

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **239046**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **427701**

(22) Data zgłoszenia: **08.11.2018**

(51) Int.Cl.

C07D 291/06 (2006.01)

A01N 43/88 (2006.01)

(54) **Nowe słodkie ciecze jonowe z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-
-alkiloamoniowym, sposób ich otrzymywania oraz zastosowanie
jako deterenty pokarmowe**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

18.05.2020 BUP 11/20

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

02.11.2021 WUP 31/21

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT OCHRONY ROŚLIN – PAŃSTWOWY
INSTYTUT BADAWCZY, Poznań, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**TOMASZ KLEJDYSZ, Poznań, PL
JULIUSZ PERNAK, Poznań, PL
AGATA SMYCZYŃSKA, Gostyń, PL
ANNA TURGUŁA, Poznań, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Barbara Urbańska-Łuczak

PL 239046 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku są nowe słodkie cieczce jonowe z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym i anionem pochodzącym od acesulfamu K, sposób ich otrzymywania oraz zastosowanie jako deterenty pokarmowe.

Jednym z istotnych problemów rolnictwa są straty wywołane przez szkodniki. Do ochrony roślin przed wpływem żerujących na nich owadów używa się głównie pestycydów. Środki tego typu są toksyczne, przez co nie pozostają obojętne wobec środowiska naturalnego, często wykazują również negatywny wpływ na owady pożyteczne, inne zwierzęta lub rośliny. Z tego powodu poszukuje się substancji, które mogłyby skutecznie chronić rośliny i produkty żywnościowe, takie jak np. zboża, nie zaburzając przy tym równowagi ekologicznej.

Przykładem takich substancji są antyfidanty (deterenty pokarmowe), czyli związki, które oddziałują na narząd smaku owadów, powodując zahamowanie żerowania. Antyfidanty pochodzenia naturalnego, np. azadirachtyna, charakteryzują się selektywnością działania. Oznacza to, że substancje deterentne są aktywne wobec szkodników i obojętne wobec owadów pożytecznych. Ponieważ naturalne deterenty występują w roślinach w niewielkich ilościach, a ich ekstrakcja jest kłopotliwa, dlatego trwają badania mające na celu stworzenie syntetycznych antyfidantów o jak najwyższej skuteczności działania.

Acesulfam K to heterocykliczna sól organiczna. Stosuje się ją w przemyśle spożywczym jako zamiennik tradycyjnego cukru, ponieważ w odróżnieniu od sacharozy acesulfam K nie wywołuje gwałtownego wzrostu glukozy we krwi. Opublikowano wyniki badań, które dowodzą, że cieczce jonowe złożone z kationu z dodatnio naładowanym atomem azotu oraz anionu pochodzącego od substancji słodzącej, jak acesulfam K, mogą wykazywać działanie deterentne o porównywalnej skuteczności do ogólnie przyjętego wzorca – azadirachtyny. Wspomniane wyniki badań zawarto w publikacji: J. Pernak, K. Wasiński, T. Praczyk, J. Nawrot, A. Cieniecka-Rosłonkiewicz, F. Walkiewicz, K. Materna, *Science China Chemistry*, 55, 2012, 1532–1541.

Cieczce jonowe są grupą związków organicznych o budowie jonowej. Wzbudzają duże zainteresowanie w świecie naukowym ze względu na swoje wielofunkcyjne właściwości. Dzięki wyjątkowo niskiej prężności par wpisują się w ideę „Zielonej chemii”. Dobieranie struktur kation-anion stwarza niemal nieograniczone możliwości syntezy, które czynią z cieczy jonowych związki projektowalne.

Przykładami nowych słodkich cieczy jonowych o wzorze ogólnym 1 są:

- 1) Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowy,
- 2) Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowy,
- 3) Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamoniowy,
- 4) Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamoniowy,
- 5) Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy.

Istotą wynalazku są nowe słodkie cieczce jonowe z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym zawierającym w podstawieniu alkilowym 8, 10, 12, 14 lub 16 atomów węgla, o wzorze ogólnym 1, w którym A oznacza anion acesulfamu o wzorze 2.

