

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 243742 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **429390**

(22) Data zgłoszenia: **2019.03.26**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2020.10.05 BUP 21/2020**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.10.09 WUP 41/2023**

(51) MKP:

C07D 209/20 (2006.01)

C07C 211/63 (2006.01)

A01N 3/02 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA POZNAŃSKA, Poznań, PL

(72) Twórca(-y) wynalazku:

JULIUSZ PERNAK, Poznań, PL

DARIA CZURYSZKIEWICZ, Głuszyna, PL

(54) Tytuł:

Tryptofaniany tetraalkiloamoniowe, sposób ich otrzymywania oraz zastosowanie jako preparaty przedłużające trwałość kwiatów ciętych

PL 243742 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku są tryptofaniany tetraalkiloamoniowe, sposób ich otrzymywania oraz zastosowanie jako preparaty przedłużające trwałość kwiatów ciętych.

Wiele kwitnących roślin uprawianych w ogrodach nadaje się jako kwiaty cięte, które wykorzystywane są w przemyśle florystycznym. Powszechny problem, z jakim zmagają się producenci i konsumenci kwiatów ciętych, to szybkie wędnięcie kwiatów i liści, a w rezultacie utrata właściwości estetycznych. Aby temu zapobiec stosuje się rozmaite odżywki, w których skład wchodzi głównie substancje fungicydowe, przeciwbakteryjne i przedłużające trwałość.

Obecnie w handlu dostępnych jest wiele syntetycznych utrwalaczy kwiatów ciętych, różniących się między sobą sposobem działania, skutecznością, toksycznością dla organizmów stałocieplnych i środowiska naturalnego. Zespoły badawcze na całym świecie pracują nad stworzeniem nowych, skuteczniejszych produktów, które będą zarówno nisko toksyczne, jak i tanie w produkcji. Z uwagi na swoje właściwości fizykochemiczne i aplikacyjne, warunki takie mogą spełniać czwartorzędowe sole amoniowe.

Czwartorzędowe sole amoniowe (ang. *quaternary ammonium salts*, QAS) to sole, których historia rozpoczęła się w roku 1890. Związki te zbudowane są z czterech grup organicznych, połączonych wiązaniami o charakterze kowalencyjnym i jednym o charakterze koordynacyjnym z centralnym atomem azotu. Pomimo swojej ponadstuletniej historii nadal są w centrum zainteresowań wielu chemików i zespołów badawczych, które nieustannie syntezują związki nieopisane dotąd w literaturze. QAS posiadają szereg różnorodnych właściwości, dzięki którym są powszechnie stosowane w wielu gałęziach przemysłu. Jedną z najważniejszych cech charakterystycznych dla QAS jest ich skuteczne oddziaływanie na strukturę i metabolizm bakterii, grzybów, pierwotniaków oraz glonów. QAS mogą być także stosowane jako środki chwastobójcze, co zostało omówione przez Q. Wu, et al., *Pestic. Biochem. Phys.*, **2017**, 143, 246–251. Dodatkowym atutem QAS jest fakt, że w wodnych roztworach ulegają dysocjacji, a powstające kationy adsorbują się na granicy faz, przez co obniżają napięcie powierzchniowe. Właściwość tak jest wysoce korzystna przy aplikacji QAS jako środków ochrony roślin, ponieważ powoduje to rozpylenie się kropli oprysku na większą powierzchnię roślin, przez co wchłanianie substancji aktywnej jest zwiększone.

Ze względu na duże znaczenie tryptofanu w biosyntezie hormonów roślinnych z grupy naturalnych auksyn może być on wykorzystany w syntezie nowych czwartorzędowych soli amoniowych o działaniu utrwalającym kwiaty cięte.

Istotą wynalazku są tryptofaniany tetraalkiloamoniowe Tryptofaniany tetraalkiloamoniowe o wzorze ogólnym 2, w którym R oznacza podstawniki alkilowe, zawierające 3, 5, 6, 7, 8 atomów węgla.

