dirvožemio, vandeninių augalų arba augalų dalių, ypač reprodukcinės dalies, gydymui.

30

Atspindėdamas šio išradimo kompozicijų veiksmingumą, išradimas toliau pateikia priemones, į kurias įeina išradimo mišiniai, kartu su nešikliu ir paprastai kitais pagalbiniais agentais, jei tai reikalinga. Šie mišiniai gali būti sudaromi kaip tokio tipo preparatai, kokie paprastai naudojami žemės ūkyje ir
35 sodininkystėje, pvz., kaip dulkių ar stambių dulkių pavidalo preparatai, mikrogranulės, smulkios mikrogranulės, drėkinami milteliai ir įvairios skystos

priemonės, tokios kaip koncentratai, iš kurių padaromos emulsijos, ir vandeninės arba aliejinės suspensijos.

Nešiklis, naudojamas tokiose kompozicijose, gali būti natūralus arba sintetinis, organinis arba neorganinis; jis paprastai naudojamas padėti aktyviai komponentei pasiekti substratą, vartojamą gydymui, ir padaryti, kad būtų paprasčiau saugoti, transportuoti arba naudoti aktyvų junginį. Jis gali būti kietas arba skystas.

10

Tinkami kieti nešikliai yra:

neorganinės medžiagos, tokios kaip moliai (kurių pavyzdžiai yra bentonitas, kaolinitas, montmorilinitas ir atapulgitas), talkas, žerutis, agalmatolitas, pirofilitas, pemza, vermikulitas, gipsas, kalcio karbonatas, dolomitas, diatomitas, magnio karbonatas, apatitas, ceolitas, silicio anhidridas ir sintetinis kalcio silikatas; augalų organinės medžiagos, tokios, kaip riešutų lukštai (pvz., graikiškų ar kitokių riešutų), sojos pupelių miltai, tabako milteliai, graikiškų riešutų milteliai, kvietiniai miltai, medžio miltai, krakmolas ir kristalinė celiuliozė; sintetiniai arba natūralūs didelio molekulinio svorio polimerai, ypač dervos, tokios, kaip kumarono dervos, naftos dervos: alkidinės dervos, polivinilo chloridas, polialkileno glikoliai, ketono dervos, esterio dervos, ksantano derva, kopalo derva ir damaro derva; vaškas, toks kaip karnaubos vaškas ir bičių vaškas; arba karbamidas.

30

Tinkamų skystų nešiklių pavyzdžiai yra:

parafininiai arba nafteniniai angliavandeniliai, tokie, kaip žibalas, mineralinis aliejus, verpimo aliejus ir baltas aliejus; aromatiniai angliavandeniliai, tokie kaip benzolas, toluolas, ksilolas, ligroinas, etil-

35

benzolas, kumolas ir metilnaftalinas; halogeninti angliavandeniliai, ypač chlorinti angliavandeniliai, tokie kaip anglies tetrachloridas, chloroformas, trichloretilenas; monochlorbenzolas ir o-chlortoluolas; 5 eteriai tokie kaip dioksanas ir tetrahidrofuranas; ketonai, tokie kaip acetonas, metiletilo ketonas, diizobutilo ketonas, cikloheksanonas, acetofenonas ir izoforonas; esteriai, tokie kaip etilo acetatas, amilo acetatas, etilenglikolio acetatas, dietilenglikolio acetatas, 10 dibutilmaleatas ir dietilsukcinatas; alkoholiai, tokie kaip metanolis, etanolis, izopropanolis, heksanolis, etilenglikolis, dietilenglikolis, cikloheksanolis ir benzilalkoholis; eterio alkoholiai, tokie kaip etilenglikolio monoetilo eteris, etilenglikolio monofenilo eteris, dietilenglikolio monoetilo eteris ir 15 dietilenglikolio monobutilo eteris; kiti poliariniai tirpikliai, tokie, kaip dimetilformamidas ir dimetilsulfoksidas; ir vanduo.

20 Išradimo kompozicijos gali turėti vieną ar daugiau paviršiaus aktyvių agentų ir/arba polimerų pagerinti mišinių savybes ir padėti jiems išsisklaidyti, emulguoti, pasklisti, skverbti bei sutvirtinti, arba kontroliuoti sklaidymąsi, pagerinti tekamumą, arba 25 suteikti mišiniui atsparumą korozijai, arba stabilizuoti aktyvų junginį. Gali būti panaudota bet kuri iš įprastų paviršiaus aktyvaus agento klasių (nejoninis, anijoninis, katijoninis arba amfoterinis), bet tinkamesni naudojimui yra nejoniniai ir/arba anijoniniai 30 paviršiaus aktyvūs agentai, kuriais drėkinimas, sulipimas, absorbcija ir reikalingi poveikiai gali būti pagerinti.

35 Tinkamų nejoninių paviršiaus aktyvių agentų pavyzdžiai yra:

polioksietileno alkileteriai, polioksietileno alkilalilo - eteriai, oksietileno/oksipropileno blokiniai polimerai, etileno oksido su aukštesniais alkoholiais, tokiais, kaip laurilo alkoholis, stearilo alkoholis ir oleino alkoholis, polimerizacijos aduktai; etileno oksido su alkilfenoliais, tokiais, kaip izooktilfenolis arba nonilfenolis, polimerizacijos produktai; etileno oksido su alkilnaftoliais, tokiais kaip butilnaftolis arba oktilnaftolis, polimerizacijos aduktai; etileno oksido su aukštesnėmis riebiomis rūgštimis, tokiomis, kaip palminito rūgštis, stearino rūgštis arba oleino rūgštis, polimerizacijos aduktai; etileno oksido su mono- arba di-alkilfosforo rūgštimis, tokiomis, kaip stearilfosforo rūgštis arba dilaurilfosforo rūgštis, polimerizacijos aduktai; etileno oksido su aminais, tokiais, kaip dodecilaminas, polimerizacijos aduktai; amidai arba aukštesniųjų riebių rūgščių etoksilinti amidai, tokie, kaip stearinamidas; aukštesnių riebių rūgščių polihidrinių alkoholių esteriai, tokie kaip sorbitanas, ir etileno oksido su jais polimerizacijos aduktai; glicerolio boratų arba etoksilintų glicerolio boratų aukštesnių riebių rūgščių esteriai; gliceridai ir riebių rūgščių sacharozės esteriai.

25 Tinkamų anijoninių paviršiaus aktyvių agentų pavyzdžiai yra:

arilo sulfonato druskos, ypač alkilbenzolosulfonatai ir alkilnaftalinsulfonatas, toks, kaip natrio izopropilnaftalinsulfonatas, natrio metilenobisnaftalinsulfonatas, ir natrio dodecilbenzolosulfonatas; fosfatai arba polioksietilenalkilo sulfatai, arba alkilalilo esteriai; β -naftalinsulfonato-formalino kondensuotos druskos; ligninsulfonatai, tokie kaip natrio ligninsulfonatas; polikarboksilato ir/arba polisulfonato tipo polimerinės paviršiaus aktyvios medžiagos; kondensuoti fosfatai, tokie, kaip natrio heksametafosfatas arba

- natrio tripolifosfatas; aukštesnių riebių rūgščių druskos, t. y. muilai, pvz., natrio oleatas; druskos, pvz., sulfoninių rūgščių natrio ir kalcio druskos. pačios rūgštys, pvz., ligninsulfoninė rūgštis, ir/arba
- 5 alkilsulfonato druskos, ypač natrio dialkilsulfosukcinatai, tokie kaip natrio dioktilsulfosukcinatas arba natrio 2-etilheksenosulfonatas ir ekvivalenčios druskos su kitais metalais (ne natriu); druskos, pvz., natrio, amonio ir amino druskos -polioksietileno
- 10 alkilarilo eterio sulfatų arba polioksietileno alkilo eterio sulfatų, arba laisvos rūgštys; arba polioksietileno alkilarilo eterio fosfatų arba polioksietileno alkilfosfatų druskos; ir alkilsulfato druskos, tokios, kaip natrio laurilo sulfatas arba
- 15 oleino sulfato amino druska.

Tinkamų katijoninių paviršiaus aktyvių medžiagų pavyzdžiai yra:

- 20 aukštesni alifatiniai aminai ir etileno oksido kondensatai su tokiais aminais; ketvirtinės amonio druskos, pvz., chloridai; N-alkilamino acetatai; ir N-alkilamino oksidai;
- 25 Amfoterinių paviršiaus aktyvių medžiagų pavyzdžiai apima betainus ir amino rūgščių tipo paviršiaus aktyvias medžiagas.

- Dar daugiau, šio išradimo junginiai gali būti panaudoti
- 30 kartu su didelio molekulinio svorio junginiais arba kitais formulavimo agentais, pvz: apsauginiais koloidais, tokiais kaip kazeinas, želatinas, gumiarabikas, albuminas, klijai, natrio alginatas, karboksimetilceliuliozė, metilceliuliozė, hidroksietilceliuliozė arba polivinilo alkoholis; išsklaidančiais
- 35 agentais, tokiais kaip natrio polifosfatas; neorganiniais išsklaidančiais agentais, tokiais kaip

bentonitas; stabilizatoriais; rišančiais agentais, ir anti-šaldančiais agentais. Platesniam taikymui ir darbo taupymui šio išradimo kompozicija, jei reikia, gali būti sumaišyta su vienu arba daugiau agrochemikalu, pvz., fungicidų, insekticidų, herbicidų, augalų augimo reguliatorių ir apvaisintojų.