Sposób ich otrzymywania polega na tym, że chlorek 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowy, o wzorze ogólnym 3, rozpuszcza się w metanolu albo w wodzie i miesza się z wodnym albo metanolem roztworem acesulfamu K, w stosunku molowym chlorek 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowy do acesulfamu K 1:1 do 1:2, korzystnie 1:1, w temperaturze pokojowej, w czasie od 24 do 96 godzin, korzystnie przez 72 godziny, po czym odsącza się osad wytrąconego chlorku potasu w przypadku stosowania metanolu i odparowuje się pod obniżonym ciśnieniem wodę lub metanol, do pozostałej części po odparowaniu rozpuszczalnika dodaje się acetonu, dalej całość schładza się w celu wytrącenia reszty zanieczyszczeń nieorganicznych lub nadmiaru acesulfamu K, po czym wytrącony osad odsącza się grawitacyjnie, a przesącz odparowuje, a uzyskany produkt suszy się pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze od 50 do 80°C, korzystnie 70°C. Zastosowanie nowych słodkich cieczy jonowych z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym oraz anionem acesulfamu o wzorze 2 jako deterenty pokarmowe. Korzystnym jest, gdy słodkie cieczce jonowe stosuje się w postaci czystej albo w postaci roztworu wodno-metanolowego lub wodno-etanolowego o stężeniu korzystnie 0,05%.

Także korzystnym jest, gdy słodkie cieczce jonowe stosuje się w postaci roztworu wodnego o stężeniu co najmniej 0,05%.

W wyniku zastosowanego rozwiązania, uzyskano następujące efekty techniczno-użytkowe:

- otrzymano nowe słodkie związki z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowymi oraz anionem pochodzącym od acesulfamu K,
- syntezę wynalazku przeprowadzono w temperaturze otoczenia, dzięki czemu zmniejsza się wydatek energetyczny procesu,
- związki otrzymane wg opracowanej metodyki w łatwy sposób izoluje się z mieszaniny poreakcyjnej, przez co produkty charakteryzują się wysoką czystością,
- wszystkie syntezowane związki są cieczami o wysokiej lepkości, a więc są cieczami jonowymi,
- uzyskane substancje cechują się dobrą rozpuszczalnością w polarnych rozpuszczalnikach aprotycznych (np. acetonie lub DMSO) oraz protycznych (np. metanolu),
- opracowana metoda pozwala na uzyskanie produktów z wysoką wydajnością,
- otrzymane związki są stabilne w szerokim zakresie temperaturowym,
- otrzymane substancje chemiczne wykazują aktywność detergentną.

Sposób otrzymywania cieczy jonowych z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym i anionem pochodzącym od acesulfamu K ilustrują poniższe przykłady:

Przykład 1

Sposób otrzymywania acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowego.

W kolbie zaopatrzonej w mieszałko magnetyczne umieszczono 2,80 g (0,01 mola) chlorku 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowego rozpuszczonego w 50 ml metanolu. Następnie dodano 2,01 g (0,01 mola) acesulfamu K rozpuszczonego uprzednio w metanolu. Reakcję prowadzono w temperaturze pokojowej przez 72 godziny. Wytrącony osad chlorku potasu odsączono grawitacyjnie. Z uzyskanego przesączu odparowano metanol za pomocą wyparki próżniowej. Do pozostałej części po odparowaniu metanolu, dodano aceton, po czym całość schłodzono w celu wytrącenia reszty zanieczyszczeń nieorganicznych. Wytrącony osad odsączono grawitacyjnie, a przesącz odparowano, uzyskując produkt w postaci cieczy o wysokiej lepkości. Otrzymany produkt suszono w suszarce próżniowej, w temperaturze 70°C. Produkt uzyskano z wydajnością 72%.

Strukturę związku potwierdzono za pomocą widma protonowego i węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 0,87 (t, 3H); 1,25 (m, 13H); 1,67 (m, 2H); 1,90 (s, 3H); 3,20 (s, 6H); 3,47 (m, 2H); 4,24 (q, 2H); 4,43 (s, 2H); 5,27 (s, 1H).