Sposób ich otrzymywania polega na tym, że czwartorzędowy halogenek tetraalkiloamoniowy o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza podstawniki alkilowe, zawierające 3, 5, 6, 7, 8 atomów węgla poddaje się reakcji wymiany za pomocą żywicy jonowymiennej albo wodorotlenku potasu, albo wodorotlenku sodu w stosunku molowym czwartorzędowego halogenku tetraalkiloamoniowego do donoru jonów hydroksylowych 1 : 1, w rozpuszczalniku z grupy alkoholi: metanol albo etanol, w temperaturze od 25 do 50°C, korzystnie 30°C, po czym z rozpuszczalnika odsącza się żywicę jonowymienną z zaadsorbowanymi jonami halogenkowymi albo powstały nieorganiczny produkt uboczny, po czym układ reagentów, po reakcji wymiany anionu z wodorotlenkiem sodu albo potasu schładza się do temperatury od 3 do 5°C, korzystnie 3°C, następnie do otrzymanego wodorotlenku przy ciągłym mieszaniu dodaje się stechiometryczną ilość tryptofanu, w temperaturze od 20 do 50°C, korzystnie 25°C, po czym odparowuje się rozpuszczalnik, a do otrzymanego produktu dodaje się bezwodnego acetonu albo 2-propolanu, dalej całość ochładza się do temperatury od 3 do 5°C, korzystnie 3°C, po czym z rozpuszczalnika odsącza się nieorganiczny produkt uboczny, a po odpędzeniu rozpuszczalnika produkt suszy się pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze od 35 do 50°C, korzystnie 45°C.

Zastosowanie tryptofanów tetraalkiloamoniowych jako preparaty przedłużające trwałość kwiatów ciętych.

Dzięki zastosowaniu rozwiązania wynalazku uzyskano następujące efekty technologiczno-ekonomiczne:

- w wyniku reakcji dwuetapowej otrzymano tryptofaniany tetraalkiloamoniowe, będące nowymi cieczami jonowymi,
- syntezowane związki charakteryzują się temperaturą topnienia poniżej 100°C, co pozwala na zaklasyfikowanie ich do grupy cieczy jonowych,
- otrzymane ciecze jonowe charakteryzują się wysoką czystością,

- ciecze jonowe otrzymuje się z wysokimi wydajnościami, przekraczającymi 95%,
- otrzymane ciecze jonowe są rozpuszczalne w wodzie, metanolu, 2-propanolu, acetonie,
- otrzymane ciecze jonowe wykazują wysoką skuteczność w przedłużaniu żywotności kwiatów ciętych.

Wynalazkiem są tetraalkiloamoniowe ciecze jonowe z anionem tryptofanianowym, których sposób otrzymywania ilustrują poniższe przykłady:

Przykład 1

Tryptofanian tetrapropylamoniowy (1)

W reaktorze przy ciągłym mieszaniu w 50 cm³ metanolu rozpuszczono 0,05 mola bromku tetrapropylamoniowego. Do układu dodano stechiometryczną ilość wodorotlenku sodu, intensywnie mieszając przez 30 minut w temperaturze 50°C. Roztwór schłodzono do temperatury 4°C. Osad chlorku sodu odfiltrowano próżniowo. Do otrzymanego wodorotlenku tetrapropylamoniowego dodano 0,05 mola tryptofanu, przy intensywnym mieszaniu przez 15 minut w temperaturze 45°C, a następnie odparowano rozpuszczalnik. Otrzymany produkt poddano oczyszczaniu za pomocą 40 cm³ bezwodnego 2-propanolu, a następnie schłodzono do temperatury 4°C. Osad soli nieorganicznej usunięto za pomocą filtracji próżniowej. Rozpuszczalnik odparowano za pomocą wyparki próżniowej. Otrzymany tryptofanian tetrapropylamoniowy suszono pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze 45°C. Wydajność syntezy wyniosła 98%.