Aukščiau paminėti nešikliai ir įvairūs papildomi agentai gali būti panaudoti po vieną arba bet kurioje reikalingoje kombinacijoje, priklausančioje nuo preparato tipo, taikymo ir kitų faktorių. Panašūs faktoriai bus taip pat svarbūs, nustatant aktyvaus junginio koncentraciją priemonėje. Kalbant bendrais terminais, tinkamesnės šio išradimo kompozicijos turėtų turėti vieną svorio dalį 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir nuo 0.01 iki 10 svorio dalių, dar geriau nuo 0.1 iki 1 svorio dalies antimikrobinio agento(u). Bendras aktyvių komponentų turinys gali keistis plačiose ribose ir nėra esminis šiam išradimui. Apskritai, j's keisis priklausomai nuo priemonės prigimtys. Pavyzdžiui:

Skysta priemonė, tokia kaip emulguojamas koncentratas, gali tinkamai turėti, pvz., nuo 1 iki 5, dar geriau nuo 5 iki 50 svorio % aktyvių junginių ir nuo 5 iki 20 svorio % emulguojančio agento, likusiai daliai esant skystu nešikliu, kartu su, jei reikia, korozijos inhibitoriumi.

Aliejiniai preparatai gali tinkamai turėti nuo 0.5 iki 5 svorio % aktyvių junginių, likusiai daliai esant skystu nešikliu, tokiu kaip žibalas.

Dulkių pavidalo priemonės tinkamai gali turėti nuo 0.1 iki 25, dar geriau nuo 0.3 iki 25 svorio % aktyvių junginių, likusiai daliai esant kietu nešikliu.

Drėkinami milteliai gali tinkamai turėti, pvz., nuo 1 iki 90, geriau nuo 25 iki 80 svorio % aktyvių junginių, likusiai daliai esant kietu nešikliu ir išsklaidančiu bei drėkinančiu agentu, jei reikia, kartu su apsauginiu koloidiniu agentu, tiksotropiniu agentu ir anti-putojančiu agentu.

Granulės gali tinkamai turėti nuo 0.3 iki 35, geriau nuo 0.3 iki 25 svorio % aktyvaus junginio, pagrindinei likučio daliai esant kietu nešikliu. Aktyvus junginys yra homogeniškai sumaišomas su kietu nešikliu arba yra pritvirtinamas arba adsorbuojamas ant nešiklio paviršiaus; tinkamesnis kiekvienos granulės diametras yra nuo 0.2 iki 1.5 mm.

Šio išradimo dirvožemio fungicidinė kompozicija gali būti paruošta naudojimui, sumaišant 3-hidroksi-5-metilizoksazolą arba jo druską su vienu arba daugiau aukščiau paminėtų antimikrobinių agentų įprastais būdais; pvz., paprastai sumaišant, jei reikia, su kitomis įprastomis komponentėmis, kaip aprašyta aukščiau, kad gautume įprastas agrochemines priemones. Šios priemonės gali būti sumaišytos su viena ar daugiau aktyvių komponentų, tokių kaip kiti fungicidai, baktericidai, insekticidai, akaricidai, apvaisintojai ir dirvožemio kondicionieriai, kaip ir, jei reikia, nešikliais ir/arba skiedikliais, arba formulavimo pagalbinėmis priemonėmis.

Šios priemonės gali būti taikomos sėklai arba dirvožemiui tiesiai arba atskiedus iki tinkamos koncentracijos, priklausančios nuo tikslo. Jei bus naudojamos hidroponinėms kultūroms, galimas tiesioginis įdėjimas į maistingų medžiagų tirpalą. Taikymo laikas nėra ypatingai esminis, ir priemonės gali būti taikomos sėkloms arba persodinimo laikotarpiu. Derlius nebus

pakenktas, net jeigu priemonės bus taikomos augimo stadijoje.

- 5 Daug agrochemikalų, įskaitant 3-hidroksi-5-metil-izoksazolą, gali sukelti aparato, naudojamo paruošti arba taikyti, laikyti ar išskirstyti juos, rūdijimą arba koroziją. Toliau, pats 3-hidroksi-5-metil-izoksazolas yra santykinai lakus ir saugomas palaipsniui garuoja, ką nepalankiai įvertins pirkėjas.
- 10 Dar daugiau, 3-hidroksi-5-metilizoksazolas ir jo bevandenės druskos lengvai dega, taigi, sudaro gaisro pavojaus galimybę. Dabar mes nelauktai atskleidėme, kad 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas šių trūkumų neturi ir, konkrečiai, nesukelia ir
- 15 nepagreitina rūdijimo ir korozijos, net kai aktyvus junginys naudojamas drėkinamų miltelių arba vandenyje išsklaidomų granulių pavidale.

- 20 3-Hidroksi-5-metilizoksazolas iki šiol buvo naudojamas kaip dulkių pavidalo priemonė, dulkių pavidalo apvelkančios priemonės ir skystos priemonės. Tačiau, kadangi 3-hidroksi-5-metilizoksazolas savo molekulėje turi rūgštinę hidroksilo grupę, jis turi tokį trūkumą, kad sukelia aparato, kuriame šios priemonės ruošiamos,
- 25 rūdijimą ir/arba koroziją.

Vandenyje išsklaidomos granulės turi daug pranašumų, tokių kaip:

- 30 1) imamos rankomis jos nedulka;
- 2) jos nėra nepatogios nešti, kadangi savitasis svoris yra toks mažas, kaip $1/2 - 1/3$ drėkinamų miltelių svorio; ir
- 35 3) homogeniškas dispersijas yra paprasta gaminti, pridedant vandens. Apskritai, šio tipo priemonės

yra gaminamos, pridedant vandens į aktyvaus junginio, užpildo, sklaidančio agento ir surišėjo mišinį, suformuojant mišinį į granules, po to išdžiovinant ir praleidžiant per sieta. Tačiau, kadangi 3-hidroksi-5-metilizoksazolo garų slėgis yra santykinai didelis, t.y. 0.1333 Pa, esant 25°C, iškyla gamybos metu aktyvios komponentės džiovinimo stadijoje išgaravimo problema.

Iki šiol nebuvo naudinga naudoti 3-hidroksi-5-metilizoksazolą tokiose vandenys išsklaidomose granulėse, kadangi jis sukelia aparato, ypač to, kuris naudojamas priemonių gamybai, rūdijimą ir/arba koroziją. Tačiau dabar mes nelauktai atradome, kad 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas gali iverkti šias problemas.

Tuo būdu pagal tolesnį šio išradimo aspektą čia pateikiama fungicidinė ir baktericidinė kompozicija naudojimui žemės ūkyje ir sodininkystėje, besiskiriantis tuo, kad ji turi 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato.

Degimo bandyme visos bevandenės formos - 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, jo natrio druska, jo kalio druska ir jo kalcio druska - užsidega ir dega, lengvai iškurdamos laužą, kai trumpam suliečiamos su truputį degančia anglimi.

Iš kitos pusės, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratu beveik neįmanoma iškurti ugnies ir jis dega tik nenoriai.

Toliau, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas turi žymų fizikinį-cheminį stabilumą ir yra nehigroskopolinis, esant 80% santykiniam drėgnumui 40°C temperatūroje. Dar daugiau, jis nepraranda savo

kristalizacinio vandens žemiau 40°C , net esant santykiniam 5% drėgnumui.

Kai naudojamas 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas, nepastebima aparato, kuriame agrocheminė priemonė gaminama, rūdijimo arba korozijos, ir aktyvi komponentė negaruoja, džiovinimo metu, kai gaminamos granuliuotos priemonės, išsklaidomos vandenyje.

Kaip kontrastas, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo natrio arba kalio druskos negali būti panaudotos ekonomiškai dėl jų labai higroskopinės prigimties.

3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas gali būti gautas, paveikiant kalcio junginį su 3-hidroksi-5-metilizoksazolu ir tada išskiriant reikalingą 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druską, esant palankioms dihidrato susidarymo sąlygoms. Pvz., jis gali būti gautas tokia procedūra: viena dalis (molinė) kalcio hidroksido ir 2 dalys (molinės) 3-hidroksi-5-metilizoksazolo sudamos į vandenį ir ištirpinamos santykinai aukštoje temperatūroje, geriau $70-90^{\circ}\text{C}$, dar geriau - apie 80°C ; gautas tirpalas nufiltruojamas kol dar šiltas, po to filtratas atšaldomas iki temperatūros, tinkamos paskatinti dihidrato kristalų susidarymą, atitinkamai apie 0°C ; nusėdę kristalai nufiltruojami ir išdžiovinami, pvz., $50-60^{\circ}\text{C}$.

Tačiau reikėtų pažymėti, kad šios sąlygos yra duotos tik kaip pavyzdžiai ir kad reakcijos bei išskyrimo sąlygos gali plačiai keistis. Šio išradimo būdas apima visas sąlygas, kuriose pagaminamas reikalingas dihidratas.

