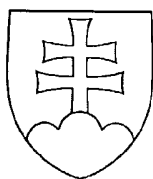


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

280 878

(21) Číslo prihlášky: **487-92**

(22) Dátum podania: **19.02.1992**

(31) Číslo prioritnej prihlášky: **657707**

(32) Dátum priority: **19.02.1991**

(33) Krajina priority: **US**

(40) Dátum zverejnenia: **16.09.1992**

(45) Dátum zverejnenia udelenia
vo Vestníku: **14.08.2000**

(86) Číslo PCT:

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl⁷:

C 07C 233/07

C 07C 233/06

A 01N 37/18

(73) Majiteľ patentu: Colgate-Palmolive Company, New York, NY, US;

(72) Pôvodca vynálezu: Steltenkamp Robert J., Somerset, New Jersey, US;

(74) Zástupca: Hörmannová Zuzana, Ing., Bratislava, SK;

(54) Názov vynálezu: **N-Monosubstituované aryl- a N-cykloalkylneoalkánamidy a ich použitie**

(57) Anotácia:

N-Monosubstituované neoalkánamidy s 11 až 14 atómami uhlíka, kde substituent na amidovom atóme dusíka je aryl alebo cykloalkyl a má aspoň 5 atómov uhlíka, odpudzujú hmyz za predpokladu, že aromatický substituent je nesubstituovaný v orto polohe a neoalkanoylovou časťou je pivaloyl a celkový počet atómov uhlíka v neoalkánamide s cyklickým substituentom na atóme dusíka je aspoň 12. Tieto neoalkánamidy sú vhodné ako repelenty švábov a rusov, a tiež komárov (*Anopheles*, *Aedes*), bzučiviek a mravcov všetkých druhov a do istej miery i kliešťov. Zlúčeniny sa aplikujú buď priamo, alebo v roztoku či emulzii, výhodne postrekom alebo v detergentných prostriedkoch či iných produktoch na oblasti a miesta výskytu hmyzu. Uvedené neoalkánamidy dobre prilipajú k povrchom a poskytujú dlhodobý odpudzujúci účinok týchto oblastí, miest a predmetov.

Oblasť techniky

Vynález sa týka hmyz odpudzujúcich N-aryl- a N-cykloalkylneoalkánamidov a spôsobu ich aplikácie.

Doterajší stav techniky

Pri rešeršiach, či ručných alebo pomocou počítačov, doterajšieho stavu techniky nebola zistená žiadna zmienka o neoalkánamidoch substituovaných na atóme dusíka cyklickým (tento výraz zahŕňa tak aryl, ako aj cykloalkyl) substituentom, podľa vynálezu ani o žiadnych analogických N-cykloalkylsubstituovaných amidoch sa nezistilo, že sú účinné ako repelenty hmyzu. Z týchto prieskumov vyplýva, že N-aryl- a N-cykloalkylneoalkánamidy podľa vynálezu sú nové a nie sú k dispozícii. Najbližšie k týmto N-cykloalkylsubstituovaným neoalkánamidom podľa vynálezu sú zlúčeniny opísané v patentových spisoch US č. 4,682,982, 4,715,862, 4,804,290 a v patentových prihláškach US č. 07/612.748, 07/609.290, 07/267.141, 07/264.936 a 06/894.985. No neoalkánamidy opísané v prvých dvoch z uvedených patentových spisov sa používajú ako protistatické činidlá, nie ako repelenty hmyzu. V patentových prihláškach č. 07/354.545 a 06/894.983 sa uvádza, že N-nižšie alkylneoalkánamidy sa používajú ako zložky parfumov.

Podstata vynálezu

N-Monosubstituované neoalkánamidy podľa vynálezu, u ktorých je na atóme dusíka viazaný cyklický, napríklad arylový alebo cykloalkylový substituent, sú nové chemické zlúčeniny, ktoré majú výraznú schopnosť odpudzovať hmyz. Vynález sa hlavne týka tých neoalkánamidov, ktorých obsah atómov uhlíka je v rozmedzí od 11 do 14, pričom neoalkanoxylová časť má 5 až 8 atómov uhlíka. Tieto neoalkánamidy, hlavne N-fenylneoheptánamid, sú účinné na odpudzovanie hmyzu, ako sú šváby a rasy, ak sú aplikované na miesta, oblasti, predmety, materiály a konštrukcie a na ich povrch, na ochranu proti zamoreniu a poškodeniu hmyzom. Vynález sa rovnako týka rôznych prostriedkov obsahujúcich tieto N-substituované neoalkánamidy, pričom tieto prostriedky sa používajú na nanášanie týchto účinných zlúčenín na povrchy, ktoré majú odpudzovať hmyz a tiež sa týka spôsobov používania týchto zlúčenín a prostriedkov na odpudzovanie hmyzu.

Hoci niektoré druhy hmyzu, napríklad včely, sa pokladajú za užitočné ľuďom (kvôli opeleniu rastlín), sú mnohé iné druhy hmyzu označované ako škodlivé a veľa úsilia sa venovalo ich vyhubeniu alebo aspoň obmedzeniu ich výskytu. Hoci boli vyrobené účinné jedy, napriek tomu pri rôznych druhoch hmyzu vznikla odolnosť proti týmto látkam (azda "prírodnou selekciou") a iné druhy sa naučili tieto jedovaté látky poznávať a vyhýbať sa im. Okrem toho mnohé jedy majú nežiaduce účinky na ľudí a zvieratá, a preto bolo ich používanie časom obmedzované alebo zakázané. Niektoré druhy hmyzu, ako je rus domáci (*Blattella germanica*), nie je možné v niektorých miestach celkom vyhubiť, a preto sa snaha realisticky zamerať na ich kontrolu skôr ako na ich vyhubenie. Rovnako sa zistilo, že mŕtve rasy a šváby, ktoré zostali na neprístupných miestach alebo v miestach, ktoré nie je možné čistiť, sú významnými alergénmi v prachu z domácností. Výsledky nedávnych pokusov vykonávaných Národným zdravotným ústavom (National Institutes of Health) ukazujú, že 10 až 15 miliónov občanov Spojených štátov je alergických na rasy a šváby.

V týchto prípadoch sú jedy neúčinné, pretože mŕtve šváby a rasy v nedostupných miestach emitujú alergén. Účinný repelent je jediným možným prostriedkom, ako zabrániť týmto alergickým reakciám, a ak sa repelent aplikuje na ťažko dostupné miesta, môže sa prítomnosť mŕtvych tiel tohto hmyzu na týchto miestach znížiť na minimum. Látky odpudzujúce komáre sú už dlho známe a boli tiež objavené chemické zlúčeniny odpudzujúce šváby a rasy. Tieto chemikálie je možné aplikovať na povrch stien, podláh, skríň, zásuviek, balíkov, nádob, pokrývk, čalúnenia a kobercov a na potenciálne miesta uhniesdenia hmyzu, ako sú vnútorné steny a priestory medzi podlahami. Podobne, ak majú tieto repelenty nízku toxicitu, je možné ich aplikovať na povrch ľudského tela a domácich zvierat chovaných pre potešenie, na zvieratá v zoologických záhradách a na dobytok. No niektoré z týchto hmyz odpudzujúcich látok sú toxické, iné zapáchajú a vyvolávajú zmenu sfarbenia, pričom škodlivé vlastnosti môžu vážne obmedzovať ich použiteľnosť. Mnohé z užitočných repelentov hmyzu, ktoré sú opísané v literatúre, sú terciárne amidy, a z ktorých až doteraz sa za najúčinnější univerzálny repelent hmyzu pokladá N,N-dietyl-m-toluamid, ktorý sa často označuje ako "DEET". No neoalkánamidy podľa vynálezu sú lepšie ako DEET dlhšie trvajúcou účinnosťou, napríklad proti švábovitým. Okrem toho sú neoalkánamidy podľa vynálezu tiež účinné na odpudzovanie iného hmyzu, ako i pavúkovitých, ďalej komárov, kliešťov, bzučiviek a mravcov - vŕšakov. S výnimkou neoalkánamidov substituovaných na atóme dusíka nižšou alkylou skupinou, ktoré sú opísané v citovaných patentových prihláškach, ako sú napríklad N-metylneodekánamid a N-metylneotridekánamid, nemajú doteraz známe repelenty rovnako mohutnú a dlhotrvajúcu odpudivosť. Vzhľadom na pomerne malý počet známych vhodných repelentov trvá stále snaha objaviť ďalšie repelenty, ktoré by mali vyššiu mieru odpudivosti a dlhšie trvajúci účinok. Je žiaduce, aby takéto zlúčeniny mali tiež lepšie fyzikálne vlastnosti ako sú ešte lepšia aróma, prechavosť, schopnosť vytvoriť škvrny, ešte nižšia toxicita, zlepšená stálosť, väčšia priama prílipavosť k substrátom a schopnosť odpudzovať širšie spektrum typov hmyzu.

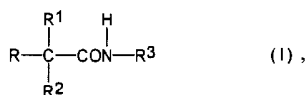
Vynález teda poskytuje hmyz odpudzujúce N-monosubstituované neoalkánamidy, ktorých celkový počet atómov uhlíka je v rozmedzí od 11 do 14 a je 12 až 14, ak neoalkanoxylovou časťou je pivaloyl a substituentom je cyklická skupina s aspoň 5 atómami uhlíka a ak je fenyllová časť substituovaná, nie je substitúcia v polohe orto. V súčasnosti je najvhodnejšou takouto zlúčeninou na použitie ako repelent hmyzu, ktorá je obzvlášť účinná proti rusom a švábo, N-fenylneoheptánamid. Do rámca vynálezu patria i detergentné prostriedky (tak zrnité, ako i kvapalné), šampóny na čistenie kobercov a čalúnenia, šampóny na vlasy, čistiace prostriedky na tvrdé povrchy a mydlové a detergentové tyče, ktoré obsahujú takýto neoalkánamid substituovaný na atóme dusíka arylou či cykloalkylou skupinou, prípadne amidmi. Rovnako vhodné sú roztoky a disperzie takehoto neoalkánamidu (ov) v kvapalnom prostredí alebo takýto neoalkánamid (y) rozpustený v zrnitom alebo práškovom nosiči, pričom tieto kvapalné či sypné produkty sú vhodné na aplikáciu do oblastí, miest a na predmety, ktoré sa majú chrániť pred hmyzom. Vynález rovnako zahŕňa spôsoby odpudzovania hmyzu aplikáciou hmyz odpudzujúceho množstva N-substituovaného neoalkánamidu či amidov podľa vynálezu alebo blízko povrchu, oblasti, miesta alebo predmetu, ktorý sa má pred hmyzom chrániť alebo odkiaľ má byť hmyz vypudený. V niektorých prípadoch sa zlúčeniny odpudzujúce hmyz podľa vynálezu môžu používať spolu s insekticidmi na vypudenie hmyzu z jednej

oblasti smerom k miestu umiestnenia insekticidu. Môžu tiež byť formulované s insekticidmi, takže po zániknutí odpudivého účinku nebude ošetrovaná oblasť stále ešte bezpečná pre hmyz. Ďalej patria do rámca vynálezu prostriedky obsahujúce zmesi repelentov podľa vynálezu s inými repelentmi hmyzu a rovnako samotné zmesi neoalkánamidov podľa vynálezu.