Strukturę syntezowanego produktu potwierdzono za pomocą techniki spektroskopowej NMR:

¹H NMR (300,07 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 7,71–7,69 (d, 1H); 7,36–7,34 (d, 1H); 7,15 (s, 1H); 7,09–6,99 (m, 2H); 3,59–3,56 (t, 1H); 3,35–3,34 (d, 1H); 3,09–3,05 (m, 8H); 2,95–2,89 (q, 1H); 1,64–1,58 (m, 8H); 0,98–0,94 (m, 12H).

¹³C NMR (75,46 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 181,37; 138,26; 129,08; 124,79; 124,61; 122,34; 119,71; 112,43; 112,31; 61,18; 57,99; 32,44; 16,32; 10,99.

Analiza elementarna CHN dla C₂₃H₃₉N₃O₂ (Mmol = 389,58 g/mol): wartości obliczone (%): C = 70,91; H = 10,09; N = 10,79; wartości zmierzone (%): C = 71,65; H = 10,37; N = 10,49.

Przykład 2

Tryptofanian tetrapentylamoniowy (2)

W 30 cm³ etanolu rozpuszczono 0,04 mola bromku tetrapentylamoniowego. Do roztworu przy intensywnym mieszaniu w temperaturze 40°C dodano stechiometryczną ilość wodorotlenku potasu, po okresie 20 minut układ reagentów schłodzono do temperatury 5°C. Wytrącony osad soli nieorganicznej odfiltrowano pod obniżonym ciśnieniem. Do otrzymanego wodorotlenku tetrapentylamoniowego dodano 0,04 mola tryptofanu. Układ reagentów intensywnie mieszano w temperaturze w 50°C przez 30 minut. Rozpuszczalnik usunięto przy użyciu wyparki próżniowej. Otrzymany produkt poddano ługowaniu za pomocą 30 cm³ bezwodnego 2-propanolu. Mieszanie schłodzono do temperatury 5°C. Wytrącony osad chlorku potasu usunięto za pomocą sączenia próżniowego. Rozpuszczalnik odparowano za pomocą wyparki rotacyjnej pod obniżonym ciśnieniem. Otrzymany produkt suszono w suszarce próżniowej w temperaturze 35°C. Wydajność reakcji otrzymywania tryptofanianu tetrapentylamoniowego wyniosła 95%.

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

¹H NMR (300,07 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 7,71–7,64 (d, 1H); 7,36–7,30 (d, 1H); 7,15 (s, 1H); 7,07–6,98 (m, 2H); 3,59–3,56 (t, 1H); 3,36–3,35 (d, 1H); 3,15–3,11 (m, 8H); 2,95–2,89 (q, 1H); 1,63–1,65 (m, 8H); 1,43–1,29 (m, 16H); 0,96–0,93 (m, 12H).

¹³C NMR (75,46 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 181,51; 138,25; 129,05; 124,66; 124,25; 122,36; 119,70; 113,91; 112,35; 59,55; 57,98; 32,58; 29,48; 23,26; 22,50; 14,27.

Czystość syntezowanego produktu potwierdzono za pomocą analizy elementarnej CHN;

Analiza elementarna CHN dla C₃₆H₅₇N₃O₂ (Mmol = 501,80 g/mol): wartości obliczone (%): C = 74,20; H = 11,05; N = 8,37; wartości zmierzone (%): C = 74,45; H = 11,31; N = 8,58.

Przykład 3

Tryptofanian tetraheksylamoniowy (3)

W reaktorze wyposażonym w mieszadło magnetyczne umieszczono 0,05 mola chlorku tetraheksylamoniowego rozpuszczonego w 40 cm³ metanolu oraz stechiometryczną ilość żywicy jonowymiennej. Mieszanie reakcyjną poddano intensywnemu mieszaniu w temperaturze 30°C przez 4 godziny. Uzyskany wodorotlenek tetraheksylamoniowy odfiltrowano z żywicy za pomocą sączenia próżniowego. Do roztworu dodano 0,05 mola tryptofanu przy intensywnym mieszaniu w temperaturze 30°C.