- Gaunamas 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas yra balkšva kristalinė medžiaga ir gali būti paversta į bet kokią įprastą agrocheminę priemonę. Žinoma pačiam 3-hidroksi-5-metilizoksazolui, pvz., jis
- 5 gali būti pagamintas kaip dulkės, dulkių pavidalo apvelkančios priemonės, drėkinamos granulės ir skystos priemonės, įprastais būdais. Jei reikia, kiti agrochemikalai (pvz., fungicidai, tokie kaip metalaksilas, oksadiksilas, triadimefonas, prochlorazas, benomilas ir
- 10 tiofanato metilas, ir insekticidai, tokie kaip furatiokarbas, benfusakarbas ir karbosulfanas) gali būti įtraukti į priemonę, kaip bendrai paaiškinta aukščiau.
- 15 Žučių, kurie gali būti panaudoti pagaminti šio išradimo priemonės, pavyzdžiai yra aprašyti toliau. Tie patys būdai gali būti panaudoti, gaminant panašias priemones pagal pirmą šio išradimo aspektą.
- 20 Dulkių pavidalo priemonės gali būti gautos, sumaišant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratą su smulkiais mineralinės medžiagos milteliais, pvz., moliu, talku arba kalcio karbonatu, geriau mažesniu
- 25 negu 45 μm diametru, po to mišinys pulverizuojamas, naudojant svyruojančio plaktuko tipo pulverizatorių.
- Dulkių pavidalo apvelkančios priemonės gali būti gautos, sumaišant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratą su bet kuriais kitais įprastais
- 30 priedais, paprastai po užpildo pridėjimo. Užpildų pavyzdžiai, kurie gali būti panaudoti dulkinų apvelkančių priemonių gavimui, apima smulkias mineralinės medžiagos dulkes, kurių diametras mažesnis
- 35 negu 45 μm , tam tinka molis, talkas, kalcio karbonatas, balta anglis arba titano dioksidas; krakmolo dariniai, tokie kaip krakmolas arba esterefikuotas krakmolas; arba cukrus, toks kaip dekstrinas, gliukozė, fruktozė

arba sacharozė. Priedai, kurie gali būti panaudoti dulkių pavidalo apvelkančių priemonių gavimui, apima paviršiaus aktyvias medžiagas, tokias kaip nejoninės ir anijoninės paviršiaus aktyvios medžiagos, kurių pavyzdžiai pateikti aukščiau; rišikliai ir termoplastinės dervos milteliai. Rišiklių, kurie gali būti panaudoti aktyvios komponentės palaikymui ir pritvirtinimui priešėklų paviršiaus, pavyzdžiai apima vandenyje tirpius didelio molekulinio svorio junginius, pvz., vandenyje tirpius polisacharidus, tokius kaip algino rūgštis ir jos druskos, karboksimetilceliuliozė ir jos druskos, metilceliuliozė, polivinilo alkoholis, natrio poliakrilatas, polietileno oksidas, polivinilpirolidonas arba ksantano derva. Termoplastinės dervos miltelių, turinčių membraną sudaranti talpumą, pavyzdžiai, kurie gali būti panaudoti, apima etilenvinilo chlorido kopolimero dervos miltelius, etilenvinilo acetato kopolimero dervos miltelius ir vinilo chlorido dervos miltelius. Dulkinės apvelkančios priemonės gali būti pagamintos, sumaišant aktyvią komponentę su vienu ar daugiau šių priedų, priklausomai nuo priemonės tikslo. Apskritai ribos, kurios gali būti naudojamos, yra nuo 10 iki 95%, nuo 0 iki 90%, nuo 0 iki 20% ir nuo 0 iki 70% aktyviai komponentei, užpildui, drėgnam sklaidančiam agentui, rišikliui ir termoplastinės dervos milteliams atitinkamai.

Vandenyje išsklaidoma granuluota priemonė gali būti gauta sumaišant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratą su vienu ar daugiau priedų, parinktų iš grupės, susidedančios iš užpildų, drėgnų sklaidančių agentų ir rišiklių kaip aprašyta aukščiau apie dulkinės apvelkančias priemones, ir tada pulverizuojant mišinį. Pulverizuotą mišinį geriau įdėti į plakantį judančio sluoksnio granulatorių, pridėti vandens, viską sumaišyti ir granuluoti, po to išdžiovinti ir perleisti per

sieta. Vandenyje išsklaidomos granulės paprastai turi daleles, kurių diametras nuo 63 iki 1700 μm .

Skystos priemonės gamyboje svarbiausia yra tirpiklio parinkimas. Tirpiklis turi turėti tokias savybes: jis turi sugebėti ištirpinti 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrata; jis turi neveikti į aktyvios komponentės stabilumą; jis turi gerai maišytis su vandeniu; jis turi turėti mažą fitotoksiškumą; ir jis turi turėti santykinai aukštą virimo tašką. Tokias sąlygas — tenkinančių tirpiklių pavyzdžiai apima etilenglikolį, propilenglikolį ir dipropilenglikolį. Skysta priemonė gali būti pagaminta ištirpinant 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrata viename ar daugiau tirpiklių, paminėtų aukščiau, arba vieno ar daugiau šių tirpiklių mišinyje su vandeniu. Ruošiant skystą priemonę, gali būti pridėtas antimikrobinis agentas, toks kaip para-hidroksibenzoinės rūgšties žemesnio alkilo (metilo, etilo, propilo arba butilo) esteris, arba 1,2-benzizotiazolin-3-onas (B.I.T.)

Pirmas išradimo aspektas yra iliustruojamas toliau pateikiamais neapribojančiais pavyzdžiais, kuriuose visos dalys ir procentai yra apskaičiuoti pagal svorį. Naudojami antimikrobiniai agentai yra identifikuojami pagal kodus, priskirtus jiems aukščiau.

1 PAVYZDYS

30

Penkiasdešimt dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 10 dalių Protectol GDA (Prekybinis antimikrobinio agento, sudaryto iš 50% Junginio B-1, pavadinimas, BASF Japan Co. produktas, Ltd.), 2 dalys Gohsenol GL-05S (Polivinilalkoholio prekybinis pavadinimas; Nippon Synthetic Chemical Industry Co. produktas, Ltd.) ir 38 dalys Carplex #80-S (Prekybinis hidratuotas amorfinio

silicio dioksido pavadinimas; Shiongi & Co., Ltd. produktas) buvo sumaišytos ir pulverizuotos, naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo drėkinamų miltelių priemonė.

5

2 PAVYZDYS

Penkiasdešimt dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 25 dalys Proxel GXL (Prekybinis antimikrobinio agento, sudaryto iš 20% Junginio B-5, pavadinimas; ICI Japan Co., Ltd. produktas), 2 dalys Gohsenol GL-05S ir 23 dalys Carplex #80-S buvo sumaišytos ir pulverizuotos naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo drėkinamų miltelių priemonė.

15

3 PAVYZDYS

Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 4 dalys Protectol GDA, 4 dalys Carplex #80-S ir 88 dalys Zeeklite NG (Prekybinis smulkių dulkių, sudarytų iš kaolinito ir cezosito, kaip pagrindinių komponentų, pavadinimas; Zeeklite Co., Ltd. produktas) buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

25

4 PAVYZDYS

Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 0,5 dalies Protectol DMT (Prekybinis antimikrobinio agento, sudaryto iš 100% Junginio B-2, pavadinimas, BASF Japan Co., Ltd. produktas) ir 95,5 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

35

5 PAVYZDYS

5 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 5 dalys Protectol GL40 (Prekybinis antimikrobinio agento, turinčio 40% Junginio B-3, pavadinimas, BASF Japan Co., Ltd. produktas), 5 dalys Carplex #80-S ir 86 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

10

6 PAVYZDYS

15 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2,5 dalys Protectol KLC 80 (Prekybinis antimikrobinio agento, turinčio 80% Junginio B-4, pavadinimas, BASF Japan Co., Ltd. produktas), 2,5 dalies Carplex #80 ir 91 dalis Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūnelį, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

20

7 PAVYZDYS

25 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 10 dalių Proxel GLX 10 dalių Carplex #80 ir 76 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

8 PAVYZDYS

30

Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys Junginio B-6 ir 94 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

9 PAVYZDYS

5 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys Junginio B-7 ir 94 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

10 PAVYZDYS

10 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys Junginio B-8 ir 94 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

15 11 PAVYZDYS

20 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys Mekking's P (Prekybinis antimikrobinio agento, sudaryto iš 99% Junginio B-9 propilo esterio, pavadinimas; Ueno Seiyaku Co., Ltd. produktas) ir 94 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

25 12 PAVYZDYS

30 10 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 20 dalių Protectol GDA ir 70 dalių N-metilpirolidono buvo sumaišytos ir ištirpintos, kad būtų gauta skysta šio išradimo priemonė.

13 PAVYZDYS

35 10 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 50 dalių Proxel GLX ir 40 dalių Solfit (Prekybinis Kurare Co., Ltd. produkto pavadinimas) buvo sumaišytos ir ištirpintos, kad būtų gauta skysta šio išradimo priemonė.

14 PAVYZDYS

5 97.5 dalių Zeeklite NG, 2 dalys Gohsenol GL-053 ir 0.5
dalies Neocol YSK (Prekybinis Dai-ichi Kogyo Seiyaku
Co., Ltd. pavadinimas) mišinys buvo maišomas, pridėjus
pakankamai vandens, kad jis būtų minkomas. Tada mišinys
praleistas per rutulėlius darančią mašiną (0.9 mm
10 ekrano diametru), kad būtų suformuotos granulės, kurios
išdžiovinotos 110°C temperatūroje, ir gautas nešiklis
nuo 0.3 iki 1.7 mm skersmens granuliškai priemonei.

15 Atskirai 4 dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys
Protectol GDA ir 7 dalys propilenglikolio sumaišytos ir
ištirpintos, tada adsorbuotos ant nešiklio granuliškai
priemonei, gauto kaip aprašyta aukščiau, kad būtų
pagaminta šio išradimo granuluota priemonė.