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 13,76; 13,92; 19,38; 21,70; 22,03; 25,60; 28,36 [2C]; 31,12; 50,96 [2C]; 60,49; 61,92; 64,45; 102,07; 159,54; 164,78; 167,69.

Analiza elementarna CHN dla $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ (Mmol = 406,54 g/mol): wartości obliczone (%): C = 53,18; H = 8,43; N = 6,89; wartości zmierzone (%): C = 53,36; H = 8,51; N = 6,48.

Wyniki te potwierdzają czystość otrzymanego związku.

Przykład 2

Sposób otrzymywania acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowego.

W kolbie zaopatrzonej w mieszałko magnetyczne umieszczono 6,16 g (0,02 mola) chlorku 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowego rozpuszczonego w 50 ml metanolu. Następnie dodano 4,02 g (0,02 mola) acesulfamu K rozpuszczonego uprzednio w metanolu. Reakcję prowadzono w temperaturze pokojowej przez 96 godziny. Wytrącony osad chlorku potasu odsączono grawitacyjnie. Z uzyskanego przesączu odparowano metanol za pomocą wyparki próżniowej. Do pozostałej części po odparowaniu metanolu dodano aceton, po czym całość schłodzono w celu wytrącenia reszty zanieczyszczeń nieorganicznych. Wytrącony osad odsączono grawitacyjnie, a przesącz odparowano, uzyskując produkt w postaci cieczy o wysokiej lepkości. Otrzymany produkt suszono w suszarce próżniowej, w temperaturze 60°C. Produkt uzyskano z wydajnością 85%.

Strukturę związku potwierdzono za pomocą widma protonowego i węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 0,86 (t, 3H); 1,26 (m, 17H); 1,68 (m, 2H); 1,90 (s, 3H); 3,19 (s, 6H); 3,47 (m, 2H); 4,20 (q, 2H); 4,43 (s, 2H); 5,27 (s, 1H).

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 13,90; 13,94; 19,35; 21,68; 22,05; 25,59; 28,36; 28,71; 28,84; 29,53; 31,23; 50,96 [2C]; 60,48; 61,91; 64,49; 102,05; 159,52; 165,24; 167,69.

Analiza elementarna CHN dla $\text{C}_{20}\text{H}_{38}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ (Mmol = 434,59 g/mol): wartości obliczone (%): C = 55,27; H = 8,81; N = 6,45; wartości zmierzone (%): C = 55,66; H = 8,48; N = 6,15.

Wyniki analizy elementarnej potwierdzają czystość otrzymanego związku.

Przykład 3

*Sposób otrzymywania acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamonio-
wego.*

W kolbie zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne umieszczono 3,36 g (0,01 mola) chlorku 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamonioowego rozpuszczonego w 50 ml wody. Następnie dodano 2,01 g (0,01 mola) acesulfamu K rozpuszczonego uprzednio w wodzie. Reakcję prowadzono w temperaturze pokojowej przez 48 godzin. Rozpuszczalnik odparowano za pomocą wyparki próżniowej. Do kolby dodano 50 ml acetonu i wytrącony osad chlorku potasu odsączono grawitacyjnie. Z uzyskanego przesączu odparowano rozpuszczalnik za pomocą wyparki próżniowej. Otrzymany produkt, w postaci cieczy o wysokiej lepkości, suszono w suszarce próżniowej, w temperaturze 70°C. Produkt uzyskano z wydajnością 76%.

Strukturę związku potwierdzono za pomocą widma protonowego i węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 0,86 (t, 3H); 1,25 (m, 21H); 1,68 (m, 2H); 1,90 (s, 3H); 3,21 (s, 6H); 3,47 (m, 2H); 4,22 (q, 2H); 4,43 (s, 2H); 5,27 (s, 1H).

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 13,71; 13,88; 19,34; 21,71; 22,07; 25,61; 28,38; 28,70; 28,73; 28,74; 28,90; 29,00; 31,28; 50,95 [2C]; 60,50; 61,89; 64,49; 102,04; 159,54; 164,75; 167,74. Analiza elementarna CHN dla $\text{C}_{22}\text{H}_{42}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ (Mmol = 462,64 g/mol): wartości obliczone (%): C = 57,11; H = 9,15; N = 6,06; wartości zmierzone (%): C = 57,33; H = 8,96; N = 6,40.