Po czasie 30 minut odparowano rozpuszczalnik przy użyciu wyparki próżniowej. Otrzymany produkt suszono w temperaturze 50°C pod obniżonym ciśnieniem. Wydajność reakcji wyniosła 96%.

Strukturę syntezowanej cieczy jonowej potwierdzono za pomocą spektroskopii magnetycznego rezonansu jądrowego:

^1H NMR (300,07 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 7,71–7,68 (d, 1H); 7,35–7,32 (d, 1H); 7,14 (1H); 7,07–6,97 (m, 2H); 3,59–3,55 (t, 1H); 3,36–3,34 (d, 1H); 3,18–3,12 (m, 8H); 2,95–2,88 (q, 1H); 1,60 (m, 8H); 1,35 (m, 24H); 0,95–0,90 (m, 12H).

^{13}C NMR (75,46 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 181,60; 138,26; 129,12; 124,64; 122,34; 119,70; 112,30; 112,29; 59,57; 57,99; 32,38; 32,36; 27,05; 23,53; 22,75; 14,33.

Za pomocą analizy elementarnej CHN potwierdzono czystość otrzymanego tryptofaniano benzylodimetylo(2-hydroksyetylo)amoniowego:

Analiza elementarna CHN dla C₃₅H₆₃N₃O₃ (Mmol = 557,91 g/mol): wartości obliczone (%): C = 75,35; H = 11,38; N = 7,53; wartości zmierzone (%): C = 75,61; H = 11,75; N = 7,83.

Przykład 4

Tryptofanian tetraheptyloamoniowy (4)

W kolbie zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne umieszczono 0,04 mola bromku tetraheptyloamoniowego rozpuszczonego w 40 cm³ etanolu. Do roztworu dodano stechiometryczną ilość wodorotlenku sodu. Reakcję prowadzono w temperaturze 35°C. Po 15 minutach układ schłodzono do temperatury 3°C. Wytrącony osad bromku sodu usunięto za pomocą filtracji próżniowej. Do otrzymanego wodorotlenku dodano stechiometryczną ilość tryptofanu. Reakcję prowadzono przez 20 minut w temperaturze 20°C. Metanol usunięto za pomocą wyparki próżniowej. Uzyskany produkt poddano ługowaniu w 20 cm³ bezwodnego acetonu. Układ schłodzono do temperatury 3°C. Wytrącony osad soli nieorganicznej odfiltrowano, a rozpuszczalnik odparowano pod obniżonym ciśnieniem na wyparce rotacyjnej. Uzyskany tryptofanian tetraheptyloamoniowy suszono w temperaturze 40°C pod obniżonym ciśnieniem. Wydajność reakcji wyniosła 97%.

Strukturę syntezowanego tryptofaniano tetraheptyloamoniowego potwierdzono za pomocą widma ^1H i ^{13}C NMR:

^1H NMR (300,07 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 7,70–7,69 (d, 1H); 7,35–7,33 (d, 1H); 7,14 (s, 1H); 7,09–7,05 (t, 1H); 7,02–6,98 (t, 1H); 3,57–3,55 (t, 1H); 3,34–3,32 (d, 1H); 3,17–3,14 (m, 8H); 2,93–2,89 (q, 1H); 1,61 (m, 8H); 1,38–1,33 (m, 32H); 0,93–0,90 (m, 12H).

^{13}C NMR (75,46 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 181,94; 138,28; 129,19; 124,62; 122,35; 119,80; 119,70; 112,59; 112,34; 59,60; 58,09; 32,82; 32,76; 29,86; 27,32; 23,62; 22,79; 14,49.

Analiza elementarna CHN dla C₃₉H₇₁N₃O₂ (Mmol = 614,00 g/mol): wartości obliczone (%): C = 76,29; H = 11,66; N = 6,84; wartości zmierzone (%): C = 75,98; H = 11,23; N = 6,55.