15 PAVYZDYS

20 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 5 dalys
Proxel GXL ir 5 dalys N,N-dimetilformamido sumaišytos
ir ištirpintos, tada adsorbuotos ant 86 dalių Kagalite
No.2 (Prekybinis Silver Sangyo Co., Ltd. produkto
25 pavadinimas), kad būtų paruošta šio išradimo granuluota
priemonė.

16 PAVYZDYS

30 Keturios dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio
druskos, 4 dalys Protectol GDA, 4 dalys Carplex # 80 ir
88 dalys Zeeklite NG buvo sumaišytos ir ištirpintos,
tada pulverizuotos, panaudojant plaktukinį malūną
paruošti šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

17 PAVYZDYS

10 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 20 dalių
Protectol GDA, 50 dalių Proxel GXL ir 20 dalių Selfit
5 buvo sumaišytos ir ištirpintos, kad būtų gauta skysta
šio išradimo priemonė.

18 PAVYZDYS

10 Penkiasdešimt dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio
druskos, 10 dalių Protectol GDA, 2 dalys Gohsenol GL-
05S (Prekybinis Nippon Synthetic Chemical Industry Co.,
Ltd. produkto pavadinimas) ir 38 dalys Carplex # 80-S
sumaišytos ir pulverizuotos, naudojant plaktukinį
15 malūną, kad būtų gauta šio išradimo drėkinamų miltelių
priemonė.

19 PAVYZDYS

20 Penkiasdešimt dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio
druskos, 25 dalys Proxel GXL, 2 dalys Gohsenol GL-05S
ir 23 dalys Carplex # 80-S sumaišytos ir pulverizuotos,
naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio
išradimo drėkinamų miltelių priemonė.

25

20 PAVYZDYS

4 dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalys Protectol
TOE (Prekybinis antimikrobinio agento, sudaryto iš 100
30 % Junginio B-10, pavadinimas, BASF Japan Co., Ltd.
produktas ir 94 dalys Zeeklite NG sumaišytos ir
pulverizuotos, naudojant plaktukinį malūną, kad būtų
gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

21 PAVYZDYS

5.2 dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (paruošto kaip aprašyta 1A pavyzdyje), 4 dalys Protectol GDA, 4 dalys Carplex # 80-S ir 86.8 dalys Zeeklite NG sumaišytos ir pulverizuotos, naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo dulkių pavidalo priemonė.

10 22 PAVYZDYS

65 dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (paruošto, kaip aprašyta 1A pavyzdyje), 10 dalių Protectol GDA, 2 dalys Gohsenol GL-05S ir 23 dalys Carplex # 80-S sumaišytos ir pulverizuotos, naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

23 PAVYZDYS

20

65 dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (paruošto, kaip aprašyta 1A pavyzdyje), 25 dalys Proxel GXL, 2 dalys Gohsenol GL-05S ir 8 dalys Carplex # 80-S sumaišytos ir pulverizuotos, naudojant plaktukinį malūną, kad būtų gauta šio išradimo drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

1 Palyginamasis Pavyzdys

30 Panaudojant 50 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalis Gohsenolo GL-05S ir 48 dalis Carplex # 80-S, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 1 pavyzdyje ir 2 pavyzdyje, buvo gauta drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

35

2 Palyginamasis Pavyzdys

Panaudojant 10 dalių Protectol GDA, 2 dalis Gohsenolo GL-05S ir 88 dalis Carplex # 80-S, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 1 pavyzdyje, buvo gauta drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

5

3 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 25 dalis Proxel GXL, 2 dalis Gohsenol GL-05S ir 73 dalis Carplex # 80-S, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 2 pavyzdyje, buvo gauta drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

10

4 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 4 dalis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir 96 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 3 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

15

5 Palyginamasis pavyzdys

20

Panaudojant 4 dalis Protectol GDA, 4 dalis Carplex # 80 ir 92 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 3 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

25

6 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 0.5 dalies Protectol DMT ir 99.5 dalies Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 4 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

30

7 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 5 dalis Protectol GL40, 5 dalis Carplex # 80 ir 90 dalių Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 5 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

35

8 Palyginamasis pavyzdys

5 Panaudojant 2.5 dalies Protectol KLC 80, 2.5 dalies Carplex # 80 ir 95 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 6 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

9 Palyginamasis pavyzdys

10 Panaudojant 10 dalių Proxel GXL, 10 dalių Carplex # 80 ir 80 dalių Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 7 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

15 10 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 2 dalis Junginio B-6 ir 98 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 8 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

20

11 Palyginamasis pavyzdys

25 Panaudojant 2 dalis Junginio B-7 ir 98 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 9 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

12 Palyginamasis pavyzdys

30 Panaudojant 2 dalis Junginio B-8 ir 98 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 10 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

13 Palyginamasis pavyzdys

5 Panaudojant 2 dalis Mekking's P ir 98 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 11 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

14 Palyginamasis pavyzdys

10 Panaudojant 10 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir 90 dalių Solfit, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 13 pavyzdyje, buvo gauta skysta priemonė.

15 Palyginamasis pavyzdys

15 Panaudojant 20 dalių Protectol GDA ir 80 dalių N-metilpirolidono, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 12 pavyzdyje, buvo gauta skysta priemonė.

16 Palyginamasis pavyzdys

20 Panaudojant 50 dalių Proxel GXL ir 50 dalių Solfit, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 13 pavyzdyje, buvo gauta skysta priemonė.

25 17 Palyginamasis pavyzdys

30 Panaudojant 4 dalis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 8 dalis N,N-dimetilformamido ir 88 dalių Kagalite No.2, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 15 pavyzdyje, buvo gauta granulių pavidalo priemonė.

18 Palyginamasis pavyzdys

35 Panaudojant 2 dalis Protectol GDA, 7 dalis propileno glikolio ir 91 dalį nešėjo granuliuotai priemonei, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 14 pavyzdyje, buvo gauta granuliuota priemonė.

19 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

5 Panaudojant 5 dalis Proxel GXL, 5 dalis N,N-dimetilformamido ir 90 dalių Kagalite No.2, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 16 pavyzdyje, buvo gauta granuliuota priemonė.

20 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

10 Panaudojant 4 dalis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos ir 96 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 16 pavyzdyje, buvo gauta granuliuota priemonė.

15 21 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

20 Panaudojant 50 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 2 dalis Gohsenol GL-05S ir 48 dalis Carplex # 80-S, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 18 pavyzdyje ir 19 pavyzdyje, buvo gauta drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

22 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

25 Panaudojant 2 dalis Protectol TDE ir 98 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 20 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

23 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

30 Panaudojant 5.2 dalis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (paruošto kaip aprašyta 1A pavyzdyje) ir 94.8 dalis Zeeklite NG, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 22 pavyzdyje, buvo gauta dulkių pavidalo priemonė.

35

24 Palyginamasis pavyzdys

Panaudojant 65 dalis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (paruošto kaip 1A pavyzdyje),
5 2 dalis Gohsonol GL-05S ir 33 dalis Carplex # 80-S, pagal procedūrą, panašią į aprašytą 23 ir 24 pavyzdžiuose, buvo gauta drėkinamų miltelių pavidalo priemonė.

10 VEIKSMINGUMO DUOMENYS

Šio išradimo kompozicija gali smarkiai padidinti ir prailginti ligą stabdanti poveikį ir 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir jo druskų fiziologinį veiksmingumą
15 bei gali pagerinti liekamąjį poveikį. Šios savybės leidžia šio išradimo kompozicijoms būti panaudotoms kiekiais, atitinkančiais mažesnes 3-hidroksi-5-metilizoksazolo ir jo druskų dozes, nei iki šiol buvo imanoma.

20

1 EKSPERIMENTAS

Ryžių sėjinukų iššutimo stabdymas (Drėkinami milteliai)

25 *Pythium graminicola* kultūra (iš anksto kultivuota su kratymu bulvių sacharozės terpėje) buvo homogenizuota, panaudojant maišiklį, kad būtų gauta jos suspensija. Ši suspensija buvo sumaišyta su sterilizuotu dirvožemiu. Dirvožemio bandinys, inokuliuotas su patogenu, buvo
30 sudėtas į mažą plastiko inkubatorinę dėžutę, 20x20 cm, 3 cm gylio. Ryžių sėklos (rūš.: Koshihikari), kurios iš anksto buvo pamerktos dygimui, buvo apvilktos žinomu kiekiu vienos iš drėkinamų miltelių priemonių, paruoštų
1, 2, 18 bei 19 pavyzdžiuose ir 1, 2, 3 bei 21
35 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, ir tada nedelsiant sėklos pasėtos 30 g sausų neapdorotų sėklų dėžutei tankumu. Sėjinukai buvo auginami šiltnamyje, palaikant

20°C temperatūra dienos metu ir 15°C - naktį. Nesveikatos, gauta iš išsėtusių ryžių sėjinukų, buvo matuojama 2 arba 3 ir 5 savaitės po pasodinimo. Ryžių sėjinukų augimo inhibicija buvo matuojama 2 savaitės po pasodinimo, palyginant su kontroliniu neužkrėstu bandiniu.