N-Cyklosubstituované sekundárne neoalkánamidy podľa vynálezu zahŕňajú tie, pri ktorých cyklický substituent je cykloalifatický alebo aromatický a cyklická časť je výhodne uhľovodíková (alebo hydrokarbylová). Neoalkanoylová časť môže mať 5 až 8 atómov uhlíka a aryllová časť, vrátane prípadných na ňu viazaných substituentov, ktorými sú výhodne nižšie alkyly s 1 až 3 atómami uhlíka, výhodne iba v meta polohách (so žiadnymi v orto polohách a často tiež so žiadnymi ani v para polohe), bude mať 5 až 9 atómov uhlíka. Cyklické substituenty, ktoré môžu byť viazané na atóme dusíka amidoskupiny, zahŕňajú cyklopentylovú, alkylcyklopentylovú, cyklohexylovú, alkylcyklohexylovú, cykloheptylovú a alkylcykloheptylovú skupinu. Celkový počet atómov uhlíka v N-substituovanom neoalkánamide bude, na dosiahnutie dobrej odpudivosti hmyzu, v rozmedzí od 11 do 14 s tým, že keď neoalkanoylovou časťou je pivaloyl, bude toto rozmedzie 12 až 14. Z N-cyklo-substituovaných neoalkánamidov podľa vynálezu sú výhodné substituované neoheptánamidy, pretože majú dlhšie trvajúcu účinnosť pri odpudzovaní hmyzu od ošetrovaných povrchov a oblastí, pričom účinnosť N-fenylneoheptánamidu proti rusom a švábom je 90 % (použitý štandard) počas aspoň 25 dní, ako sa zistilo pokusmi.

N-Cyklosubstituované neoalkánamidy sa môžu pripraviť z príslušných neokyselín, ako sú kyselina pivalová, neoheptánkyselina, neoheptánkyselina alebo neoheptánkyselina alebo ich príslušné zmesi, alebo je možné použiť halogenidy príslušných kyselín, ako sú napríklad chloridy. Amidy sa pripravujú ľahkou reakciou týchto kyselín alebo chloridov kyselín s príslušným aminom, ako je anilín alebo 3-metyltoluidín. Je možné pripraviť čisté neoalkánamidy opísaných typov, ale často budú kyseliny technickej alebo komerčnej akosti a z nich vyrobené amidy budú zmesi.

Amidy podľa vynálezu možno znázorniť vzorcom I

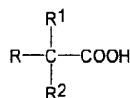


v ktorom symboly R, R¹ a R² znamenajú alkylové skupiny a súčet v nich obsiahnutých atómov uhlíka je v rozmedzí od 3 do 6 a R³ znamená cyklickú (cykloalifatickú alebo aromatickú) skupinu s 5 až 9 atómami uhlíka a počet atómov uhlíka v amidovej skupine je v rozmedzí od 11 do 14, pričom keď neoalkanoylovou časťou je pivaloyl, bude počet atómov uhlíka aspoň 12, a keď aromatická časť je substituovaná, nebude substituent viazaný v polohe orto, ale výhodne iba v polohe (polohách) meta. Ďalšie podrobnosti o skupinách R, R¹ a R² budú uvedené pri opise neoalkánkyselín, ktoré je možné použiť ako východiskové látky na prípravu neoalkánamidov.

Na prípravu neoalkánamidov podľa vynálezu sa nechá neoalkanoylchlorid pomaly za miešania reagovať s príslušným primárnym cyklickým aminom vo vhodnom prostredí, ako sú etyléter, hexán a/alebo voda, čím sa získa vyrábaný amid a kyselina chlorovodíková, a priebeh reakcie sa sleduje infračervenými analýzami reakčnej zmesi na prítomnosť chloridu kyseliny. Rovnako môže byť prítomný hydroxid sodný, trietylamin alebo iná zlúčenina schopná reagovať s kyselinou chlorovodíkovou uvoľňujúcou sa pri re-

akcii, pri ktorej vzniká vyrábaný neoalkánamid, a reakcia sa urýchľuje jej reakciou s nadbytkom uvoľňujúcej sa HCl. Len čo všetok neoalkanoylchlorid zreagoval, preruší sa miešanie a vzniknutý produkt sa vyberie rozpúšťadlom (hexán) a dvakrát premyje zriedeným vodným roztokom kyseliny chlorovodíkovej. Potom sa organická fáza, ktorá je približne neutrálna, oddelí od vodnej fázy a rozpustí v čo najmenšom množstve metanolu. Pridaním studenej vody sa vylúči kryštalický produkt. Kryštály sa odfiltrujú a vysušia za zníženého tlaku alebo ich možno prekryštalizovať. Získaný produkt je bezfarebný a až svetložltý a prakticky čistý. Pri alternatívnom postupe je možné nechať neoalkánkyselinu reagovať priamo s príslušným nižším alkylaminom.

Neoalkánkyseliny, ako sú neoheptánkyselina a kyselina pivalová, vyrába firma Exxon Chemical Americas; pripravujú sa reakciou vhodného alkénu, ako sú izobutylén alebo rozvetvený C₆, C₇ alebo C₈ alkylén, s oxidom uhoľnatým za vysokého tlaku a vysokej teploty v prítomnosti vodnej kyseliny ako katalyzátora (Kochova reakcia). Reakčný mechanizmus zahŕňa vytvorenie karbóniového iónu s nasledujúcou komplexáciou s oxidom uhoľnatým a katalyzátorom za vzniku "komplexu", ktorý sa potom hydrolyzuje na získanie uvedenej voľnej kyseliny. Vzorec voľnej neoalkánkyseliny je



V týchto neoalkánkyselinách a v neoalkánamidoch pripravených z nich alebo v ich chloridoch budú symboly R, R¹ a R² znamenať metylové skupiny v pivalamidoch, no pri neoheptánamidoch budú zahŕňať jednu etylovú skupinu a u neoheptánamidov jednu propylovú (alebo izopropylovú) skupinu alebo dve etylové skupiny náhradou za metylovú, prípadne metylové skupiny. Pri neoheptánamidoch môžu byť nahradením metylových skupín prítomné tri etylové skupiny alebo jedna propylová (alebo izopropylová) a jedna etylová skupina. Tu uvedené neoalkánkyseliny a spôsoby ich prípravy sú opísané v spise "Neoacids Properties, Chemistry and Applications" (Neokyseliny - ich vlastnosti, chémia a použitie), 1982, Exxon Chemical Americas. Východiskové acylchloridy na prípravu neoalkánamidov podľa vynálezu sa môžu vyrobiť z neoalkánkyselín a vhodných chloračných činidiel, ako je chlorid fosforitý, a vyrába ich závod Lucidel (Lucidel Division) firmy Pennwalt, Inc. a firma White Chemical Corp.

Hoci je možné zapracovať repelenty hmyzu podľa vynálezu do rôznych materiálov pri výrobe týchto materiálov, napríklad vmiešaním do papierovínovej kaše na výrobu papiera, do kaučukových predzmesí alebo do várok na výrobu syntetických organických polymérnych plastických hmôt alebo zmiešaním s trieskami na výrobu lisovaných dosiek, pričom sa repelenty podľa vynálezu môžu tiež vstrekovať alebo iným spôsobom vpraviť do materiálu predmetov, aby sa tieto stali odpudzujúcimi hmyz, budú sa repelenty podľa vynálezu zvyčajne aplikovať na povrch miest, konštrukcií alebo predmetov, aby sa tieto stali odpudzujúcimi hmyz, buď priamym nanosením hmyz odpudzujúceho N-cykloalkyl- alebo -arylneoalkánamidu v kvapalnom roztoku alebo disperzii, alebo dispergované v práškovom nosiči alebo v detergentnom prostriedku, ako sú prací detergent, čistiaci prostriedok na podlahy alebo steny, šampón na čalúnenie alebo pokrývky, alebo koberce, šampón na vlasy, tekuté mydlo alebo mydlá v tyčiach, alebo v akomkoľvek vhodnom prostriedku, do ktorého môže byť vhodne vpracovaný. Z takýchto iných vhodných prostriedkov možno u-

viest' insekticídne a antibakteriálne kúpeľové alebo namáčacie kúpele pre osoby, domáce zvieratá pre potešenie a hospodárske zvieratá, leštiace prostriedky na nábytok, apretačné prostriedky, podlahové vosky a laky, masti, balzamy a lieky na vonkajšie použitie, insekticídy, fungicídy, baktericídy, umelé hnojivá, hlinu na zahŕňanie rastlín do záhonov a pre vysádzovanie rastlín do kvetníc, aby sa uviedli len niektoré. V niektorých prípadoch bude výhodné opätovné vpracovanie aktívnej neoalkánamidovej zložky do týchto prostriedkov, aby sa obnovila odpudzovacia účinnosť. Vo väčšine prípadov sa prostriedky podľa vynálezu budú nanášať priamo alebo nepriamo vonkajšou aplikáciou na povrch určené na ošetrovanie a takáto nasledujúca aplikácia sa bude vykonávať občas na udržanie uspokojivého stupňa odpudivosti hmyzu. Tak je možné repelentný N-cykloalkyl- alebo N-arylneoalkánamid, ako je napríklad N-fenylneoheptánamid, nanášať natieraním na povrch určený na ošetrovanie alebo ho možno aplikovať na takýto povrch tak, že sa povrch umyje (výhodne bez nasledujúceho opláchnutia) detergentným prostriedkom obsahujúcim tento účinný repelent hmyzu. Zlúčeniny podľa vynálezu sú zvyčajne pomerne nízkotopiace tuhé látky alebo kvapaliny, alebo sú v pastovitom stave za teploty okolia a sú nerozpustné vo vode, takže sa pomerne dobre natiahajú na povrchy z detergentných prostriedkov a iných prípravkov, i keď sa tieto prostriedky, prípadne prípravky spláchnu (hoci je často lepšie opláchnutie vynechať) a normálne, buď po priamej, alebo nepriamej aplikácii na uvedené povrchy by tam malo zostať dostatočné množstvo neoalkánamidu na účinné odpudzovanie hmyzu. I keď sa na účinné odpudzovanie rôznych druhov hmyzu od rôznych povrchov za rôznych podmienok používajú rôzne pomerné množstvá jednotlivých neoalkánamidov, predpokladá sa zvyčajne, že možno dosiahnuť účinky odpudzujúce hmyz pri koncentráciách účinnej zložky na povrchu v rozmedzí od 0,002 do 100 g.m⁻². Z ekonomických dôvodov a na dosiahnutie účinku proti väčšiemu počtu druhov hmyzu sa budú spravidla aplikovať množstvá od 0,1 alebo 0,2 do 10 g.m⁻², výhodne od 0,5 do 2 g.m⁻², napríklad 1 g.m⁻², keď sa má dosiahnuť odpudzujúci účinok na rasy a šváby. Proti iným druhom hmyzu, ako sú komáre a niekedy i proti rusom a švábom, možno použiť i vyššie aplikačné množstvo, napríklad 10 až 100 g.m⁻².