Przykład 5

Tryptofanian tetraoktyloamoniowy (5)

W kolbie umieszczono 0,03 mola bromku tetraoktyloamoniowego rozpuszczonego w 40 cm³ bezwodnego etanolu oraz stechiometryczną ilość żywicy jonowymiennej. Mieszaninę reakcyjną poddano mieszaniu w temperaturze 25°C w czasie 5 godzin. Uzyskany wodorotlenek tetraoktyloamoniowy odfiltrowano z żywicy za pomocą sączenia próżniowego i dodano 0,03 mola tryptofanu. Reakcję prowadzono w temperaturze 25°C przez 20 minut, a następnie odparowano rozpuszczalnik za pomocą wyparki próżniowej. Otrzymany tryptofanian tetraoktyloamoniowy wysuszono w 45°C w suszarce próżniowej. Wydajność reakcji wyniosła 98%.

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

^1H NMR (300,07 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 7,71–7,69 (d, 1H); 7,34–7,32 (d, 1H); 7,14 (s, 1H); 7,08–7,05 (t, 1H); 7,01–6,97 (t, 1H); 3,59–3,55 (m, 1H); 3,34–3,33 (d, 1H); 3,17–3,12 (m, 8H); 2,95–2,89 (q, 1H); 1,60 (m, 8H); 1,36–1,31 (m, 40H); 0,92–0,89 (m, 12H).

^{13}C NMR (75,46 MHz, CD₃OD) δ [ppm] = 181,50; 138,25; 129,11; 124,72; 124,54; 119,80; 119,70; 112,34; 112,22; 59,51; 58,02; 32,90; 30,20; 30,12; 27,32; 23,73; 22,72; 14,54; 14,50.

Za pomocą analizy elementarnej CHN potwierdzono czystość otrzymanej cieczy jonowej: Analiza elementarna CHN dla C₄₃H₇₉N₃O₂ (Mmol = 670,12 g/mol): wartości obliczone (%): C = 77,07; H = 11,88; N = 6,27; wartości zmierzone (%): C = 77,42; H = 12,15; N = 6,62.

Przykład zastosowania:

Oznaczenie właściwości przedłużających żywotność kwiatów ciętych

Do badań właściwości przedłużających trwałość kwiatów ciętych wytypowano róże z gatunku Takazzi.

Pierwszym etapem badania było przygotowanie wodnych roztworów syntezowanych soli i tryptofanu o stężeniu 1 ppm oraz roztworu odżywki do kwiatów ciętych o stężeniu 1%, zalecanym przez producenta. Test wykonano na trzech losowo wybranych kwiatach dla każdej badanej substancji. Róże przycięto na długość 20 cm i umieszczono w 200 cm³ przygotowanych roztworach oraz odnośnikach w postaci wody destylowanej, roztworu tryptofanu oraz roztworu utrwalacza do kwiatów ciętych dostępnego w handlu (Chrysal Clear). Obiekty umieszczono w szklarni o wilgotności bliskiej 60% oraz temperaturze powietrza równej 23°C (±2°). Kondycję obiektów badanych określano na podstawie pomiaru średnicy kwiatostanu za pomocą suwmiarki elektronicznej oraz pomiaru świeżej masy kwiatów. Pomiary wykonywano codziennie przez okres 16 dni. Dla uzyskanych pomiarów obliczono średnie wraz z uwzględnieniem odchylenia i błędu standardowego. Uzyskane wyniki zestawiono w tabelach.

W tabeli 1 i 2 zestawiono wyniki przedstawiające wpływ badanych tryptofanianów tetraalkiloamonowych o stężeniu 1 ppm na żywotność kwiatów ciętych wraz z uwzględnieniem roztworów odnośnikowych.