Kaip parodyta 1. ir 2. lentelėse, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos stabdantis poveikis tęsėsi maždaug 2-3 savaites. Tada ligos simptomai pradėjo greitai rodytis ir smarkūs simptomai buvo stebimi po 5 savaitių. Kai augalai buvo apdoroti su vien 3-hidroksi-5-metilizoksazolu, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska, Junginiu B-1 arba Junginiu B-5, buvo rastas labai silpnas veiklumas. Tačiau, kai 3-hidroksi-5-metilizoksazolas arba 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska buvo sumaišyta su Junginiu B-1 arba Junginiu B-5, ryžių sėjinukų infekcijos nebuvo pastebėta net po 5 savaitių. Liekamasis 3-hidroksi-5-metilizoksazolo arba 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos efektyvumas buvo žymiai padidintas, ir buvo parodytas nelauktas veiklumas. Fitotoksiškumo, tokio kaip augimo inhibicija, nepastebėta ryžių sėjinukuose, apdorotuose su šio išradimo kompozicijos bet kuria doze. Priešingai, buvo pagreitintas šaknų ilgėjimas ir buvo gauti sveiki sėjinukai. Po apdorojimo didelės koncentracijos 3-hidroksi-5-metilizoksazolu (1 % sėklų svorio), buvo stebimas stiprus fitotoksiškumas (inhibuotas dygimas, inhibuotas augimas), tačiau po apdorojimo tokia pačia koncentracija 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos, fitotoksiškumo nebuvo pastebėta.

Toliau einančiose lentelėse parodoma ryžių sėjinukų augimo inhibicija, naudojant tokius simbolius:

-: Augimo inhibicijos nepastebėta.

±: Stebima nežymi augimo inhibicija.

5 +: Sėjinukų aukštis yra ne didesnis kaip 2/3 normalaus aukščio.

++: Sėjinukų aukštis yra ne didesnis kaip 1/3 normalaus aukščio.

10

+++ : Nesudygo.

15 Toliau pateikiamose lentelėse Junginys A yra 3-hidroksi-5-metilizoksazolas, Junginys C yra 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska (bevandenė) ir Junginys D yra 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas.

1 lentelė

20

Tiriamas junginys			Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo
Dozavimas*			2 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	inhibicija
1	(Jung. A)	(Jung. B-1)			
Pvz.	0.05	0.005	0	0	-
	0.1	0.01	0	0	-
	0.2	0.02	0	0	-
	0.4	0.04	0	0	-
2	(Jung. A)	(Jung. B-5)			
Pvz.	0.05	0.005	0	0	-
	0.1	0.01	0	0	-
	0.2	0.02	0	0	-
	0.4	0.04	0	0	-

1 lentelė (tęsinys)

Tiriamas junginys		Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo inhibi- cija
	Dozavimas*	2 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	
1	(Junginys A)			-
Pal.	0.05	15	90	-
Pvz.	0.1	0	50	-
	0.2	0	30	-
	0.4	0	10	-
2	(Junginys B-1)			
Pal.	0.005	50	100	-
Pvz.	0.01	40	100	-
	0.02	25	90	-
	0.04	15	70	-
3	(Junginys B-5)			
Pal.	0.01	30	100	-
Pvz.	0.02	20	80	-
	0.04	10	60	-
neapdorotas kontrolinis bandinys		50	100	-

*Dozė yra aktyvaus junginio kiekis, išreikštas kaip
5 sėklų svorio procentai.

2 lentelė

Tiriamas junginys; Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%); Ryžių sėjinukų augimo inhibicija

5

Tiriamas junginys			Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo
	Dozavimas*		3 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	inhibi- cija
18	(Jung. C)	(Jung. B-1)			
Pvz.	0.25	0.025	0	0	-
	0.5	0.05	0	0	-
	1.0	0.01	0	0	-
19	(Jung. C)	(Jung. B-5)			
Pvz.	0.25	0.025	0	0	-
	0.5	0.05	0	0	-
	1.0	0.2	0	0	-
1	(Junginys A)				
Pal.	0.25		15	80	-
Pvz.	0.5		0	60	±
	1.0		(Neįvertinta dėl neišdygimo)		+++
2	(Junginys B-1)				
Pal.	0.025		40	100	-
Pvz.	0.05		30	80	-
	0.1		20	70	-
3	(Junginys B-5)				
Pvz.	0.05		30	90	-
mišri	0.1		25	80	-
nys					
neapdorotas kontrolinis bandinys			40	100	-

*kaip 1 lentelėje

2 EKSPERIMENTAS

Ryžių sėjinukų iššutimo sustabdymas (Dulkių avidalo priemonė)

5

Užkrėstas dirvožemis (toks pat, kaip naudotas 1 eksperimente) buvo apdorotas su kiekviena iš dulkių pavidalo priemonių, paruoštų 3-11, 18, 20 bei 21 pavyzdžiuose ir 4-13, 21-23 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, virš viso dirvožemio sluoksnio. Sodinimas, kultivavimas ir įvertinimas buvo atliekami kaip aprašyta 1 eksperimente.

10

Kaip parodyta 3 lentelėje, 3-hidroksi-5-metilizoksazolas, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska arba 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas rodo prastą liekamąją efektyvumą, kai taikomi po vieną. Taip pat ir antibakterinės komponentės, naudotos šiame teste, turi silpną stabdymo efektą, kai taikomi po vieną. Tačiau kai 3-hidroksi-5-metilizoksazolas, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska arba 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas buvo sumaišyti su bet kuria antibakterine komponente, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos arba 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato stabdymo efektas labai padidėjo, įskaitant ir liekamąją efektyvumą. Be to, nebuvo pastebėta fitotoksiškumo, tokio kaip ryžių sėjinukų augimo inhibicija, po bet kurio iš mišinių, išskyrus tuos, į kuriuos įėjo Junginys B-8, taikymo. Priešingai, šaknų augimas pagreitėjo, ir buvo gauti sveiki sėjinukai. Rezultatai parodyti 3 lentelėje.

15

20

25

30

3 lentelė

Tiriamas junginys; Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%); Ryžių sėjinukų augimo inhibicija

5

Tiriamas junginys		Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo inhibicija
Dozavimas*		2 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	
3	(Jung. A) (Jung. B-1)			
Pvz.	10	5	0	-
	20	10	0	-
4	(Jung. A) (Jung. B-2)			
Pvz.	10	5	0	-
	20	10	10	-
5	(Jung. A) (Jung. B-3)			
Pvz.	10	5	60	-
	20	10	0	-
6	(Jung. A) (Jung. B-4)			
Pvz.	10	5	70	-
	20	10	10	-
7	(Jung. A) (Jung. B-5)			
Pvz.	10	5	0	-
	20	10	0	-
8	(Jung. A) (Jung. B-6)			
Pvz.	10	5	50	-
	20	10	20	-
9	(Jung. A) (Jung. B-7)			
Pvz.	10	5	30	-
	20	10	30	-
10	(Jung. A) (Jung. B-8)			
Pvz.	10	5	40	-
	20	10	30	-
11	(Jung. A) (Jung. B-9)			
Pvz.	10	5	40	-
	20	10	35	-

3 Lentelė (tęsinys)

Tiriamas junginys			Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo inhibi- cija
Dozavimas*			2 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	
16	(Jung. A)	(Jung. B-1)			
Pvz.	10	5	0	0	-
	20	10	0	0	-
20	(Jung. A)	(Jung. B-10)			
Pvz.	10	5	0	15	-
	20	10	0	0	-
21	(Jung. D)	(Jung. B-1)			
Pvz.	10	5	10	0	-
	20	10	0	0	-
4	(Jung. A)				
Pal.	10		10	80	-
Pvz.	20		0	40	+
5	(Jung. B-1)				
Pal.	5		40	100	-
Pvz.	10		30	80	-
6	(Jung. B-2)				
Pal.	5		40	100	-
Pvz.	10		35	90	-
7	(Jung. B-3)				
Pal.	5		40	100	-
Pvz.	10		30	90	-
8	(Jung. B-4)				
Pal.	5		50	90	-
Pvz.	10		40	90	-
9	(Jung. B-5)				
Pal.	5		25	100	-
Pvz.	10		10	80	-
10	(Jung. B-6)				
Pal.	5		50	100	-
Pvz.	10		30	100	-

3 Lentelė (tęsinys)

Tiriamas junginys		Ryžių sėjinukų iššutimo paveiktas plotas (%)		Ryžių sėjinukų augimo
	Dozavimas*	2 savaitės po pasodinimo	5 savaitės po pasodinimo	inhibi- cija
11	(Jung. B-7)			
Pal.	5	50	100	-
Pvz.	10	50	90	-
12	(Jung. B-8)			
Pal.	5	40	100	-
Pvz.	10	20	90	+
13	(Jung. B-9)			
Pal.	5	40	100	-
Pvz.	10	30	80	-
20	(Jung. C)			
Pal.	10	15	80	-
Pvz.	20	0	50	-
22	(Jung. B-10)			
Pal.	5	50	100	-
Pvz.	10	30	90	-
23	(Jung. D)			
Pal.	10	18	80	-
Pvz.	20	5	65	-
Neapdorotas kontrolinis bandinys		50	100	-

*Dozė yra aktyvaus junginio kiekis (mg) dėžutei.

3 EKSPERIMENTAS

Fuzariozės vytimo sustabdymas agurkuose (skysta priemonė)

5

Fusarium oxysporum f.sp. *cucumerinum* mikrokanidijų (kurios buvo iš anksto kultivuotos su kratymu bulvių sacharozės terpėje) suspensija buvo sumaišyta su sterilizuotu dirvožemiu. Dirvožemio bandinys buvo sudėtas į plastiko puodą (2 litrų dydžio). Tada agurkų sėjinukai (rūš.: *Sagami Hanjiro*, dviejų lapų stadija) buvo pasodinti tankumu trys agurkai puode. Kiekvienas dirvožemio pavyzdys, kuriame jie buvo pasodinti, buvo palaistytas santykiu 100 ml puodui su tam tikru kiekiu vienos iš skystų priemonių, paruoštų kaip aprašyta 12,13 bei 17 pavyzdžiuose ir 14, 15, 16 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, atskiedus su vandeniu. Po kultivavimo 3 ir 5 savaites šiltnamyje, buvo nustatytas sveikų sėjinukų skaičius. Rezultatas apskaičiuotas kaip vidurkis pagal 5 vienodai apdorotus puodus kiekvienu atveju.

