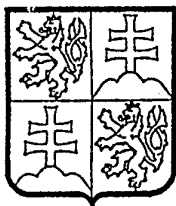


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 276 206

(11) Číslo dokumentu :

(21) Číslo přihlášky : 5152-90.Q

(22) Přihlášeno : 23 10 90

(30) Prioritní data :

(13) Druh dokumentu : B6

(51) Int. Cl.⁵ :

C 07 C 211/21

(40) Zveřejněno : 15 04 92

(47) Uděleno : 21 02 92

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 15 04 92

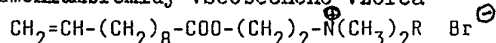
(73) Majitel patentu : UNIVERZITA KOMENSKÉHO, BRATISLAVA

(72) Původce vynálezu : CSIBA IMRICH RNDr. CSc.,
DEVÍNSKY FERDINAND doc. ing. CSc.,
LACKO IVAN ing., BRATISLAVA

(54) Název vynálezu : N-/2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidy
a způsob ich přípravy

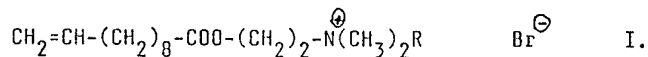
(57) Anotace :

N-/2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-alkyldi-
metylamóniumbromidy všeobecného vzorca



kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov
uhlíka 2 až 14 a spôsob ich prípravy, ktorý
spočíva v reakcii N,N-dimetyl-aminoetylésteru
kyseliny 10-undecénovej s 1-brómalkánom v po-
lárnom prostredí pri rôznych teplotách a po-
čas rôznej reakčnej doby.

Vynález sa týka N-2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidov všeobecného vzorca



kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 2 až 14 a spôsob ich prípravy.

Organické amóniové soli, ktoré obsahujú vo svojej molekule, najmenej jeden dlhý alkylový reťazec, predstavujú skupinu zlúčenín s výrazným biologickým, predovšetkým antimikróbny účinkom. Pre túto vlastnosť našli priemyselné použitie, ako veľmi účinné dezinficiencie, pomocné látky vo farmaceutickom, textilnom, ťažkom priemysle a pod.. Používajú sa v organickej syntéze, napríklad pri príprave nenasýtených zlúčenín ako medzifázové katalyzátory, atď..

Pripravujú sa rôznymi spôsobmi, z ktorých najčastejšie používanou metódou je reakcia halogénalkánov, prípadne dialkylsulfátov s príslušnými terciárnymi amínmi. Reakcia sa uskutočňuje v rôznych podmienkach, pričom sa získavajú amóniové soli variabilnej čistoty a vo variabilných výťažkoch. Reakcia sa najčastejšie uskutočňuje v etanole, nitrometáne, benzéne alebo toluéne.

Spôsob podľa vynálezu má tú výhodu, že sa reakcia môže uskutočniť v metanole alebo metylkyanide pri rôznych teplotách počas 18 až 22 hodín, pričom vznikajú produkty vysokej čistoty a vo vysokých výťažkoch.

V príkladoch je uvedený spôsob prípravy podľa vynálezu, ako vybrané zlúčeniny, ktoré sú predmetom vynálezu, okrem výťažku a prvkovej analýzy sú uvedené teploty topenia, R_f hodnoty (vyvíjacia sústava 1MHC1-acetón 1:9, detekcia Dragendorfovým činidlom v Muniérovej modifikácii) a antimikróbné aktivity zistené dilučným testom priamo v kultivačnom médiu. Účinnosť je uvedená ako minimálna inhibičná koncentrácia MIC v $\mu\text{g/ml}$ voči *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* a *Candida albicans*. Antimikróbná aktivita zlúčenín, ktoré sú predmetom vynálezu, je vlastnosť nová, doteraz u týchto zlúčenín neznáma. Príklady ilustrujú, ale neobmedzujú rozsah použitej metódy.

Príklad 1

K 0,06 mol N,N-dimetylaminoetylesteru kyseliny 10-undecénovej rozpustenému v 12 ml suchého metylkyanidu za laboratórnej teploty sa pridá 0,06 mol 1-brómhexánu. Reakčná zmes sa zahrieva 18 hodín pri teplote 100 °C. Po ochladení a oddestilovaní rozpúšťadla sa surový produkt, ktorým je N-2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-hexyldimetylamóniumbromid prekrystalizuje do konštantnej teploty topenia zo suchého acetónu. Produkt má t.t. 98 až 99 °C. Elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 59,91/59,93; H: 10,30/10,31; N: 3,33/3,05; výťažok 88 % teórie; R_f : 0,36; MIC 8, 70, 40.

Príklad 2

Pracovný postup je ten istý ako v príklade 1, s tým rozdielom, že do reakcie sa použil 1-brómoktán, rozpúšťadlom bol suchý metanol. Teplota kúpeľa bola 80 °C a reakčný čas 20 hodín. Produkt N-2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-dimetyloktetylamóniumbromid mal t.t. 144 až 146 °C; elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 61,53/61,77; H: 10,55/10,59; N: 3,12/3,13; výťažok 75 % teórie; R_f : 0,39; MIC 4, 50, 20.

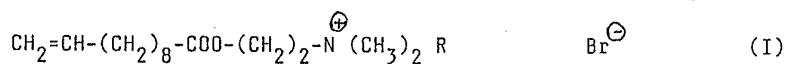
Príklad 3

Pracovný postup je zhodný s postupom uvedeným v príklade 1, do reakcie sa použil 1-brómdekán, rozpúšťadlom bol metylkyanid, reakčný čas bol 22 hodín a reakčná teplota 70 °C. Produkt N-/2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-decyldimetylamóniumbromid mal t.t. 164 aý 165 °C; elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 62,82/63,27; H: 10,75/10,83; N: 2,93/2,91; výťažok 85 % teórie; R_F: 0,41; MIC 3, 70, 30.

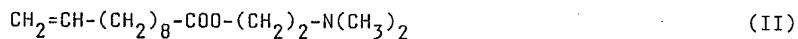
Všetky takto pripravené zlúčeniny boli biele kryštalické, mierne hydroskopické zlúčeniny, rozpustné v polárnych a nerozpustné v nepolárnych rozpúšťadlách. Okrem elementárnej analýzy boli identifikované aj spektrálnymi metódami.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. N-/2-(10-uncenoyloxy)etyl/-N,N,N-alkyldimetylamóniumbrody všeobecného vzorca I., kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 2 až 14.



2. Spôsob prípravy N-/2-(10-undecenoyloxy)etyl/-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidov všeobecného vzorca I. podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa nechá reagovať N,N-dimetylaminoetyléster kyseliny 10-undecénovej všeobecného vzorca



s 1-brómalkánmi všeobecného vzorca R-Br, kde R značí to isté ako v bode 1, v prostredí suchého metanolu alebo metylkyanidu v rozmedzí teplôt 70 až 100 °C počas 18 až 22 hodín.