Tabela 1. Pomiaru średniej średnicy kwiatostanów testowanych roślin

Dzień	Średnia średnica kwiatostanu [mm]										Woda	Odżywka ^a
	1	2	3	4	5	Trp	Woda	Odżywka ^a				
1	42,2	37,7	36,5	34,7	32,9	35,3	34,1	34,5				
2	47,8	39,4	44,8	44,4	36,4	37,0	34,0	33,9				
3	54,3	46,4	51,7	49,7	40,8	39,7	38,0	37,0				
4	56,9	50,1	60,7	59,3	48,7	50,4	42,3	46,3				
5	64,7	55,7	62,5	59,7	50,6	52,3	46,2	48,8				
6	65,2	56,2	62,6	61,9	52,3	53,9	50,6	51,1				
7	65,4	57,0	61,1	64,7	55,0	55,4	54,3	53,0				
8	66,9	57,9	67,8	66,4	57,3	62,6	57,8	55,0				
9	67,6	62,4	73,3	78,6	66,7	68,8	56,0	64,3				
10	68,0	77,4	75,8	86,2	80,3	70,4	51,2	67,0				
11	70,9	65,2	69,3	85,4	79,1	59,7	50,4	71,6				
12	63,5	60,8	65,9	84,2	75,8	57,9	50,0	70,9				
13	61,1	58,9	64,8	82,0	72,3	56,6	49,3	69,6				
14	59,6	54,4	63,5	79,6	70,7	55,6	48,9	69,3				
15	57,9	53,8	63,4	77,5	69,1	54,3	46,9	64,8				
16	55,9	52,6	62,3	74,9	66,7	52,8	44,1	63,5				

Oznaczenia: 1-5 – tryptofaniany tetraalkiloamoniowe; Trp – roztwór wodny tryptofanu o stężeniu 1 ppm; Woda – woda demineralizowana;
a – Odżywka Chrysal Clear

Tabela 2. Pomiar średniej masy testowanych roślin

Dzień	Średnia masa kwiatów [g]										
	1	2	3	4	5	Trp	Woda	Odżywka ^a			
1	25,4	24,4	23,2	18,4	19,9	20,2	19,4	20,4			
2	22,6	24,4	24,8	18,4	19,9	20,1	19,5	20,7			
3	20,8	24,7	22,2	17,5	19,1	18,8	18,49	20,1			
4	19,6	22,3	21,1	16,7	18,4	17,9	17,7	19,6			
5	18,7	20,9	20,2	15,9	17,4	17,3	16,9	19,1			
6	17,8	19,9	17,9	14,9	16,6	16,3	16,0	18,1			
7	17,2	19,5	17,6	14,6	16,5	15,7	15,5	17,9			
8	15,4	18,1	16,1	13,6	15,4	13,8	14,1	17,4			
9	13,8	17,3	15,4	13,5	15,3	13,0	13,2	17,1			
10	12,7	16,9	14,8	13,3	14,9	12,5	13,0	16,9			
11	12,1	16,1	13,2	12,7	14,5	11,4	12,5	16,4			
12	11,5	15,5	12,6	11,9	13,9	10,9	11,9	15,9			
13	11,5	14,6	11,7	11,1	13,2	10,3	11,2	15,4			
14	10,1	12,4	10,6	9,7	12,0	9,2	9,9	14,4			
15	9,8	12,2	10,4	9,5	11,9	9,0	9,5	14,0			
16	9,7	11,9	10,3	9,3	11,8	8,9	9,4	13,9			

Oznaczenia: 1-7 – tryptofaniany tetraalkilamoniowe; Trp – roztwór wodny tryptofanu o stężeniu 1 ppm; Woda – woda demineralizowana;