20

Kaip parodyta 4 lentelėje, šio išradimo dirvožemio fungicidinė kompozicija puikiai inhibuoja furariozės vytimo pasirodymą.

25

4 lentelė

Nr.	Tiriamas junginys		Sveiki sėjinukai, (%)		Fitotoksiškumas
			Po 2 savaičių	Po 5 savaičių	
12	(Jung. A)	(Jung. B-1)			
Pvz.	200	200	100	95	-
	400	400	100	100	-
	600	600	100	100	-
13	(Jung. A)	(Jung. B-5)			
Pvz.	200	200	100	90	-
	400	400	100	100	-
	600	600	100	100	-
17	(Jung. A)	(Jung. B-1)	(Jung. B-5)		
Pvz.	200	200	200	100 100	-
	400	400	200	100 100	-
14	(Jung. A)				
Pal.	200		30	0	-
Pvz.	400	400	50	10	-
	600	600	60	10	-
15	(Jung. B-1)				
Pal.	200		25	0	-
Pvz.	400		25	0	-
	600		30	0	-
16	(Jung. B-5)				
Pal.	200		20	0	-
Pvz.	400		20	0	-
	600		30	0	-
Neapdorotas kontrolinis bandinys			20	0	-

*Dozė yra aktyvaus junginio koncentracija (dal.mil.) gydančiame skystyje.

4 EKSPERIMENTAS

Cukrinių runkelių sėjinukų iššutimo sustabdymas
(granulės)

5

Micelinės *Aphanomyces cochlioides* ląstelės, įskaitant oosporas, kurios buvo gautos, kultivuojant mikroorganizmą grūdų miltų agaro terpėje, į kurią buvo pridėta cholesterolio, buvo homogenizuotos, panaudojant maišiklį, ir sumaišytos su sterilizuotu dirvožemiu. Kiekvienas dirvožemio bandinys buvo sudėtas į plastiko puodą (dydis: 30x40 cm, 20 cm gylio). Cukrinių runkelių sėklos (rūš.: *Monomidori*) buvo pasodintos tankumu 60 sėklų puode. Po pasodinimo kiekviena iš granuliuotų priemonių, gautų 14 bei 15 ir 17, 18, 19 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, buvo išbarstyta ant dirvožemio bandinio paviršiaus puoduose. Po kultivavimo šiltnamyje 6 savaites, buvo nustatytas sveikų sėjinukų skaičius. Rezultatai buvo apskaičiuoti kaip vidurkis pagal tris vienodai apdorotus puodus. Kaip parodyta 5 lentelėje, šio išradimo dirvožemio fungicidinė kompozicija parodė puikų veiklumą prieš cukrinių runkelių sėjinukų iššutimą.

25

5 Lentelė

Tiriamas junginys Sveiki sėjinukai, (%)			Fitotoks- iškumas
Nr.	Dozavimas*		
14	(Jung. A)	(Jung. B-1)	
Pvz.	10	2.5	60 -
	20	5	90 -
	40	10	100 -
15	(Jung. A)	(Jung. B-5)	
Pvz.	10	2.5	60 -
	20	5	90 -
	40	10	100 -

5 Lentelė (tesinys)

Tiriamas junginys		Sveiki sėjinukai, (%)	Fitotoks- iškumas
Nr.	Dozavimas*		
17	(Jung. A)		
Pal.	10	30	-
Pvz.	20 40	50	-
		60	-
18	(Jung. B-1)		
Pal.	2.5	20	-
Pvz.	5	25	-
	10	25	-
19	(Jung. B-5)		
Pal.	2.5	15	-
Pvz.	5	20	-
	10	20	-
Neapdorotas kontrolinis bandinys		20	-

*Dozė yra aktyvaus junginio kiekis (mg) puodui.

5

5 EKSPERIMENTAS

Cukrinių runkelių sėjinukų iššutimo sustabdymas
(drėkinami milteliai)

10

Buvo kartojama procedūra, panaši į tą, kuri aprašyta 3 eksperimente, kuriame dirvožemio bandinys, užkrėstas patogenu, buvo sudėtas į plastinį puodą. Cukrinių runkelių sėklos (rūš.: *Monomidori* ir *Hokkai No. 51*) buvo apvilktos drėkinamų miltelių priemone, gautomis kaip aprašyta 18, 19, 22 ir 23 pavyzdžiuose ir 1, 2, 3, 21 ir 24 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, kartu su 2 % gumiarabiko skysčiu. Apvilktos cukrinių runkelių sėklos buvo pasodintos santykiu 60 sėklų puodui. Po kultivavimo šiltnamyje 6 savaites buvo nustatytas

20

- 5 sveikų sėjinukų skaičius. Rezultatas kiekvienu atveju buvo apskaičiuotas kaip vidurkis pagal tris vienodai apdorotus puodus. Kaip parodyta 6 lentelėje, šio išradimo dirvožemio fungicidinė kompozicija parodė puikų veiksmingumą prieš cukrinių runkelių sėjinukų iššutimą ir, dar daugiau, nebuvo pastebėta fitotoksiškumo.

6 Lentelė

10

Tiriamas junginys			Monomodori		Hokkai 51	
Dozė*			Sveiki sėjinukai, %	Fitotoksiškumas	Sveiki sėjinukai, %	Fitotoksiškumas
18	(Jung. C)	(Jung. B-1)				
Pvz.	1.0	0.1	85	-	90	-
	1.5	0.15	90	-	95	-
19	(Jung. C)	(Jung. B-5)				
Pvz.	1.0	0.1	80	-	88	-
	1.5	0.15	90	-	95	-
23	(Jung. D)	(Jung. B-1)				
Pvz.	1.0	0.1	90	-	93	-
	1.5	0.15	93	-	95	-
24	(Jung. D)	(Jung. B-5)				
Pvz.	1.0	0.1	85	-	90	-
	1.5	0.15	95	-	95	-
1	(Jung. A)					
Pal.	1.0		37	-	60	-
Pvz.	1.5		53	Uždelstas augimas	95	Uždelstas augimas
2		(Jung. B-1)				
Pal.		0.1	8	-	10	-
Pvz.		0.15	10	-	14	-

6 Lentelė (tęsinys)

Tiriamas junginys		Monomodori		Hokkai 51	
Dozė*		Sveiki sėjinukai, %	Fito-toksiškai, %	Sveiki sėjinukai, %	Fito-toksiškai, %
3	(Jung. B-5)				
Pal.	0.1	7	-	11	-
Pvz.	0.15	10	-	13	-
21	(Jung. C)				
Pal.	1.0	47	-	70	-
Pvz.	1.5	60	-	80	-
24	(Jung. D)				
Pal.	1.0	50	-	75	-
Pvz.	1.5	55	-	80	-
Neapdorotas kontrolinis bandinys		5	-	8	-

5 *Dozė yra aktyvaus junginio kiekis, išreikštas kaip sėklų svorio procentai.

6 EKSPERIMENTAS

10 Tiesioginio sodinimo bandymas, panaudojant ryžių lauko dirvožemį

15 Ryžių lauko dirvožemis buvo sudėtas į plastiko dėžę (dydis 50 cm x 40 cm, 10 cm gylis) 5 cm gilumu; buvo pridėta vandens ir dirvožemis buvo sulygintas. Ryžių sėklos (rūš.: Koshihikari), kurios buvo iš anksto pamerktos dėl išdygimo, buvo apvilktos su tam tikru kiekvienos drėkinamų miltelių priemonės, paruoštos kaip aprašyta 18 ir 19 pavyzdžiuose ir 1-3 bei 21 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, kiekiu ir nedelsiant

20 buvo pasodintos į dirvožemio bandinį 2 cm gilumu, 120 sėklų dėžutei tankumu. Palaikant 3-5 cm vandens gyli,

sėklos buvo kultivuojamos 3 savaites šiltnamyje, esant 20°C dieną ir 15°C naktį. Šio laikotarpio pabaigoje buvo nustatyta išitvirtinusių sėklų dalis ir fitotoksiškumo laipsnis. Kaip parodyta 7 lentelėje, nors išitvirtinusių sėjinukų procentas buvo didesnis dėžutėje, apdorotoje vien 3-hidroksi-5-metilizoksazolu arba jo kalcio druska, negu neapdorotame kontroliniame bandinyje, šis procentas buvo daug didesnis dėžutėse, kur Junginys B-1 arba B-5 buvo sumaišytas su 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska. Išitvirtinusių sėjinukų santykiai dėžutėse, paveiktose vien su Junginiu B-1 arba B-5, truputį skyrėsi nuo kontrolinio bandinio. Mišrus antimikrobiniai junginiai neparodė fitotoksiškumo prie jokių dozių, kaip ir pats 3-hidroksi-5-metilizoksazolas.

7 Lentelė

20

Tiriamas junginys		Išitvirtinusių sėjinukų dalis, (%)	Fitotoksiš- kumas
Dozė*			
18	(Jung. C) (Jung. B-1)		-
Pvz.	0.5 0.05	95	
19	(Jung. C) (Jung. B-5)		-
Pvz.	0.5 0.05	92	
1	(Jung. A)		-
Pal.	0.5	68	
Pvz.			
2	(Jung. B-1)		-
Pal.	0.05	58	
Pvz.			
3	(Jung. B-5)		-
Pal.	0.05	60	
Pvz.			