Pretože repelenty proti hmyzu podľa vynálezu sú dostatočne prchavé, môže byť ich prítomnosť zistená hmyzom vo vzduchu blízko povrchu, na ktorý boli aplikované, hoci, ako ukázali pokusy, je ich účinnosť najväčšia, ak pôsobia ako dotykové repelenty. Preto nielen že tieto povrchy hmyz odpudzujú, čím sa zabráni, aby sa hmyz časťou svojich tiel dotkol týchto povrchov, ale následkom vyparovania týchto N-cyklicky substituovaných neoalkánamidov bude hmyz odpudzovaný i od okolitého priestoru. Preto aplikovanie týchto prchavých repelentov na steny skriniek s porcelánovým riadom môže zabrániť vniknutiu rusov a švábov do vnútra skriniek, čím sa zabráni, aby sa dotýkali a znečistili tam, kde sa nachádzajúce tanierne, riad, príbory a strieborné predmety. Podobne naniesenie leštidla na nábytok, ktorý obsahuje dostatočne prchavý repelent podľa vynálezu, na povrch vnútorný a/alebo vonkajší komory alebo použitie papiera obsahujúceho takýto repelentný neoalkánamid na pokrytie políciek môže odradiť rasy a šváby od vstupu do komory, a tým znečistiť tam obsiahnuté potraviny. Rovnako aplikácia neoalkánamidu podľa vynálezu na odev alebo pranie odevu v detergentných prostriedkoch obsahujúcich repelent podľa vynálezu môže odradiť hmyz od usadnutia na odev a jeho nositeľa a od pichnutia alebo uhryznutia nositeľa. Vypranie pokrývky alebo umytie koberca šampó-

nom alebo čistiacim prostriedkom obsahujúcim repelent podľa vynálezu odradí hmyz od vniknutia do izby a od zahniezdzenia a kladenia vajčiek do alebo pod pokrývky alebo koberec. Umytím podláh a stien detergentným prostriedkom zahrnujúcim repelent hmyzu, formulovaným na tento účel, hlavne takým prostriedkom, ktorý sa nemá opláchnuť, sa na ne naniesie vrstva repelentu hmyzu podľa vynálezu a táto odradí hmyz od sadnutia na podlahu a steny a od vniknutia do takto ošetrovaných miestností. Dôležitým znakom repelentov podľa vynálezu je, že hoci sú dostatočne prchavé na to, aby boli účinné, vydrží ich odpudivosť dlho, pretože sa nevyparujú rýchlo a často vydržia až mesiac alebo i dlhšie (dokonca i viac, ak sú repelenty vpracované dovnútra výrobku). Repelenty podľa vynálezu sa môžu formulovať s insekticídmi, napríklad tým, že sa nastriakajú na povrch práškových insekticídov, ako je prášková kyselina boritá, ktorá je účinná proti rusom a švábom. Použitím prostriedku obsahujúceho zmes neoalkánamidu s kyselinou boritou sa dosiahne okamžitý odpudzujúci účinok a potom, čo sa odpudzujúci účinok vytekaním prípadne zníži, môžu byť rasy a šváby, ktoré sa prípadne vrátia do ošetrenej oblasti, zahubené insekticídmi. V praxi je bežnejšie pridať k insekticídmi nejaký atraktant, no prostriedky zahrnujúce repelent a insekticíd sa rovnako používajú.

Z predchádzajúceho krátkeho opisu je zjavné, že repelenty hmyzu podľa vynálezu môžu byť použité v mnohých prostriedkoch a môžu sa aplikovať rôznymi spôsobmi. No medzi najvhodnejšie výrobky, ktoré môžu zahŕňať neoalkánamidy podľa vynálezu, sú detergentné prostriedky, z ktorých sa tieto neoalkánamidy môžu prekvapujúco ľahko natiahovať na povrch umývaných predmetov. Takéto detergentné prostriedky pôsobia niekoľkými spôsobmi, ktorými čelia znečisteniu umytého predmetu hmyzom. Odstraňujú akékoľvek skoršie znečistenie, odstraňujú škvrny a nečistotu, ktorým by sa hmyz mohol živiť a ktoré by ho mohli lákať, a nechávajú na predmetoch neoalkánamid odpudzujúci hmyz.

Primárnou zložkou týchto detergentných prostriedkov, okrem neoalkánamidu odpudzujúceho hmyzu, je organický detergentný materiál. Takýmto materiálom môže byť jedno z mydiel, výhodne mydlo na báze sodnej a/alebo draselnej soli vyšších (C₁₀₋₁₈) masných kyselín, no výhodne ním je syntetický organický detergent, ktorý môže byť aniónového, neiónového, amfotérneho, amfolytického, kationového alebo obojakého iónového typu alebo môže byť zmesou aspoň dvoch detergentov jedného alebo niekoľkých týchto typov. Výhodne bude týmto detergentom syntetický organický detergent aniónového alebo neiónového typu a často budú najvhodnejšie aniónové detergenty. Opisy mnohých takýchto detergentov možno nájsť v známej publikácii *Surface Active Agents and Detergents*, zv. II, str. 25 až 138, (Povrchovo aktívne látky a detergenty) od Schwartz, Perryho a Berche, vydané nakladateľstvom Interscience Publishers, Inc. Takéto zlúčeniny sú tiež opísané v publikácii od Johna W. McCutcheona *"Detergents and Emulsifiers"* (Detergenty a emulgátory), vydané v roku 1973 a v nasledujúcich ročných dodatkoch tohto titulu.

Použitými aniónovými detergentmi môžu byť ktorékoľvek vhodné takéto detergenty (alebo mydlá), no zvyčajne to budú soli alkalických kovov, ako sú sodík alebo draslík, alebo amóniové alebo nižšie alkanolamóniové soli, napríklad trietanolamínové soli. Aniónovým detergentom môžu byť síran, sulfonát, fosforečnan alebo fosfonát, alebo soľ inej vhodnej detergentnej kyseliny, no zvyčajne to bude síran alebo sulfonát, ktoré je možné nazvať spoločným názvom "sulf(ón)át". Aniónové detergenty budú obsahovať lipofilnú skupinu, ktorá zvyčajne bude mať 10 až 18 ató-

mov uhlíka, výhodne v priamom reťazci vyššieho alkylu, no namiesto nej môžu byť prítomné iné lipofilné skupiny, výhodne obsahujúce 12 až 20 atómov uhlíka, ako je alkylbenzén s rozvetveným reťazcom alkylovej skupiny. V niektorých prípadoch môžu aniónové detergenty obsahovať poly-nižšie alkoxy skupiny, ako v sulfátoch etoxylovaných vyšších mastných alkoholov, napríklad v sulfáte trietoxylovaného laurylalkoholu. Zvyčajne bude počet etoxy skupín v takýchto detergentoch v rozmedzí od 1 do 30, výhodne od 1 do 10. Ako príklady vhodných aniónových detergentov je možné uviesť: sulfonáty vyšších mastných alkoholov, ako je tridecylsulfonát sodný, lineárne alkylbenzénsulfonáty sodné, ako je lineárny tridecylbenzénsulfonát sodný, sulfonáty olefinov, sulfonáty parafínu a dioktylsulfosukcináty. Pri väčšine sypných detergentných prostriedkov podľa vynálezu budú všetky z aniónových detergentov výhodne sodné soli, no pri niektorých kvapalných prostriedkoch môžu byť výhodnejšie draselné, amonné a trietanolamóniové soli. Zvyčajne bude detergent výhodne obsahovať lipofilnú alkyllovú časť s 12 až 16 atómami uhlíka, často výhodne s 12 až 13 atómami uhlíka a výhodne bude táto alkyllová skupina lineárna.

Vhodnými neiónovými detergentmi budú zvyčajne kondenzačné produkty lipofilných zlúčenín alebo ich častí s nižšími alkylénoxidmi alebo polyalkoxylovými časťami. Veľmi výhodné lipofilné zlúčeniny sú vyššie mastné alkoholy s 10 až 18 atómami uhlíka, možno však použiť tiež alkylfenoly, ako sú oktylfenol a nonylfenol. Výhodným alkylénoxidom je etylénoxid a spravidla budú na 1 mól lipofilnej zlúčeniny prítomné 3 až 30 mólov etylénoxidu, no niektorými týmito alkoxy skupinami môžu byť propoxy skupiny a/alebo butoxy skupiny, a/alebo izobutoxy skupiny.

Pri výhodných vyhotoveniach detergentných prostriedkov podľa vynálezu, t. j. pri detergentných prostriedkoch obsahujúcich nastavovadlo, na zlepšenie detergentných vlastností syntetického organického detergentu (alebo mydla) bude prítomné vhodné nastavovadlo v príslušnom množstve. Použité nastavovadlá môžu byť anorganické alebo organické, vodorozpustné alebo nerozpustné vo vode alebo i zmesi. Z látok, ktoré môžu slúžiť ako nastavovadlo, možno uviesť vodorozpustné anorganické soli, zahrnujúce polyfosforečnany, napríklad tripolyfosforečnan sodný, uhličitan, napríklad uhličitan sodný, hydrogénuhličitan, napríklad hydrogénuhličitan sodný, boritany, napríklad borax a kremičitany, napríklad kremičitan sodný, vo vode nerozpustné anorganické nastavovadlá, zahrnujúce zeolity, napríklad hydratovaný zeolit 4A, a vodorozpustné organické nastavovadlá zahrnujúce citrány, glukonáty, NTA a polyacetalkarboxyláty. V niektorých prípadoch, napríklad tam, kde je dôležitý jemný účinok na ľudskú pokožku alebo na chĺstivé tkaniny, bude potrebné sa vyhnúť alkalickým nastavovadlám a iným "drsným" nastavovadlám a inakedy opäť nebudú prítomné žiadne nastavovadlá.