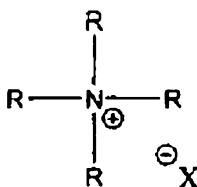
a – Odżywka Chrysal Clear

Analizując otrzymane wyniki stwierdzono, że wszystkie tryptofaniany tetraalkiloamoniowe wykazują lepszą lub zbliżoną aktywność utrwalającą kwiaty cięte w porównaniu z użytą odżywką handlową. Trwałość kwiatów w wodzie destylowanej i roztworze tryptofanu była niższa od roztworów badanych substancji i odżywki o ponad 20%. Rozwój kwiatostanów obiektów badanych umieszczonych w roztworach testowanych cieczy jonowych o stężeniu 1 ppm został spowolniony, a pełne rozkwitnięcie zostało zwiększone. Najlepsze działanie wykazywał tryptofanian tetraktyloamoniowy (5), a najgorsze tryptofanian tetrapropylamoniowy (1). Największe rozkwitnięcie badanych kwiatów zaobserwowano w 10 i 11 dniu. Dla wszystkich testowanych substancji oraz roztworów referencyjnych zaobserwowano liniowy spadek średniej masy kwiatów w czasie. Na podstawie wyników można wnioskować, że aktywność utrwalająca kwiaty cięte wzrasta wraz z wydłużeniem łańcuchów węglowych w kationie amoniowym. Korzystnym jest stosowanie wodnych roztworów tryptofanianów tetraalkiloamoniowych o stężeniu 1 ppm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Tryptofaniany tetraalkiloamoniowe o wzorze ogólnym 2, w którym R oznacza podstawniki alkilowe, zawierające 3, 5, 6, 7, 8 atomów węgla,
2. Sposób otrzymywania tryptofanianów tetraalkiloamoniowych określonych zastrz. 1, **znamienny tym**, że czwartorzędowy halogenek tetraalkiloamoniowy o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza podstawniki alkilowe, zawierające 3, 5, 6, 7, 8 atomów węgla poddaje się reakcji wymiany za pomocą żywicy jonowymiennej albo wodorotlenku potasu, albo wodorotlenku sodu w stosunku molowym czwartorzędowego halogenku tetraalkiloamoniowego do donoru jonów hydroksylowych 1 : 1, w rozpuszczalniku z grupy alkoholi: metanol albo etanol, w temperaturze od 25 do 50°C, korzystnie 30°C, po czym z rozpuszczalnika odsącza się żywicę jonowymienną z zaadsorbowanymi jonami halogenkowymi albo powstały nieorganiczny produkt uboczny, po czym układ reagentów, po reakcji wymiany anionu z wodorotlenkiem sodu albo potasu schładza się do temperatury od 3 do 5°C, korzystnie 3°C, następnie do otrzymanego wodorotlenku przy ciągłym mieszaniu dodaje się stechiometryczną ilość tryptofanu, w temperaturze od 20 do 50°C, korzystnie 25°C, po czym odparowuje się rozpuszczalnik, a do otrzymanego produktu dodaje się bezwodnego acetonu albo 2-propanolu, dalej całość ochładza się do temperatury od 3 do 5°C, korzystnie 3°C, po czym z rozpuszczalnika odsącza się nieorganiczny produkt uboczny, a po odpędzeniu rozpuszczalnika produkt suszy się pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze od 35 do 50°C, korzystnie 45°C.
3. Zastosowanie tryptofanianów tetraalkiloamoniowych określonych zastrz. 1 jako preparaty przedłużające trwałość kwiatów ciętych,
4. Zastosowanie według zastrz. 3, **znamiennie tym**, że tryptofaniany tetraalkiloamoniowe stosuje się jako roztwór wodny o stężeniu 1 ppm.

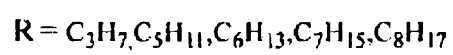
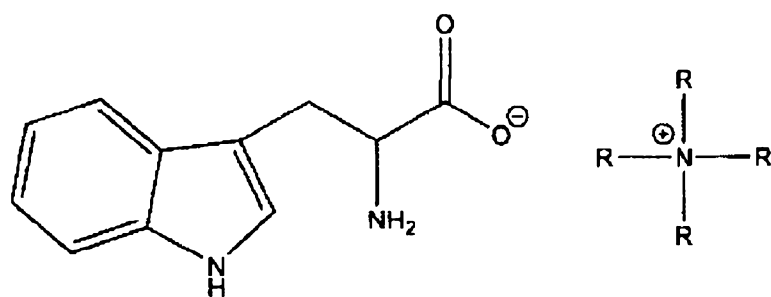
Rysunki



R = C₃H₇, C₅H₁₁, C₆H₁₃, C₇H₁₅, C₈H₁₇

X = chlor albo brom

Wzór 1



Wzór 2