Wyniki te potwierdzają otrzymanie acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamonioowego.

Przykład 4

*Sposób otrzymywania acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamonio-
wego.*

W kolbie zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne umieszczono 3,64 g (0,01 mola) chlorku 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamonioowego rozpuszczonego w 50 ml metanolu. Następnie dodano 4,02 g (0,02 mola) acesulfamu K rozpuszczonego uprzednio w metanolu. Reakcję prowadzono w temperaturze pokojowej przez 72 godziny. Wytrącony osad chlorku potasu odsączono grawitacyjnie. Z uzyskanego przesączu odparowano metanol za pomocą wyparki próżniowej. Do pozostałej części po odparowaniu dodano acetonu, po czym całość schłodzono w celu wytrącenia reszty zanieczyszczeń nieorganicznych oraz nieprzereagowanego nadmiaru acesulfamu K. Wytrącony osad odsączono grawitacyjnie, a przesącz odparowano, uzyskując produkt w postaci cieczy o wysokiej lepkości. Otrzymany produkt suszono w suszarce próżniowej, w temperaturze 50°C. Produkt uzyskano z wydajnością 93%.

Strukturę związku potwierdzono za pomocą widma protonowego i węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 0,88 (t, 3H); 1,26 (m, 25H); 1,69 (m, 2H); 1,90 (s, 3H); 3,19 (s, 6H); 3,47 (m, 2H); 4,21 (q, 2H); 4,43 (s, 2H); 5,27 (s, 1H).

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 13,71; 13,92; 19,60; 21,70; 22,06; 25,59; 28,33; 28,67; 28,74; 28,76; 28,90; 28,91; 29,03; 31,30; 31,60; 50,97 [2C]; 60,32; 61,70; 64,15; 103,16; 159,49; 164,61; 168,21; a czystość przez:

Analiza elementarna CHN dla $\text{C}_{24}\text{H}_{46}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ (Mmol = 490,70 g/mol): wartości obliczone (%): C = 58,74; H = 9,45; N = 5,71; wartości zmierzone (%): C = 58,38; H = 9,66; N = 6,03.

Przykład 5

*Sposób otrzymywania acesulfamu 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamonio-
wego.*

W kolbie zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne umieszczono 7,84 g (0,02 mola) chlorku 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamonioowego rozpuszczonego w 100 ml wody. Następnie dodano 8,05 g (0,04 mola) acesulfamu K rozpuszczonego uprzednio w wodzie. Reakcję prowadzono w temperaturze pokojowej przez 24 godziny. Rozpuszczalnik odparowano za pomocą wyparki próżniowej. Po odparowaniu wody, do kolby dodano 100 ml zimnego acetonu. Wytrącony osad chlorku potasu oraz nadmiar użytego acesulfamu K odsączono grawitacyjnie. Z uzyskanego przesączu odparowano rozpuszczalnik za pomocą wyparki próżniowej. Otrzymany produkt w postaci cieczy o wysokiej lepkości, suszono w suszarce próżniowej, w temperaturze 80°C. Produkt uzyskano z wydajnością 92%.

Strukturę związku potwierdzono za pomocą widma protonowego i węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 0,86 (t, 3H); 1,24 (m, 29H); 1,68 (m, 2H); 1,90 (s, 3H); 3,20 (s, 6H); 3,47 (m, 2H); 4,23 (q, 2H); 4,41 (s, 2H); 5,27 (s, 1H).

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ ppm = 13,70; 13,85; 19,33; 21,70; 22,05; 25,59; 28,37; 28,38; 28,67; 28,71; 28,73; 28,90; 28,99; 29,03 [3C]; 31,26; 50,97 [2C]; 60,52; 61,89; 64,49; 102,04; 159,49; 164,72; 167,69.

Analiza elementarna CHN dla $\text{C}_{26}\text{H}_{50}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ (Mmol = 518,75 g/mol): wartości obliczone (%): C = 60,20; H = 9,72; N = 5,40; wartości zmierzone (%): C = 60,50; H = 9,96; N = 5,63.