7 Lentelė (tęsinys)

Tiriamas junginys		Isitvirtinusių sėjinukų dalis, (%)	Fitotoksiš- kumas
Dozė*			
21	(Jung. C)		-
Pal.	0.5	72	
Pvz.			
Neapdorotas kontrolinis bandinys		54	-

- 5 *Dozė yra aktyvaus junginio kiekis, išreikštas kaip sėklų svorio procentai.

7 EKSPERIMENTAS

10 Algicidinis testas hidroponikos tirpalui

- Dumbliai buvo auginami tvenkinio vandenyje šiltnamyje. Vandens bandinys buvo įpiltas į 100 ml menzurėlę, ir į ją buvo pridėta kiekvieno iš skystų priemonių, paruoštų kaip aprašyta 12 ir 13 pavyzdžiuose, ir 14, 15 bei 16 palyginamuosiuose pavyzdžiuose, tam tikra koncentracija. Palaikius tvenkinio vandenį šiltnamyje 1 savaitę, buvo nustatytas dumblių dygimo laipsnis.

- 20 Rezultatai yra parodyti 8 lentelėje, iš kurios galima matyti, kad šio išradimo kompozicija turi puikų algicidinį poveikį.

- 25 8 lentelėje dumblių dygimo laipsnis yra pateiktas, naudojant tokius simbolius:

- : Dygimo nepastebėta.
- ±: Buvo pastebėtas nedidelis dygimas.
- +: Buvo pastebėtas dygimas.

++: Buvo pastebėtas žymus dygimas.

+++ : Buvo pastebėtas toks pat dygimas, kaip kontroliniame bandinyje.

8 lentelė

Tiriamas junginys			Dumblinų dygimo laipsnis
Dozavimas*			
12	(Jung. A)	(Jung. B-1)	
Pvz.	30	30	-
	100	100	-
13	(Jung. A)	(Jung. B-5)	
Pvz.	30	30	-
	100	100	-
17	(Jung. A)	(Jung. B-1)	(Jung. B-5)
Pvz.	10	10	10
	30	30	30
14	(Jung. A)		
Pal.	30		+
Pvz.	100		±
15	(Jung. B-1)		
Pal.	30		++
Pvz.	100		++
16	(Jung. B-5)		
Pal.	30		+++
Pvz.	100		++
Neapdorotas kontrolinis bandinys			+++

5 *Dozė yra aktyvaus junginio koncentracija (m.d.).

1A PAVYZDYS

10 5.7 kg vandens, 0.57 kg kalcio hidroksido ir 1.4 kg 3-hidroksi-5-metilizoksazolo sudėta į 10 litrų talpos kolbą, ir mišinys šildomas iki 80°C, kol ištirpo kietos medžiagos. Mišinys buvo filtruotas kol šiltas. Tada

filtratas atšaldytas iki 0°C , iškritę kristalai nu-
filtruoti ir džiovinami 2 valandas 55°C temperatūroje,
kad būtų gauta 1.0 kg nevalytų baltų kristalų. Šie
perkristalizuoti iš vandens ir tada džiovinami 2
5 valandas 55°C temperatūroje, kad duotų baltus
kristalus, besilydančius 280°C temperatūroje (su
skilimu).

Elementinė analizė: $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_4\text{Ca} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$:

10

Išskaičiuota, %: C, 31.17; H, 5.23; N, 9.09.

Rasta, %: C, 31.09; H, 5.24; N, 9.07.

15

Infraraudonasis absorbcijos spektras (Kbr), ν_{max} cm^{-1} :

3377(s), 3220(w), 1650(w), 1626(s), 1510(s),

1410(s), 1255(s), 1150(s), 1025(s), 900(s)

20

Branduolinio magnetinio rezonanso spektras (D_2O), δ , m.d.

2.11 (3H, dubletas, $J=0.8$ Hz);

25

5.36 (1H, kvartetas $J=0.8$ Hz).

Vandens kiekis pagal Karl-Fisher metoda

Išskaičiuota, %: 23.37

30

Rasta, %: 23.62.

Šie analitiniai duomenys patvirtino, kad gautas
junginys yra 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio

35

druskos dihidratas.

2A PAVYZDYS

6.5 svorio dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (žaliaviniai balti kristalai, gauti kaip aprašyta 1 pavyzdyje; 97.8 % grynumas, paskaičiuotas 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratui) ir 93.5 svorio dalys Zeeklite NG (Prekybinis smulkių dulkių, sudarvų iš kaolinito ir sericito kaip pagrindinių komponentų, pavadinimas; Zeeklite Co., Ltd. produktas) buvo sumaišytos ir smulkiai sutrintos į miltelius, panaudojant plaktukinio malūno tipo pulverizatorių (KII-1 tipo malūnas, Fuji Powder Co., Ltd.), kad būtų gauta dulkių pavidalo priemonė.

15

3A PAVYZDYS

64.5 svorio dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 97.8 %) ir 35.5 svorio dalys Carplex # 80 (Prekybinis hidruoto amorfinio silicio dioksido pavadinimas; Shionogi & Co., Ltd.) buvo sumaišytos ir tada smulkiai sutrintos į miltelius, panaudojant Ecksample KII-1 tipo malūną, kad būtų gauta dulkių pavidalo apvelkanti priemonė.

25

4A PAVYZDYS

80.0 svorio dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 98.8 %), 19.0 svorio dalių Carplex # 80 ir 1 dalis Gohsenol GL-05S (Prekybinis polivinilo alkoholio pavadinimas; Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.) buvo sumaišytos ir tada smulkiai sutrintos į miltelius, panaudojant Ecksample KII-1 tipo malūną, kad būtų gauta dulkių pavidalo apvelkanti priemonė.

35

5A PAVYZDYS

90.0 svorio dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 98.8 %), 7 svorio dalys
5 FARZYM-T (prekybinis denatūruoto krakmolo pavadinimas; Matsutani Chem. Ind. Co., Ltd.) ir 3 svorio dalys Neogen miltelių (Prekybinis natrio alkil[C_{12}] benzolsulfonato pavadinimas; Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) buvo sumaišytos ir tada smulkiai sutrintos į
10 miltelius, panaudojant Ecksample KII-1 malūną, kad būtų gauta dulkių pavidalo apvelkanti priemonė.

6 A PAVYZDYS

15 50.0 dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 98.8 %), 45.0 svorio dalys Kaoline KSC (Prekybinis smulkių kaolinito molio miltelių pavadinimas; Matsumura Ind Co., Ltd.) ir 5 svorio dalys Labelin FAN (Prekybinis naftalinosulfoninės rūgšties ir
20 formalino kondensacijos produkto natrio druskos prekybinis pavadinimas, Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) buvo sumaišytos, mišinys pulverizuotas, panaudojant Ecksample KII-1 tipo malūną, kad būtų gauta 1000 g pulverizuoto produkto. Šis produktas buvo
25 sudėtas į vertikalių FM-VG-05 tipo granuliatorių (agitacinis granulatorius, Powrex Co., Ltd.), pridėta 150 g vandens, sumaišyta, maišant 3 minutes, esant 800 aps. per min. mentės greičiui ir skersinio sraigto greičiui 3000 aps. per min. Gautas granuliacinis
30 produktas buvo išdžiovintas, panaudojant judančio sluoksnio džiovintuvą, Mizet MD-B-400 tipo džiovintuvą (Fuji Powdol Co., Ltd.), buvo pasiekta 60°C įėjimo oro temperatūra ir 50°C išėjimo oro temperatūra. Produktas buvo persijotas, kad būtų atrinktos dalelės, kurių
35 diametras nuo 150 μm iki 840 μm , ir taip gauta reikalinga vandenyje išsklaidoma granuluota priemonė.

7A PAVYZDYS

26 svorio dalys 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 97.8 %) buvo pridėtos į 53
5 svorio dalių etilenglikolio bei 21 svorio dalies vandens mišinį ir ištirpintos, kad būtų gauta skysta priemonė.

1A Palyginamasis pavyzdys

10

Buvo pakartota panaši procedūra tai, kuri aprašyta 6A pavyzdyje, išskyrus tai, kad 50.0 svorio dalių 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato (grynumas 98.8 %) buvo pakeista 32 svorio dalimis 3-
15 hidroksi-5-metilizoksazolo (grynumas 98.7 %) ir tai, kad 45.0 svorio dalys Caoline KCS buvo pakeistos 63 svorio dalimis Caoline KCS, ir buvo gauta vandenyje išsklaidoma granuluota priemonė.

20

VEIKSMINGUMO DUOMENYS

1A EKSPERIMENTAS

Aktyvaus junginio išgaravimas džiovinimo procese

25

Aktyvių junginių teorinis kiekis 6A pavyzdžio ir 1A palyginamojo pavyzdžio produktuose buvo palygintas su tikruoju aktyvaus junginio kiekiu, išmatuojant aktyvaus junginio tikrąjį kiekį tiek prieš džiovinimo procesą, tiek po jo, panaudojant judančio sluoksnio džiovintuvą, kaip aprašyta 6A pavyzdyje. Teoriniai ir faktiški aktyvių junginių kiekiai buvo apskaičiuoti, neatsižvelgiant į vandens kiekį, kadangi vandens kiekis buvo mažesnis negu 1 %.

35

6A pavyzdžio ir 1A palyginamojo pavyzdžio produktuose, kai bandinių vandens kiekis buvo 1.5 % arba didesnis,

laikant vandenyje išsklaidomą granuliuotą priemonę, buvo pastebimas sukepimas (kai dalelės sulipo viena su kita). Kad būtų palaikoma patenkinama kokybė, būtina, kad vandens kiekis neviršytų 1 %.