V detergentných prostriedkoch podľa vynálezu môžu byť prítomné rôzne prísady na zlepšenie niektorých vlastností týchto produktov. Tak napríklad sa môže použiť bentonit ako zmäkčovadlo tkanín, parfumy a farbičky sa môžu pridať pre svoje estetické účinky, je možné použiť činiidlá brániace opätovnému usadzovaniu špiny, ako je sodná soľ karboxymetylcelulózy, a v tekutých prostriedkoch môžu byť prítomné rozpúšťadlá a prídavné rozpúšťadlá. Z iných prísad možno uviesť fluorescenčné zjasňovadlá, antistatické činiidlá, antibakteriálne činiidlá, fungicidy, penotvorné látky, látky proti peneniu, látky podporujúce roztekavosť, suspenzné činiidlá, antioxidanty, činiidlá proti gélovataniu, látky podporujúce uvoľňovanie špiny, stabilizátory a enzýmy.

Detergentné prostriedky podľa vynálezu môžu mať sypnú či práškovú podobu, môžu byť v podobe tabletiiek, kociek, tyčí, kvapaliny, pasty, tobolky, listu, peny alebo aerosólu alebo v inej vhodnej podobe, ktorá sa najlepšie hodí na uvažovaný účel. Spôsoby výroby produktov v takýchto podobách sú známe z technológie výroby mydiel a detergentov a nie je potrebné sa tu o nich zmieňovať.

I keď je možné aplikovať hmyz odpudzujúce N-cykloalkyl- a N-aryl-neoalkánamidy priamo na povrchy a predmety, ktoré majú odpudzovať hmyz, je často výhodnejšie a tiež účinnejšie použiť repelentný neoalkánamid v podobe kvapalného roztoku, emulzie alebo disperzie alebo ako sypný či práškový produkt. Na prípravu takýchto roztokov sa neoalkánamidy rozpustia vo vhodnom rozpúšťadle ako je nižší alkohol, napríklad etanol alebo vo vodno - alkoholickom prostredí. Je však možné použiť i iné rozpúšťadlá, ako sú uhľovodíky, estery, ketóny, aldehydy a halogénované uhľovodíky. Z uhľovodíkov a halogénovaných uhľovodíkov možno uviesť izobután, iné nižšie uhľovodíky a chlorofluorované nižšie uhľovodíky, ako sú dichlorodifluorometán, monofluorotríchlorometán a iné chlorofluorometány, -etány a -propány. Takéto zlúčeniny zahrnujú skvapalniteľné plyny, ktoré sa môžu udržiavať v skvapalnenom stave v tlakových výpustných nádobách na pohotovú aplikáciu ako spreja alebo v iných vhodných formách, na miesta, ktoré sa majú stať odpudzujúcimi hmyz. Neoalkánamidy podľa vynálezu môžu byť tiež vo vodnej alebo inej emulzii, ak sa použije vhodný emulgátor, hydrotrópne alebo povrchovo aktívne látky. Tieto neoalkánamidy môžu byť tiež dispergované v sypných alebo práškových inertných alebo aktívnych materiáloch. Z takýchto inertných materiálov možno menovať oxid kremičitý, uhličitán vápenatý, hlinku, penový polystyrén, drevné triesky a piliny. Neoalkánamidy môžu byť tiež dispergované v aktívnych materiáloch, ako sú guľôčky detergentného prostriedku, bentonit (zmäkčovadlo tkanín) a kyselina boritá (jed na rusy a šváby).

Iné spôsoby použitia repelentov hmyzu podľa vynálezu, z ktorých o niektorých tu už bolo uvedené, zahrnujú ich vpracovanie do materiálov, ktoré majú byť použité v miestach alebo blízko takých, ktoré majú byť chránené pred hmyzom. Tak je možné tieto repelenty zapracovať do papiera na poličky, tapiet, tapetových lepop, čalúnení a kobercov, a do apretúr na koberce. Môžu byť formulované v podlahových voskoch, leštenkách na nábytok a v iných prostriedkoch, ktoré sú určené na nanášanie na povrch miest, ktoré sa majú ošetriť. Môžu byť automaticky rozptyľované v určitých oblastiach, ako sú sklady a obchodné domy, rozstrekačmi riadenými časovými spínačmi alebo inými rozprašovačmi a môžu byť obnoviteľne plnené do nádob, z ktorých môžu byť odparené, ako sú absorbéry a iné schránky, ktoré sa môžu pripevniť k spodnej strane viek nádob na odpad alebo sa môžu skryť do "odparovačov" pripevnených na stenách.

Detergentné prostriedky podľa vynálezu, vrátane tých, ktoré sú vhodné na umývanie tvrdých povrchov, ako sú podlahy, a tiež mäkkých povrchov, ako sú povrchy kobercov, bielizne a vlasov, budú obsahovať hmyz odpudzujúci podiel N-cykloalkyl- alebo -arylneoalkánamidu alebo zmesi týchto neoalkánamidov, dostatočné na to, aby na umytom povrchu priliplo dostatočné množstvo neoalkánamidu po umytí detergentným prostriedkom na odpudzovanie hmyzu od tohto povrchu, a takýto detergentný prostriedok bude rovnako obsahovať na vyčistenie dostatočný podiel mydla alebo syntetického organického detergentu (alebo ich vhodné zmesi). Týmto neoalkánamidom je výhodne taký, pri ktorom cyklický substituent je aromatický, napríklad fenyl alebo alkylfenyl, ale môže to byť tiež cyklohexyl,

substituovaný cyklohexyl, cyklopentyl, cykloheptyl alebo alkyl, alebo iný jeho derivát. Ako už bolo uvedené, bude cyklický substituent mať 5 až 9 atómov uhlíka a neoalkánový časť bude mať 5 až 8 atómov uhlíka s celkovým obsahom atómov uhlíka v rozmedzí od 11 do 14 s výnimkou pivalamidov (trimetylacetamidov), ktoré by mali obsahovať aspoň 12 atómov uhlíka. Takéto obsahy atómov uhlíka by mali platiť pri čistých zlúčeninách alebo byť priemerné pre zmesi neoalkánamidov.

Pri sypaných nastavovaných detergentných prostriedkoch na pranie podľa vynálezu bude účinnou detergentnou zložkou zvyčajne syntetický organický detergent vybraný zo skupiny pozostávajúcej z aniónových, neiónových, amfoterných, amfolytických a obojakých iónových detergentov a ich zmesí a nastavovadlom bude vodorozpustné anorganické alebo organické nastavovadlo alebo vo vode nerozpustné anorganické nastavovadlo. Pomerné množstvá syntetického organického detergentu (detergentov), nastavovadla (nastavovadiel) a neoalkánamidu (neoalkánamidov) na vytvorenie účinného sypaného syntetického organického detergentného prostriedku odpudzujúceho hmyz bude v menovanom poradí 1 alebo 5 až 35 %, 10 až 90 % a 0,2 až 10 %. Výhodné prostriedky tohto typu budú obsahovať syntetický organický detergent zo skupiny pozostávajúcej z aniónových a neiónových detergentov a ich zmesí, môžu obsahovať ako plnidlo vodorozpustné soli, napríklad síran sodný, a budú obsahovať N-aryl- alebo N-cykloalkyl-neoheptánamid, ako je N-fenylneoheptánamid alebo N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid alebo ich zmes. Pomerné množstvá týchto zložiek na najlepší účinok v prostriedkoch na čistenie podláh a v iných čistiacich prostriedkoch tvrdých povrchov často budú 1 až 30 % syntetického organického detergentu, 10 až 50 % nastavovadla, 0 až 50 % plnidla a 0,2 až 10 % repelentu.

Pri výrobe kvapalných detergentov obsahujúcich neoalkánamid (neoalkánamidy) odpudzujúci hmyz je možné použiť tieto zložky spolu s kvapalným prostredím, no detergent výhodne bude nemydlový. Niekedy sa použije bežný emulgátor, ako je Emcol firmy Witco Chemical Co., Inc., v emulgujúcom množstve. Tiež môžu byť prípadne prítomné hydrotrópne látky, ako je toluénsulfát sodný a iné funkčné a estetické prísady, ako sa používajú v kvapalných detergentných prostriedkoch a/alebo plnidlá. V nastavovaných tekutých detergentoch bude obsah syntetického organického detergentu v rozmedzí od 2 do 25 %, obsah nastavovadla bude v rozmedzí od 5 do 40 %, obsah neoalkánamidu v rozmedzí od 0,2 do 10 % a obsah kvapalného prostredia, výhodne vodného, v rozmedzí od 40 do 90 %. Hlavné potom budú nastavované tekuté detergentné prostriedky podľa vynálezu obsahovať 3 až 20 % syntetického organického detergentu, ktorý bude aniónový a/alebo neiónový, 10 až 30 % nastavovadla (soli či solí) na takýto detergent, ktoré môžu byť vodorozpustné, ako je pyrofosforečnan draselný, uhličitan sodný alebo polyacetkarboxylát sodný a/alebo nerozpustné vo vode, ako je zeolit sodný, 0 až 20 % vodorozpustnej soli ako plnidla, napríklad síranu sodného, 0,5 až 5 % aspoň jedného z uvedených neoheptánamidov substituovaných N-aromatickou alebo -cykloalkylovou skupinou alebo iného vhodného neoalkánamidu podľa vynálezu a 50 až 90 % vody, výhodne deionizovanej vody.

Ak sa má pripraviť šampón odpudzujúci hmyz na použitie na čalúnenie, pokrývky a koberce, môže tento zahŕňať 1 až 35 %, výhodne 5 až 20 % detergentu zo skupiny zahrnujúcej vodorozpustné mydlo (mydlá) a syntetický organický detergent (detergenty), 0 až 40 % nastavovadla do mydla a/alebo detergent, často výhodne 0 %, a 0,2 až 10 % N-aryl- alebo N-cykloalkyl-neoalkánamidu, výhodne 0,5 až

5 %, pričom všetky látky sú uvedené typy, v kvapalnom prostredí, výhodne vodnom, ktorého percentuálny podiel je v rozmedzí 40 až 90 %, výhodne 70 až 90 %, pričom voda je 50 až 90 % prostriedku, výhodne 70 až 90 %. Alternatívne môže mať šampón podobu gélu, pasty alebo prášku.