Analiza uzyskanych wyników potwierdza strukturę zaplanowanej cieczy jonowej i jej czystość.

Przykładowe zastosowanie

Aktywność biologiczna została przebadana w dwóch testach: test bez wyboru oraz test wyboru. Do wykonania testów przygotowano opłatki pszenne o średnicy 10 mm oraz grubości 1 mm. Część opłatków nasączono roztworem badanej substancji, a opłatki kontrolne nasączono metanolem, dalej opłatki pozostawiano do odparowania rozpuszczalnika. Następnie opłatki umieszczano w inkubatorach. Do inkubatorów dodano szkodniki magazynowe (w liczbie 10 larw trojszyka ulca lub 10 larw skórka zbożowego, lub 10 chrząszczy wołka zbożowego lub 10 chrząszczy wołka ryżowego). Po zakończeniu testu ponownie ważono opłatki. Eksperyment trwał pięć dni oraz wykonano pięć powtórzeń każdego doświadczenia.

Na podstawie ubytku masy wyznaczono współczynnik względny (R), współczynnik absolutny (A) oraz współczynnik sumaryczny (T).

Współczynniki względny aktywności deterentnej:

$$R = \frac{K - E}{K + E} * 100,$$

oraz współczynnik absolutny:

$$A = \frac{KK - EE}{KK + EE} * 100,$$

użyte we wzorach skróty literowe oznaczają odpowiednio:

K – ubytek masy z krążków kontrolnych z wyborem, KK – ubytek masy z krążków kontrolnych bez wyboru, E – ubytek masy z krążków z testowanym związkiem z wyborem, EE – ubytek masy z krążków z testowanym związkiem bez wyboru.

Współczynnik sumaryczny wyznaczono ze wzoru:

$$T = A + R$$

Właściwości deterentne określono w następującej skali:

<i>bardzo dobry</i>	współczynnik sumaryczny 200–151,
<i>dobry</i>	współczynnik sumaryczny 150–101,
<i>średni</i>	współczynnik sumaryczny 100–51,
<i>słaby</i>	współczynnik sumaryczny 50–0,
<i>brak właściwości deterentnych (atraktant)</i>	współczynnik sumaryczny poniżej 0.

W tabelach 1 – 4 zamieszczono uzyskane wyniki właściwości deterentnych otrzymanych substancji. Dla porównania zamieszczono dane literaturowe (B. Łozowicka, P. Kaczyński, J. Nawrot, J. Wysocka, *Progress in Plant Protection*, 47, 2007, 303–309) znanego antyfidanta pochodzenia naturalnego – azadirachtyny dla testowanych owadów, oprócz wołka ryżowego, który nie był dotychczas badany tą metodą.

T a b e l a 1. Aktywność deterentna wobec chrząszczy wołka zbożowego.

Związek	Wołek zbożowy - chrząszcz	
	T	Aktywność deterentna
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowy	112	Dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowy	128	Dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamoniowy	127	Dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamoniowy	139	Dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy	162	Bardzo dobra
Azadirachtyna	190	Bardzo dobra

T a b e l a 2. Aktywność deterentna wobec chrząszczy wołka ryżowego.

Związek	Wołek ryżowy- chrząszcz	
	T	Aktywność deterentna
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowy	93	Średnia
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowy	158	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamoniowy	178	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamoniowy	158	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy	189	Bardzo dobra
Azadirachtyna	-	-

T a b e l a 3. Aktywność deterentna wobec larw trojszyka ulca.

Związek	Trojszyk ulec - larwy	
	T	Aktywność deterentna
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowy	176	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowy	182	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamoniowy	189	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamoniowy	169	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy	184	Bardzo dobra
Azadirachtyna	192	Bardzo dobra

T a b e l a 4. Aktywność deterentna wobec larw skórka zbożowego.