5

Bandinių vandens kiekis buvo matuojamas taip.

Apie 5 gramams kiekvieno bandinio buvo leista stovėti 48 valandas eksikatoriuje, turinčiame fosforo pentoksido, kambario temperatūroje, ir svorio prieš ir po stovėjimo eksikatoriuje skirtumas buvo laikomas vandens kiekiu. Stovint 48 valandas eksikatoriuje, jokio aktyvaus junginio garavimo beveik nebuvo, nes fosforo pentoksidas absorbuoja tik vandenį ir neabsorbuoja 3-hidroksi-5-metilizoksazolo. Todėl aktyvaus junginio turinys po stovėjimo eksikatoriuje yra beveik toks pat kaip anksčiau.

Aktyvaus junginio, 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato turinys 6A pavyzdžio mišinyje arba paties 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kiekis palyginamojo 1A pavyzdžio mišinyje buvo matuojamas taip.

3-Hidroksi-5-metilizoksazolas

25

Apie 0.7 g bandinio ekstrahuota su 50 ml metanolio. 5 ml šio tirpalo buvo supilta į 50 ml Erlenmeyer'io kolbą, tada į ją buvo įpilta 5 ml metanolinio tirpalo, turinčio 10 mg ftalinės rūgšties, po to 1.0 ml 0.1 N vandeninės sieros rūgšties ir 19 ml vandens (naudojimui kaip vidinio standarto). 5 µl šio tirpalo buvo įleista į didelės skiriamosios galios skystinės chromatografijos (DSGSC) kolonėlę. Eliuotas aktyvus junginys ir ftalinė rūgštis buvo surasti ir jų kiekis nustatytas ultravioletiniu monitoriumi (240 nm) ir skaitmeniniu integratoriumi. Tam, kad būtų nustatytas aktyvaus

35

junginio kiekis bandinyje, buvo panaudojama kalibravimo kreivė, paruošta iš standartinių tirpalų.

DSGSC sąlygos:

5

kolonėlė: 4.6 x 250 mm Zorbax ODS (Firmos ženklas);

10

Mobili fazė: metanolis, vanduo ir 1 % fosforo rūgštis, santykiu 30:68:2 pagal tūrį;

Srauto greitis: 1 ml/minutę.

3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas

15

Kadangi 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas yra keičiamas į 3-hidroksi-5-metilizoksazolą rūgščiame tirpale, analitinis metodas šiam junginiui yra tas pats, kaip 3-hidroksi-5-metilizoksazolui.

20

Kalcio druskos dihidrato procentinis kiekis (D%) yra apskaičiuojamas taip:

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

25

kur

A: 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kiekis (sv. %);

30

B: 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato molekulinė masė;

C: 3-hidroksi-5-metilizoksazolo molekulinė masė.

35

"Liekamasis santykis" reiškia aktyvaus junginio kiekį po išdžiovinimo, išreikštą aktyvaus junginio prieš džiovinimą kiekį procentais. Teorinis aktyvaus junginio

kiekis po išdžiovinimo buvo 49.4 % ir 31.6 %, 6A pavyzdyje ir 1A palyginamajame pavyzdyje, atitinkamai.

Rezultatai parodyti pateiktoje 9 lentelėje.

5

9 lentelė

	6A pavyzdys	1A palyg. pavyzdys
Vandens kiekis, %	0.9	0.9
Aktyvaus junginio kiekis, %	49.4	26.3
Liekamasis santykis	100.0	83.2

10 6A pavyzdyje aktyvaus junginio išgaravimo džiovinimo procese nepastebėta, bet 1A palyginamajame pavyzdyje džiovinant buvo prarasta 16.8 % aktyvaus junginio.

2A EKSPERIMENTAS

15 5 gramų 3-hidroksi-5-metilizoksazolo bevandenio kalio, natrio ir kalcio druskų ir 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato bandiniai buvo padėti ant porcelianinės lėkštės (10 cm diametro). Junginiai buvo uždegti degtuku ir buvo palyginti jų degamumai.

20 Rezultatai buvo tokie:

25 1) 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalio druska (vandens turinys: 1.5 %): šis junginys užsidegė staigiai, ėjo balti dūmai ir tuoj pat visiškai išgaravo.

2) 3-hidroksi-5-metilizoksazolas (vandens turinys: 1.0 %): šis junginys užsidegė staigiai, ėjo balti dūmai ir tuoj pat visiškai išgaravo.

30

3) 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska (bevand.): šis junginys degė smarkiai,ėjo juodi dūmai.

5 4) 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druska (dihidratas): nors jis kartais išskirdavo juosvus dūmus, šis junginys nedegė. Pakartotinai pabandžius uždegti net 5 kartus, uždegti nepavyko, nors galiusiai tai sukėlė junginio garavimą.

10

3A EKSPERIMENTAS

5 gramų 3-hidroksi-5-metilizoksazolo bevandenio kalio ir natrio druskų ir 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrato bandiniai buvo padėti ant stiklinės lėkštės ir jiems leista stovėti eksikatoriuje, palaikant 80 % santykinį drėgnumą 40°C temperatūroje. Bevandenių kalio ir natrio druskų vandens kiekis greitai didėjo ir per 48 valandas padidėjo 90 %. Tada didėjimo greitis pradėjo mažėti, bet bendras vandens kiekio padidėjimas po 96 valandų buvo virš 100 % (natrio druska) arba beveik 100 % (kalio druska). Priešingai, kalcio druskos dihidrato vandens kiekis iš esmės nepadidėjo per visą bandymo laiką (96 valandas). Iš šių rezultatų aišku, kad bevandenės 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalio ir natrio druskos buvo higroskopinės, tačiau nebuvo rasta higroskopiškumo 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidrate.

15

20

25

30

Taip pat aišku, kad nei 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalio druska, nei jo natrio druska nesudaro stabilaus hidrato.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Dirvožemio fungicidinė kompozicija, b e s i s k i -
r i a n t i tuo, kad ji susideda iš 3-hidroksi-5-
5 metilizoksazolo arba jo druskos, sumaišytos arba
asocijuotos su antimikrobininiu agentu.
2. Kompozicija pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n -
t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo druska
10 yra šarminio metalo arba žemės šarminio metalo druska.
3. Kompozicija pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n -
t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo druska
yra parenkama iš natrio, kalio ir kalcio druskų.
15
4. Kompozicija pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n -
t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo druska
yra kalcio druska.
- 20 5. Kompozicija pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n -
t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo druska
yra kalcio druskos dihidratas.
- 25 6. Kompozicija pagal bet kuri iš 1-5 punktų, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-
metilizoksazolo arba jo druskos santykis su anti-
mikrobininiu agentu sudaromas santykiu nuo 15:1 iki 1:2.
- 30 7. Kompozicija pagal 6 punktą, b e s i s k i r i a n -
t i tuo, kad joje 3-hidroksi-5-metilizoksazolo arba jo
druskos santykis su antimikrobininiu agentu sudaromas
santykiu nuo 13:1 iki 1:1.
- 35 8. Kompozicija pagal bet kuri iš 1-7 punktų, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad joje antimikrobinis
agentas yra parinktas iš 1,5-pentanodial, 2,5-
dimetoksitetrahidrofurano, glioksalio, benzalkonio

chlorido, 1,2-benzizotiazolin-3-ono, vario hidroksido, 4-chlor-2-ksilenolio, 4-chlor-2-krezolio, p-hidroksi-benzoinės rūgšties esterių ir tetrahidro-3,5-dimetil-2H-1,3,5-tiadiazin-2-tiono.

5

9. Kompozicija pagal 8 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad joje antimikrobinis agentas yra parenkamas iš 1,5-pentanodial ir 1,2-benzizotiazolin-3-ono.

10

10. Kultūrų, kitų augalų, kitų žemės ūkio terpių dirvožemio apsaugojimo nuo grybelių poveikio būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad pagal jį augalams, augalų dalims, dirvožemiui arba vandeniui taikomas 3-hidroksi-5-metilizoksazolas arba jo druskos pagal bet kuri iš 1-9 punktų, sumaišytos arba asocijuotos su antimikrobiniais agentais.

15

20

11. 3-Hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos dihidratas.

25

12. Junginio pagal 11 punktą gavimo būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad kalcio junginys reaguoja su 3-hidroksi-5-metilizoksazolu ir reikalingą kalcio druską regeneruoja, esant sąlygoms, palankioms dihidrato susidarymui.

30

13. Būdas pagal 12 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad vieną kalcio hidroksido dalį (molinę) ir 2 3-hidroksi-5-metilizoksazolo dalis (molines) prideda į vandenį ir ištirpina 70-80°C temperatūroje, gautą tirpalą filtruoja kol dar jis šiltas, filtratą atšaldo iki apytikriai 0°C, iškritusius kristalus nufiltruoja bei išdžiovina.

35

14. Agrocheminė kompozicija, b e s i s k i r i a n t i
tuo, kad joje yra 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio
druskos dihidrato.

5 15. Kultūrų, kitų augalų, kitų žemės ūkio terpių
dirvožemio apsaugojimo nuo grybelių poveikio būdas,
b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad pagal jį
augalams, augalų dalims, dirvožemiui arba vandeniui
taiko 3-hidroksi-5-metilizoksazolo kalcio druskos
10 dihidratą.

1-10 punktų prioritetas nuo 1992 05 07

11-15 punktų prioritetas nuo 1993 03 03