Ak sa majú repelenty podľa vynálezu používať v šampónoch na umývanie vlasov na hlave a určených na to, aby sa vlasy stali odpudzujúce hmyz, bude výhodne obsahovať 2 až 25 % mydla a/alebo opísaného syntetického organického detergentu (detergentov) a 0,2 až 10 % N-aryl- alebo N-cykloalkyl-neoalkánamidu vo vodnom prostredí, ako napríklad 40 až 90 % vody, výhodne deionizovanej. Vodné prostredie môže obsahovať až polovicu pomocného rozpúšťadla, ako je nižší alkanol, napríklad etanol alebo glykol, no zvyčajne bude percentuálny podiel takéhoto pomocného rozpúšťadla obmedzený na 5 až 20 % výsledného produktu. Pri výhodnejších vyhotoveniach šampónov na vlasy budú šampóny obsahovať 5 až 22 % syntetického organického detergentu, 0 až 20 % vodorozpustnej soli ako plnidla, 0,5 až 5 % N-aryl- alebo N-cykloalkyl-neoalkánamidu alebo ich zmes, výhodne N-fenylneoheptánamidu, N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidu alebo N-(4-metylfenyl)-neoheptánamidu (z ktorých prvý je najvýhodnejší) a 50 až 90 % vody, výhodne deionizovanej.

Detergentné produkty odpudzujúce hmyz je možné vyrábať tiež v podobe kociek alebo tyčí, alebo iných tvarov, ktoré je možné použiť na umývanie osôb, zvierat, pranie bielizne, pokrývok, kobercov a/alebo na umývanie tvrdých povrchov, ako sú steny a podlahy, aby odpudzovali hmyz. Takéto produkty môžu zahŕňať neoalkánamid s cyklickým substituentom na atóme dusíka (kde "cyklický" znamená ako arylový, tak cykloalkylový substituent) a repelent s mydlom a/alebo syntetickým organickým detergentom alebo môžu tiež obsahovať nastavovadlá, plnidlá a iné prísady, ako boli v predchádzajúcom uvedené. Pomerné množstvo neoalkánamidu s N-cyklickým substituentom v takýchto výrobkoch bude zvyčajne v rozmedzí od 0,2 do 10 % a množstvo čistiacich zložiek bude od 15 do 95 %. V takýchto tyčiach bude obsah vlhkosti zvyčajne v rozmedzí od 2 do 20 % a zvyšok budú tvoriť nastavovadla (nastavovadlá) a/alebo plnidlo (plnidlá), a/alebo prísada (prísady), ak budú prítomné. Zvyčajne bude celkový obsah prísady (prísad) v rôznych detergentných produktoch v rozmedzí od 0,5 do 20 %, pričom obsah jednotlivých prísad bude vo väčšine prípadov v rozmedzí od 0,1 do 5 %.

Jednotlivé opísané detergentné prostriedky sa pripravujú známymi postupmi, ktoré nie je potrebné tu bližšie opisovať. Tieto postupy zahrnujú sušenie rozstrekovaním, miešanie za sucha, sprejovou aplikáciou a/alebo pokrývanie, aglomerovanie, postupné rozpúšťanie a/alebo dispergovanie, a/alebo emulgovanie, mletie, lisovanie na tyče a iné tvary.

Ak sa repelent podľa vynálezu má rozstrekovať alebo aplikovať v nosiči, ako je kvapalný alebo sypaný materiál alebo prostredie, bude jeho koncentrácia v tomto materiáli zodpovedať množstvu účinnému na odpudzovanie hmyzu tak, že pri aplikácii na povrch predmetu, ktorý sa má ošetriť (alebo do jeho vnútra alebo inej časti) striekaním, poprúšaním, vtieraním, liatím, nanášaním alebo iným postupom, bude sa repelent nanášať v takom množstve, že bude účinný na odpudzovanie hmyzu alebo určitého typu hmyzu, takže sa takýto hmyz bude vyhýbať ošetrovanému miestu. Toto odpudzovanie je spôsobené tým, že hmyz váha sa dotknúť repelentu a tiež do istej miery i odpudzovaním účinkom pár repelentu, ktorý je aspoň čiastočne prchavý, hoci účinok môže trvať až mesiac alebo i dlhšie, ak je aplikovaný zvyčajným spôsobom pri použití aplikačných kon-

centrácií, ako boli uvedené. Účinnosť repelentu je možné predĺžiť tým, že sa formuluje s menej prchavým nosičom, sú je parafínový vosk alebo petrolátum, a pri takomto formulovaní môže byť žiaduce zvýšiť množstvo obsiahnutého neoalkánamidu s N-cyklickým substituentom (v uvedenom rozmedzí), aby sa zaistilo, že vyparujúce množstvo bude dostatočné na účinné odpudzovanie hmyzu. Účinnosť repelentnej schopnosti možno predĺžiť tiež tým, že sa repelent zapracuje do vnútra predmetu, ako sú napríklad matrac alebo absorpčná huba, skôr ako by sa naniesol iba na povrch, ktorý je vystavený vzduchu (a i tu môže byť žiaduce, použiť repelent vo väčšom množstve).

Koncentrácia repelentnej zlúčeniny (zlúčenín) v kvapalnom prostredí, ako je vodné, v ktorom je možné použiť tiež dispergačné činidlo alebo emulgátor, bude často v rozmedzí od 0,5 do 10 %, napríklad asi 1 % až 5 %, na odpudzovanie rusov a švábov. Kvapalným prostredím môžu byť voda, nižší alkanol, ako je etanol, nižší ketón, ako je acetón, nižší uhľovodík, ako je izobután, cyklopropán alebo ich zmes, alebo halogenovaný nižší uhľovodík, ako sú chlórofluorované, fluorované alebo chlorované nižšie uhľovodíky, napríklad prepelanty 11 a 12. Jednotlivé uvedené "nižšie" zlúčeniny majú 1 až 4 atómy uhlíka v molekule, výhodne 1 alebo 2 atómy uhlíka a tie, ktoré sú za normálnych podmienok v plynnom stave, sú pod dostatočne vysokým tlakom, aby sa udržiavali v kvapalnom stave.

Podobné koncentrácie môžu mať repelenty podľa vynálezu v práškových alebo sypných nosičoch. Tak sa neoalkánamid podľa vynálezu môže aplikovať napríklad striekaním kvapôčok na práškový uhlíčitán vápenatý, oxid kremičitý, hlinku alebo kyselinu boritú, na zrná týchto materiálov alebo na častice detergentného prostriedku, alebo na guľôčky syntetického organického polyméru (majúceho priemer častíc výhodne od 125 mikróvov do 2,4 mm) v koncentráciách v rozmedzí od 0,2 do 10 alebo 25 %, výhodne od 0,5 do 5 alebo 10 %, kvôli repelentnému účinku na rusy a šváby.

Pri postupoch s cieľom odpudzovania hmyzu alebo ošetrovania predmetov, pri ktorých sa používajú repelenty podľa vynálezu, budú tieto zvyčajne aplikované na povrchy, ktoré sa majú ošetriť, v takých koncentráciách, že po ošetrovaní zostane na ošetrovaných povrchoch spočiatku 0,002 až 100 g.m⁻², pričom aplikované množstvo je výhodne 0,01, 0,1 alebo 0,2 až 5 alebo 10 g.m⁻², hlavne potom 0,5 až 2 g.m⁻², napríklad 1 g.m⁻² kvôli čo najúčinnejšiemu pôsobeniu na šváby a rusy. Koncentrácie okrem týchto medzí môžu niekedy mať i aspoň čiastočnú účinnosť. Ak sa repelent nachádza v detergentnom prostriedku, ktorý sa používa vo vodnom pracom prostredí, ako je voda, bude práca voda zvyčajne obsahovať 0,05 až 5 alebo 10 % detergentného prostriedku, no pri niektorých použitíach, ako sú umývanie vlasov alebo čistenie pokrývok či kobercov penovými prostriedkami, môže byť koncentrácia vyššia, niekedy až 25 %.

Ak sú repelenty vpracované do iných prostredí či prostriedkov, ako sú vosky alebo leštenky na nábytok, budú ich koncentrácie zvyčajne v tých istých medziach ako pri detergentných prostriedkoch, no môžu byť prípadne i vyššie, v niektorých prípadoch až 25 %.

Repelenty podľa vynálezu majú rôzne výrazné výhody oproti rôznym iným dostupným repelentným materiálom. Podobne ako neoalkánamidy substituované na atóme dusíka nižším alkylom sú prakticky netoxické, a preto nie sú nebezpečné pre deti ani domáce zvieratá chované pre potešenie, ktoré by mohli po ich aplikácii s nimi prísť do styku. Sú príjemne aromatické, a preto zvyčajne nenarušujú nepriaznivo vôňu prostriedkov, do ktorých sú formulované.

Sú prakticky bezfarebné, a možno ich preto použiť v detergentoch, šampónoch, leštenkách, sprejoch a rôznych prípravkoch a prostriedkoch, v ktorých by ovplyvnenie farby nebolo prijateľné. Sú účinné tak dotykové, ako i výparové repelenty a prekonajú svojím odpudivým účinkom rôzne komerčné repelenty hmyzu, hlavne pokiaľ ide o účinok proti švábom a rusom, ktoré sú pokladané za najťažšie zvláduteľný hmyz v domácnosti. Repelenty podľa vynálezu majú dlhodobý účinok, ako bolo preukázané pokusmi, pri ktorých niektoré z nich, hlavne N-fenylneoheptánamid, účinne odpudzovali šváby a rusy počas viac ako troch týždňoch pri miestnej aplikácii. Sú tiež pokladané za účinné repelenty komárov (*Anopheles quadrimaculatus* a *Aedes aegypti*). Sú dostatočne stále, sú schopné si udržiavať svoju odpudivosť proti hmyzu napriek tomu, že sú vpracované do rôznych mydlových, detergentných, leštiacich, voskových, insekticídnych, kozmetických a povlakových prostriedkov v kvapalnej, pastovitej, gélovej, penovej, práškovej, zrnitej alebo tuhej tyčovej podobe alebo vo vodných alebo iných rozpúšťadlových roztokoch, emulziách alebo disperziách, a prilipajú veľmi dobre na povrchoch, na ktoré sú aplikované z takýchto prostriedkov.

Doteraz vykonané skúšky presvedčivo preukázali, že jednotliví zástupcovia nových neoalkánamidov substituovaných na atóme dusíka cyklickým substituentom prekonajú doteraz známe repelenty hmyzu, pričom sú účinné hlavne proti hojne rozšírenému domácomu hmyzu, rusom a švábom a výsledky hodnotenia účinku týchto zlúčenín naznačujú, že budú účinnými repelentmi i iných druhov hmyzu, ako sú muchy, blchy, vši, komáre, včely, osy, sršne, mravce, chrobáky a iné švábovité, napríklad šváb americký a proti pavúkovitým, ako sú pavúky, kliešte a roztoče. Pretože až doteraz zistené údaje o neoheptánamidoch substituovaných na dusíku cyklickým substituentom sú veľmi kompletne a presvedčujúce, pokiaľ ide o vynikajúcu repelentnú účinnosť týchto neoalkánamidov s cyklickým substituentom na atóme dusíka, proti rusom a švábom, a pretože tieto údaje boli získané kontrolovanými testami vykonanými v súvislosti s entomologickým výskumom na významnej univerzite, budú tieto údaje tvoriť primárne výsledky pokusov s odpudzovaním hmyzu, ktoré sú opísané v ďalej uvedených príkladoch.