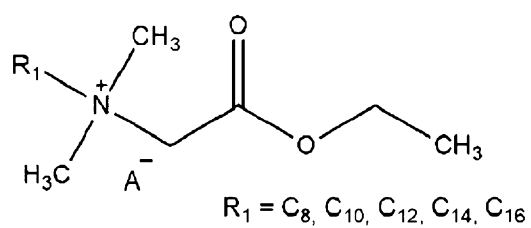
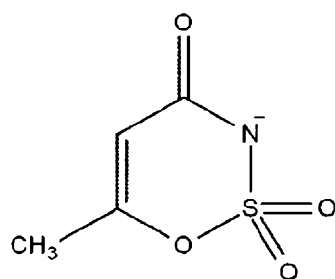
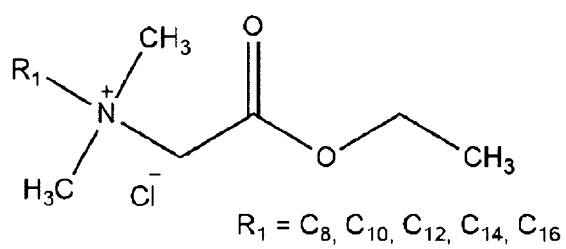
Związek	Skórek zbożowy - larwy	
	T	Aktywność deterentna
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-oktyloamoniowy	186	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-decyloamoniowy	184	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-dodecyloamoniowy	198	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-tetradecyloamoniowy	184	Bardzo dobra
Acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy	151	Bardzo dobra
Azadirachtyna	194	Bardzo dobra

Wnioski:

Otrzymane ciecze jonowe charakteryzowały się zróżnicowaną aktywnością deterentną. Testowane związki wykazywały najmocniejsze właściwości deterentne wobec larw trojszyka ulca i skórka zbożowego. W przypadku chrząszczy wołka zbożowego i wołka ryżowego związki działały jako średnie, dobre lub bardzo dobre deterenty pokarmowe. Największą aktywność deterentną wobec chrząszczy wykazywał związek o długotańczuchowym postawieniu alkilowym – acesulfam 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-heksadecyloamoniowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Nowe słodkie cieczce jonowe z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym zawierającym w podstawieniu alkilowym 8, 10, 12, 14 lub 16 atomów węgla, **o wzorze ogólnym 1**, w którym A^- oznacza anion acesulfamu **o wzorze 2**.
2. Sposób otrzymywania nowych słodkich cieczy jonowych z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym określonych zastrzeżeniem 1, **znamienny tym**, że chlorek 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowy, **o wzorze ogólnym 3**, rozpuszcza się w metanolu albo w wodzie i miesza się z wodnym albo metanolem roztworem acesulfamu K, w stosunku molowym chlorek 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowy do acesulfamu K 1:1 do 1:2, korzystnie 1:1, w temperaturze pokojowej, w czasie od 24 do 96 godzin, korzystnie przez 72 godziny, po czym odsącza się osad wytrąconego chlorku potasu w przypadku stosowania metanolu i odparowuje się pod obniżonym ciśnieniem wodę lub metanol, do pozostałej części po odparowaniu rozpuszczalnika dodaje się acetonu, dalej całość schładza się w celu wytrącenia reszty zanieczyszczeń nieorganicznych lub nadmiaru acesulfamu K, po czym wytrącony osad odsącza się grawitacyjnie, a przesącz odparowuje, a uzyskany produkt suszy się pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze od 50 do 80°C, korzystnie 70°C.
3. Zastosowanie nowych słodkich cieczy jonowych z kationem 1-(2-etoksy-2-oksoetylo)-1,1-dimetylo-1-alkiloamoniowym oraz anionem acesulfamu **o wzorze 2** określonych zastrzeżeniem 1 jako deterenty pokarmowe.
4. Zastosowanie według zastrzeżenia 3, **znamiennie tym**, że słodkie cieczce jonowe stosuje się w postaci czystej.
5. Zastosowanie według zastrzeżenia 3, **znamiennie tym**, że słodkie cieczce jonowe stosuje się w postaci roztworu wodno-metanolowego lub wodno-etanolowego o stężeniu korzystnie 0,05%.
6. Zastosowanie według zastrzeżenia 3, **znamiennie tym**, że słodkie cieczce jonowe stosuje się postaci roztworu wodnego o stężeniu co najmniej 0,05%.

Rysunki**Wzór 1****Wzór 2****Wzór 3**