Tieto príklady vynálezu bližšie objasňujú bez toho, aby sa však tento na ne obmedzoval. Ak nie je inak uvedené, sú všetky v nich uvedené diely hmotnostné a všetky teploty sú uvedené v stupňoch Celzia.

Prehľad obrázkov na výkresoch

Na pripojených diagramoch sú znázornené infračervené absorpčné spektrá niektorých reprezentatívnych a výhodných N-cyklosubstituovaných neoalkánamidov podľa vynálezu, kde

na obr. 1 je uvedený infračervený spektrogram vzorky N-fenylneoheptánamidu, ktorý je obzvlášť výhodný a

na obr. 2 je uvedený infračervený spektrogram vzorky N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidu.

Obidva tieto N-substituované neoalkánamidy sa pokladajú za reprezentantov rôznych iných N-cyklicky substituovaných neoalkánamidových repelentov hmyzu, ktoré sú predmetom tohto vynálezu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

N-(3-Metylfenyl)-neoheptánamid sa pripraví reakciou m-toluidínu s neoheptanoylchloridom, ktorý možno pripraviť reakciou neoheptánkyseliny s chloridom fosforitým (PCl_3) v sklenenej banke vybavenej miešadlom, teplomerom a kvapkacou nálevkou a spojenej s chladičom, vybaveným sušiacou trubicou Drierite. Banka sa vloží do kúpeľa s ľadom, potom sa do nej vnesie 90,8 g m-toluidínu a 85,7 g trietylaminu (ktorým sa odstraňuje z reakčnej zmesi vznikajúci chlorovodík). Potom sa do banky prikvapká za miešania 109,8 g neoheptanoylchloridu (napríklad výrobku firmy Pennwalt's Lucidel Div.) s medziprípravkami 300 ml dávok destilovanej vody (po 30 minútach) a hexánu (po ďalších 5 minútach). Odobrané vzory sa podrobia IČ absorpčnej analýze na obsah chloridu kyseliny a po 75 minútach, keď už bolo pridané celé množstvo neoheptanoylchloridu a v reakčnej zmesi už nezostal žiaden chlorid kyseliny, sa reakcia pokladá za úplnú a miešanie sa preruší. Potom sa teplota reakčnej zmesi nechá vystúpiť na teplotu miestnosti a reakčná zmes sa pridaním ďalších 300 ml hexánu preniesie do 6 litrovej deliacej nálevky a dvakrát premyje zriedeným vodným roztokom kyseliny chlorovodíkovej na pH 6,5 na oddelenie vzniknutého N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidu od trietylaminchloridu, potom sa hexánová vrstva z nálevky vypustí a rozpúšťadlo sa odparí. Produkt sa potom rozpustí v 300 ml metanolu (približne minimálne množstvo potrebné na rozpustenie) a k roztoku sa za miešania pridajú 2 litre studenej destilovanej vody, čím sa vylúči tuhý N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid, ktorý sa odfiltruje a vysuší za zníženého tlaku. Produkt sa získa v 68 %-nom výťažku. Po prekryštalizovaní je jeho teplota topenia v rozmedzí 62 až 64 °C. Jeho IČ transmisné spektrum je na obr. 2.

N-Fenyl-neoheptánamid s teplotou topenia 64 až 65 °C sa pripraví rovnakým postupom, ako je opísaný, no namiesto 90,8 g (0,85 mólu) m-toluidínu sa použije 79 g (0,85 mólu) anilínu. Produkt N-fenyl-neoheptánamid je možné získať v asi 70 %-nom výťažku (možno predpokladať, že výťažky sa približia 90 %, ako sa postup bude ďalej zdokonaľovať), pričom jeho čistota je aspoň 95 %-ná (je možné dosiahnuť čistotu 99 %-nú, no zvyčajne sú s tým spojené príliš vysoké náklady), podobne ako čistota N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidu, ktorého príprava je opísaná. IČ spektrogram produktu je na obr. 1.

Reakciami, ako sú v tomto príklade opísané reakcie neoheptanoylchloridu, sa pripravia iné neoalkánamidy s cyklickým substituentom na atóme dusíka, zahrnujúce N-fenyl-neohexánamid, N-fenyl-neooktánamid, N-cyklohexyl-neohexánamid, N-cyklohexyl-neoheptánamid, N-(3,5-dimetyl)cyklohexylpivalamid, N-(3-metylfenyl)-pivalamid, N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid, N-(3-etyl)fenyl-pivalamid a N-(3,5-dimetylfenyl)-pivalamid použitie ekvivalentných molárnych množstiev príslušne cyklickými substituentmi substituovaných primárnych aminor, trietylaminu a neoalkanoylchloridov. Produkty sa získajú v prakticky rovnakých hodnotách výťažkov a v podstate v tej istej čistote ako uvedené N-fenyl-neoheptánamid a N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid.

Príklad 2

V tomto príklade sa pripravujú zlúčeniny, ktorých spôsoby výroby sú opísané v príklade 1, no východiskovými látkami, ktoré sú zdrojom neoalkanoylových častí, sú namiesto chloridov kyselín príslušné neoalkánkyseliny a nepoužíva sa trietylamin. Pri týchto postupoch, pri ktorých sa neoalkánkyseliny nechajú reagovať s približne 10 %-ným

nadbytkom (vzhľadom na stechiometricky potrebné množstvo) aminor substituovaných cyklickým substituentom, sa reakcia vhodne vykonáva v uzatvorenej sústave a reakčná banka je vybavená vykurovacím plášťom, magnetickým miešadlom, prívodom plyného dusíka, zavádzajúcim dusík pod hladinu reakčnej zmesi, a teplomerom s termostatom regulujúcim teplotu reakčnej zmesi, ktorá sa udržiava na približne 240 °C počas asi 5 hodín. Reakčné produkty sa potom izolujú a premyjú a rozpúšťadlo sa od nich oddelí rovnakým postupom ako v príklade 1. IČ spektrogramy produktov sú podobné IČ spektrogramom príslušných zlúčenín z príkladu 1.

Príklad 3

N-(3-Metylfenyl)-neoheptánamid, vyrobený z neoheptanoylchloridu postupom z príkladu 1, bol testovaný na odpudivosť proti švábom. V teste bolo použitých 50 samčiek švába; tento test sa vykonáva podľa upravenej metódy opísanej Goodhue a Tissolom v časopise J. Econ. Entomol., 45, str. 133 - 134 (1952). Pri tomto upravenom postupe boli 2 l 1 %-ého roztoku N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidu nanosené na celý vnútorný povrch (188 cm²) nenavoskovaného Dixie téglika na zmrzlinu s objemom 237 ml, s dvoma otvormi s priemerom 1,5 cm vyrezanými v okraji na protiahlych stranách, čím bol nanosený približne j g.m² neoalkánamidu s cyklickým substituentom na atóme dusíka. Kontrolný téglik bol ošetrený iba acetónom a obidva tégliky potom boli sušené 1 hodinu v digestore. Potom boli obidva tégliky, pokusný a kontrolný, umiestnené na opačné strany pokusnej klietky z plastickej hmoty s rozmermi 51 x 28 x 20 cm, v ktorej boli šváby aklimatizované predchádzajúcim dvojdeným pobytom. Jedlo a voda boli švábom k dispozícii uprostred medzi téglikami. Bočné steny nádobiek boli vybavené povlakom teflónovej emulzie, aby sa švábom zabránilo po nich liezť. Testovacie zariadenie bolo vystavené striedavo po 12 hodín svetlu a 12 hodín tme pri teplote 27 °C a uprostred každej fotofázy bol stanovený počet švábov odpočívajúcich na vnútorných stenách každého téglika, potom boli šváby vyrušené a polohy obidvoch téglikov boli navzájom zamenené. Test pokračoval počas 25 dní alebo tak dlho, až sa v obidvoch téglikoch zistil rovnaký počet švábov. Analýzou bol stanovený počet dní s 90 %-nou účinnosťou (deväťkrát toľko švábov v neošetrenom tégliku ako v ošetrenom), čo sa pokladalo za štandard úspešného odpudzovania. Čím viac dní s 90 %-nou alebo vyššou odpudivosťou, tým účinnejší je repelent. V tomto teste získal N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid hodnotenie 25 (dní s 90 %-nou alebo dlhšou účinnosťou) proti samčekom švába (rusa domáceho - *Blattella germanica*). Podobné výsledky sa tiež získali s N-fenyl-neoheptánamidom s vyhodnotením 24,8. Obidva tieto neoalkánamidy s cyklickým substituentom na atóme dusíka odpudzujú rovnako švába amerického a rôznych iných hmyz a pavúky, ako i komáre, bzučivky, mravce včeka a kliešťa. Pri inom teste s N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidom na účinnosť pri odpudzovaní hmyzu bolo hodnotenie nižšie ako 25 dní, takže N-fenyl-neoheptánamid môže byť pokladaný za účinnejší z týchto dvoch repelentov.

Ostatné neoalkánamidy s cyklickým substituentom na atóme dusíka, uvedené v príkladoch 1 a 2, rovnako odpudzujú rusy a šváby, ako je možné preukázať opísanými laboratórnymi testami. Čo je ešte dôležitejšie, je skutočnosť, že všetky sú repelenty hmyzu, čo je prekvapujúce, pretože pri všetkých N-substituovaných neoalkánamidoch, doteraz známych ako repelenty hmyzu, nemal substituent cyklickú alebo aromatickú štruktúru a vládol názor, že tieto neoalkánamidy musia byť v kvapalnom stave za normálnych pod-

mienok, aby odpudzovali hmyz. Ďalej je prekvapujúce, že neoalkánamidy podľa vynálezu s cyklickým substituentom na atóme dusíka, pomerne úzkym rozmedzím celkového počtu atómov uhlíka a s určitou molekulovou stavbou sú účinné, zatiaľ čo neoalkánamidy s celkovým počtom atómov uhlíka mimo tohto rozmedzia a s inou stavbou (v polohe orto) arylového substituentu nemajú odpudzujúci účinok na hmyz.

Pri opísaných testoch sa získajú rovnaké výsledky, či sú repelenty pripravené postupom priamej kondenzácie, z neoalkánkyselín alebo z neoalkanoylchloridov.

Namiesto aby sa repelenty aplikovali na pokusné povrchy v acetónovom roztoku, môžu sa na ne natriekať v podobe aerosólu alebo tlakových sprejov v zmesi (50 : 50) izobutánu s cyklobutánom alebo v zmesi (60 : 40) Freonu 12 s Freonom 11 (dichlórdifluórmetán a trichlórmofluórmetán) alebo v iných rozpúšťadlách pod tlakom. Namiesto aby sa použili 1 %-né roztoky, ako je to pri testoch uvedených v tomto príklade, je často možné použiť koncentrácie v rozmedzí od 0,5 do 30 %, čo do určitej miery závisí od rozpustnosti repelentu v použítom rozpúšťadlovom systéme, napríklad 15 % v zmesi Freonov, 20 % v uhľovodíkovom systéme, 5 % v etanole a 25 % v metyletylketóne. Tiež je možné použiť vodné systémy, výhodne s emulgátormi alebo vhodnými povrchovo aktívnymi látkami, aby udržali repelent v homogénnej suspenzii v podobe koloidných kvapiek, pričom ich koncentrácia je zvyčajne trochu nižšia ako pri roztokoch v organických rozpúšťadlách, napríklad 3 %, 5 % a 7 %. Všetky takéto kvapalné systémy sa môžu aplikovať pomocou handričiek, vankúšov zo sprejových plechoviek s dýzami; tiež je možné použiť gély alebo pasty a nanášanie môže byť na pokusné povrchy alebo na skutočné miesta, oblasti a predmety, od ktorých sa má hmyz a pavúky odpudzovať.

Pri testoch v praxi na skutočných kuchynských podlahách, stoloch, umývacích stoloch a stenách a v kuchynských skrinkách, umývačkach riadu a pod chladničkami, vo švábmi a rusmi zamorených bytoch, bude sa na povrchoch, na ktorých alebo blízko ktorých boli repelenty podľa vynálezu aplikované, nachádzať výrazne nižší počet tohto hmyzu ako na kontrolných povrchoch a menej švábov a rusov sa bude vyskytovať na dňach a poličkách skriniek na riad, keď ich steny budú ošetrené repelentmi podľa vynálezu, hlavne ak bude týmto repelentom N-fenyl-neoheptánamid, N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid alebo ich 50 : 50 zmes, čo naznačuje, že tieto repelenty sú účinné i v parnej fáze, nie len pri dotyku. Ak podlahy, steny, stoly, výlevky, skrinky, náradie, okná, dvere, rohožky a koberec v dome alebo byte sú ošetrené vhodnými predstaviteľmi repelentov podľa vynálezu, napríklad N-fenyl-neoheptánamidom a/alebo N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidom, zmenší sa výskyt zamorenia švábmi a rusmi v porovnaní s kontrolnými bytmi, kde nie je repelent aplikovaný. No následkom pôvodnej prítomnosti tohto hmyzu v zamorenej oblasti môže jeho zvládnutie trvať až týždeň, mesiac alebo i dlhšie a niekedy môže vyžadovať niekoľkonásobnú aplikáciu repelentu. V niektorých prípadoch sa aplikačné množstvo vhodne zvýši až na 10 g.m^{-2} , no inokedy môže klesnúť až na $0,01 \text{ g.m}^{-2}$ alebo i menej. Je samozrejmé, že sa zvyčajne dosiahnu lepšie výsledky s väčším aplikačným množstvom.

Príklad 4

N-(3-Metylfenyl)-neoheptánamid, rozpustený vo vhodnej koncentrácii, napríklad 10 %-nej, v acetóne, sa aplikuje na bavlnenú pančuchu tak, že 1 g neoalkánamidu prípadne na 280 cm^2 pančuchy. Po dvoch hodinách od ošetrenia pančuchy (v priebehu tohto času sa acetón odparí) sa pančucha

pretiahne cez nylonovú pančuchu predtým navlečenú na ľudské rameno a takto pokryté rameno sa vsunie do klietky s dospelými komármi typu, ktorý DEET účinne odpudzuje. Dva takéto druhy komára sú *Aedes aegypti* a *Anopheles quadrimaculatus*. Ak počas jednej minúty, po ktorej je rameno komárom vystavené, ho cez pančuchu poštiepe menej ako 5 komárov, test sa po 24 hodinách opakuje a ak i potom rameno poštiepe menej ako 5 komárov, test sa opakuje každý týždeň tak dlho, až počas jednodinového vystavenia ramena dôjde k piatim štipnutiam. Miera odpudivosti testovanej zložčeniny alebo prostriedku sa hodnotí podľa počtu dní, uplynutých od aplikovania chemikálie na pančuchu do dňa, keď počas jednodinového vystavenia ramena ho poštiepe päť komárov. Opísaný test je výberovým testom ústavu Agricultural Research Service (U.S.D.A.) a je používaný výskumným laboratóriom U.S.D.A. Insect Affecting Man and Animals Research Laboratory v Gainesville, Florida.

Pri opísanom teste zameranom na komára *Aedes aegypti* získal DEET hodnotenie 22 a N-metyl-neodekánamid (MNDA), štandardná zložčenina pre N-nižšie alkyl-neoalkánamidy, hodnotenie 15 a keď bol testovaným komárom *Anopheles quadrimaculatus*, boli hodnotenia 29 a 36. Neoalkánamidy podľa vynálezu s cyklickým substituentom na atóme dusíka, ako sú N-fenyl-neoheptánamid a N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid, sa pokladajú za približne rovnocenné DEET a MNDA štandardom pri odpudzovaní komárov, ako je možné určiť opísaným testom.

Pri skutočnom použití na ľudskom tele, na ktoré sú aplikované v podobe roztoku vo vhodnom rozpúšťadle, vo vodičke na pokožku alebo krému alebo v aerosolovom spreji, budú neoheptánamidy s cyklickým substituentom na atóme dusíka približne ekvivalentné DEET, poskytujúce aspoň jednodinovú ochranu proti komárom *Aedes aegypti* a *Anopheles quadrimaculatus*, ak budú aplikované na predlaktie v množstve 0,3 g. Podobné výsledky možno dosiahnuť s inými neoalkánamidmi s cyklickým substituentom na atóme dusíka, ako sú uvedené v príkladoch 1 a 2.

Príklad 5 (nastavovaný synpý detergent)

Zložka	Obsah (v %)
lineárny tridecylbenzénsulfonát sodný	20,0
tripolyfosforečnan sodný	40,0
uhlíčan sodný	10,0
hydrogenuhlíčan sodný	10,0
borax	5,0
zmes enzýmov (proteolytický a amylolytický v práškovom nosiči)	1,0
nátriumkarboxymetylcelulóza	0,5
fluorescentné zjaskovadlo	1,0
N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid	2,0
voda	10,5
	100,0

Všetky zložky detergentného prostriedku s výnimkou práškovej zmesi enzýmov a repelentu sa spolu premiešajú v miešačke za vzniku suspenzie, ktorá sa rozstrekovaním vysuší; tým vzniknú duté guľôčky s veľkosťou v rozmedzí od č. 10 do č. 100 radu sít US. Potom sa prášková zmes enzýmov premieša s dutými guľôčkami a na vzniknutú zmes sa strieka roztavený repelent, zatiaľ čo sa táto prevracia v miešacom bubne za vzniku homogénneho prostriedku. N-(3-Metylfenyl)-neoheptánamid môže byť nahradený N-fenyl-neoheptánamidom alebo inými z uvedených neoalkánamidov podľa vynálezu s cyklickým substituentom na atóme dusíka a získa sa detergentný prostriedok obsahujúci repe-

lent, ktorý dokáže udeliť vypranej bielizni vlastnosti odpudzujúce hmyz. Tiež je možné zvýšiť pomerné množstvá aktívneho repelentu napríklad na 4 %, aby sa zvýšila odpudivosť hmyzu.

Príklad 6 (čistiaci prostriedok na podlahy)

Zložka obsah	(v %)
lineárny C ₁₂₋₁₄ alkylbenzénsulfonát sodný	10,0
tripolyfosforečnan sodný	40,0
uhličitan sodný	20,0
bezvodý síran sodný	27,0
N-fenyl-neoheptánamid	3,0
	<u>100,0</u>

Práškový detergent, nastavovadlo a plnidlo sa spolu premiešajú a za miešania sa na práškovú zmes nastrieka tavenina N-fenyl-neoheptánamidu.

Výsledná prášková zmes sa rozpustí vo vode a roztok používa na umývanie linolea, podláh z vinylových a keramických dlaždíc v miestach, kde boli pozorované rasy alebo šváby. Po opakovanom umývaní bez opláchnutia počas jedného mesiaca je v takmer všetkých prípadoch počet pozorovaných rusov a švábov výrazne menší a v mnohých prípadoch už nie sú pozorované žiadne. Keď sa však toto opakované ošetrovanie preruší, šváby a rasy sa často znovu objavia. V prípade, že sa čistiaci prostriedok z podlahy spláchnie, možno pozorovať odpudivosť v istej, no zníženej miere. Podobné výsledky sa dosiahnu, keď sa N-fenyl-neoheptánamid v čistiacom prostriedku nahradí N-(3-metylfenyl)-neoheptánamidom alebo keď sa použije v zmesi s ním alebo s N-metylneodekánamidom, pričom sa použijú približne rovnaké množstvá každého z týchto repelentov. Rovnako možno dosiahnuť podobné výsledky, keď sa použijú iné neoalkánamidy podľa vynálezu, substituované cyklickým substituentom na atóme dusíka a keď sa ich množstvo pohybuje v uvedenom rozmedzí od 0,2 do 10 %, takže množstvo repelentu, aplikované na ošetrovaný povrch, je v rozmedzí od 0,002 do 10 g.m⁻², pričom výhodne je v rozmedzí od 0,2 do 10 g.m⁻².

Príklad 7 (čistiaci prostriedok na drhnutie)

Zložka obsah	(v %)
Silex (jemne práškový oxid kremičitý)	97,5
lineárny dodecylbenzénsulfonát sodný	2,0
N-fenyl-neoheptánamid	0,5
	<u>100,0</u>

Príklad 8 (nastavovaný tekutý detergentný prostriedok na všeobecné použitie)

Zložka obsah	(v %)
neiónový detergent ^{*)}	1,0
lineárny dodecylbenzénsulfonát sodný	2,0
kuménsulfonát sodný	5,0
uhličitan sodný	5,0
hydrogenuhličitan sodný	1,0
fluorescentné zjasňovadlo	0,02
farbivo	0,01
N-fenyl-neoheptánamid a/alebo	
N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid)	1,0
voda (deionizovaná)	<u>84,97</u>
	100,0

^{*)} Kondenzačný produkt zmesi 1 mólu vyšších mastných alkoholov s priemerným počtom atómov uhlíka 10 a 5 mólmí etylénoxidu.

Príklad 9 (čistiaci prostriedok na koberce)

Zložka obsah	(v %)
sodná soľ laun-(monoetanol)amidsulfosukcinátu	30,0
zmes lipolytického, proteolytického a	
amylolytického enzýmu	2,0
tripolyfosforečnan sodný	20,0
hexametfosforečnan sodný	5,0
monofosforečnan sodný	3,5
hydrogenuhličitan sodný	20,0
močovina	8,0
Micro-Cel ^{®)}	10,0
N-fenyl-neoheptánamid	<u>1,5</u>
	100,0

^{*)} Jemne práškový hydratovaný syntetický kremičitan vápenatý (výrobok firmy Johns-Manville Products Corp.)

Tento produkt sa pred použitím riedi vodou v pomere 1 : 30. Množstvo 100 g stačí na vyčistenie približne 10 m² špinavého koberca.

Príklad 10 (čistiaci prostriedok na čalúnenie)

Zložka obsah	(v %)
Sulframin GBS ^{*)}	10,0
vodný amoniak (28 %)	30,0
voda	58,5
N-fenyl-neoheptánamid	<u>1,5</u>
	100,0

^{*)} Lineárna kyselina alkylarylsulfónová (výrobok firmy Witco Chemical Corp.)

Pred použitím sa tento čistiaci prostriedok na čalúnenie zmieša v objemovom pomere 1 : 3 so Stoddardovým rozpúšťadlom.

Príklad 11 (šampón na vlasy)

Zložka obsah	(v %)
monoglyceridsulfát amónny	22,0
hydroxypropylmetylcelulóza	1,0
polyakrylamid	1,0
N-fenyl-neoheptánamid	1,0
deionizovaná voda	<u>75,0</u>
	100,0

Príklad 12 (pleťový krém)

Zložka	množstvo (unca)
žltý cerezínový vosk	2,0
žltý včelí vosk	2,0
kyselina steárová	2,0
biele petrolátum	4,0
biely vazelinový olej	8,0 kvap.
voda	6,0 kvap.
borax	0,3
trietanolamín	0,5 kvap.

Zmes cerezínu, včelieho vosku, petrolátu, kyseliny steárovej a bieleho vazelinového oleja sa roztaví zahrievaním na teplotu 71 °C. Borax sa rozpustí v horúcej vode a k roztoku sa pridá trietanolamín, pričom sa teplota zvýši na 71 °C. Tento vodný roztok sa za miešania prileje k roztavenej zmesi voskov, potom sa zmes prestane zahrievať, ale v miešaní sa pokračuje. Keď zmes začne hustnúť, pridá sa k nej 10 g N-fenyl-neoheptánamidu alebo N-(3-metylfenyl)-

-neoheptánamidu alebo 5 g každého z týchto neoalkánamidov.

Príklad 13 (umývací vodička na telo)

Zložka	diely
glycerylmonostearát	50,0
kyselina olejová	30,0
minerálny olej	15,0
lanolín	10,0
trietanolamid	12,0
laurylsulfát sodný	10,0
konzervačná prísada	10,0
deionizovaná voda	980,0
N-fenyl-neoheptánamid	12,0

Príklad 14 (tyčové mydlo)

Zložka obsah	(v %)
hobliny mydla na báze vyšších mastných kyselín ^{*)}	88,0
N-fenyl-neoheptánamid	1,0
oxid titaničitý	1,0
konzervačná prísada (chlorid cíničitý)	0,2
voda	9,8
	100,0

^{*)} Sodné mydlo na báze zmesi (80 : 20) loja s kokosovým olejom.

Namiesto tyčového alebo kusového mydla je možné vyrobiť tyčové mydlo na báze syntetickej zložky tým, že sa obsah mydla v uvedenom predpise až z 25 % nahradí monoglyceridsulfátom sodným kokosového oleja. Podobne možno vyrobiť použitím vhodného zmäkčovadla tyče na báze celosyntetického detergenta.

Konzervačná prísada, oxid titaničitý, repelent a čiastočne množstvo vody sa zomeli s vysušenými hoblinami mydla (ktoré obsahujú približne 8 % vody), výsledný produkt sa lisuje na tyče a tie sa režu na príslušné dĺžky, z ktorých sa potom vylisuje kusové mydlo. Do tyčového mydla na pranie možno pridávať 20 až 40 % nastavovadla, ako sú tripolyfosforečnan sodný a/alebo uhličitan sodný, k zložkám uvedeným v uvedenom predpise, zvyčajne spolu so zvýšeným obsahom vody na zlepšenie plasticity počas spracovania. Je tiež možné vyrábať formované mydlá na pranie v tyčiach a tyčové mydlo na pranie so syntetickou zložkou, v ktorom bude obsah repelentu hmyzu v niektorých prípadoch zvýšený až na približne 5 %.

Príklad 15 (repelentný prostriedok v podobe spreja)

Zložka obsah	(v %)
prepelant 12 (dichlórdifluórmétán)	45,5
prepelant 11 (trichlórmONOfluórmétán)	45,5
minerálny olej	4,0
N-fenyl-neoheptánamid	5,0
	100,0

Minerálny olej a repelent sa rozpustia v zmesi prepelantov pod tlakom, a táto zmes sa potom pod tlakom plní do výpustnej nádoby vybavenej rozstrekovacou dýzou, konštruovanou na optimálne rozstrekovanie roztoku repelentu.

Príklad 16 (repelent v práškovom prostriedku)

Zložka obsah	(v %)
prášková hlinka	99,0
N-(4-metylphenyl)-neoheptánamid	1,0
	100,0

Príklad 17 (vosk na podlahy)

Zložka obsah	(v %)
montánný vosk na báze esterov	6,0
polyetylénový vosk	4,0
neoxidovaný mikrokryštalický vosk	5,0
masťné kyseliny talového oleja	0,2
vodný roztok hydroxidu sodného (43 %-ný)	0,5
N,N-dietylaminooctanol	1,0
metylkarbitol	1,0
N-cyklohexyl-neoheptánamid	2,0
voda	80,3
	100,0

Príklad 18 (aerosolová leštenka na nábytok)

Zložka	diely
karnaubský vosk	5,0
včelí vosk	5,0
cereštinový vosk	5,0
silikónový olej (DC 200)	5,0
Stoddardovo rozpúšťadlo	40,0
sodné mydlo (loj : kokosový olej 75 : 25)	2,0
voda	130,0

Zahriatím Stoddardovho rozpúšťadla na teplotu približne 52 °C a postupným pridávaním zmesi vopred roztavených voskov so silikónovým olejom sa za miešania pripraví koncentrát silikónového oleja a voskov. Súbežne sa rozpustí mydlo pri teplote približne 90 °C v uvedenom množstve vody, a potom sa horúci roztok mydla zmieša za intenzívneho miešania s disperziou vosku. Zmes sa potom rýchlo ochladí na teplotu miestnosti a pomaly sa k nej pridá 385 dielov vody, 71 dielov ťažkého benzínu a 15 dielov N-(3,5-dimetylphenyl)-pivalamidu (rozpusteného v uvedenom ťažkom benzíne). Do výpustnej nádoby sa potom pod tlakom vpraví 71 dielov prepelentu 12 (dichlórdifluórmétán), do ktorého bolo predtým vnesené doplnkové množstvo uvedeného leštiaceho prostriedku.

Príklad 19 (papier na poličky)

Papier na poličky, rozvinutý z kotúčov, sa postrieka po oboch stranách roztokom N-(3-metylphenyl)-neoheptánamidu v tekutom rozpúšťadle (acetóne), potom sa papier po vytekaní rozpúšťadla znova zvinie do kotúčov. Množstvo repelentu sa zvolí približne 2 %, hoci v niektorých prípadoch je možné použiť len 0,1 %, pretože strate repelentu vytekaním bráni zvinutie papiera do kotúčov. Pri obmene tohto príkladu sa repelentný neoalkánamid s cyklickým substituentom viazaným na atóme dusíka pridá do papieroviny počas výrobného postupu; je však potrebné dbať na to, aby sa repelent neodstránil pri niektorej sušiacej operácii.

Príklad 20 (repelentný prostriedok na nádoby na odpadky)

Vstreknutím N-(3-metylcyklohexyl)-neoheptánamidu do vnútra huby z polyuretánu s otvorenou štruktúrou komôrok sa v nej vytvorí 2 %-ná koncentrácia tohto neoheptánamidu. Huba má tvar plochého valca, ktorý sa vsunie do perforovaného puzdra pripevneného k vnútornej stene veka ku-

chynskej nádoby na odpadky, ktoré možno zošľapnutím odklopiť.

Priklad 21 (zmes repelentu s insekticidom)

Zložka obsah	(v %)
kyselina boritá	98,0
N-fenyl-neoheptánamid	2,0
	100,0

Jednotlivé výrobky z príkladov 5 až 21 sú všetky účinné na odpudzovanie hmyzu, hlavne rusov a švábov. Predstavujú však iba niekoľko málo z mnohých prostriedkov a predmetov v rámci vynálezu.

Opísaný vynález je veľmi významný, pretože už dlho sa vynára potreba účinných repelentov hmyzu a takéto zlúčeniny boli pomerne vzácné. Medzi zlúčeninami podľa vynálezu sú niektoré, ktoré sú práve tak účinné alebo i účinnejšie ako až doteraz známe najlepšie komerčné odpudzujúce prostriedky. Vynález nebolo možné predpokladať, pretože z doterajšieho stavu techniky nebolo možné spoznať, že sekundárne neoalkánamidy budú mať dlhotrvajúci odpudzujúci účinok na hmyz. Ani nebolo možné podľa doterajších znalostí predpokladať ekvivalenciu alebo zameniteľnosť aromatických či cyklických substituentov, viazaných na atóme dusíka amidu, na dosiahnutie odpudzujúceho účinku na hmyz. Vynález skutočne dokázal, že takáto ekvivalentnosť s výnimkou niektorých typov zlúčenín neexistuje. Je potrebné zdôrazniť, že zatiaľ čo je dôležité, aby celkový počet atómov uhlíka v hmyz odpudzujúcom sekundárnom amide podľa vynálezu bol v rozmedzí od 11 do 14, sú zlúčeniny obsahujúce 11 atómov uhlíka neúčinné, ak neoalkanoylovou časťou je pivaloyl. Ak substituent na kruhu cyklickej časti je viazaný v polohe orto, ako je to pri N-(2-metylfenyl)-neoheptánamidu, zlúčenina nebude účinná ako repelent hmyzu s dlhotrvajúcim účinkom. A ďalej, zatiaľ čo sa vynálezca predtým domnieval, že jeho sekundárne amidy by mali byť za normálnych podmienok v tekutom stave na to, aby boli účinné ako repelenty hmyzu, zistil teraz niektoré za normálnych podmienok tuhé sekundárne amidy, ktoré majú výraznú účinnosť. Súhrnne možno povedať, že s výnimkou niektorých blízko príbuzných zlúčenín typov, opísaných vynálezcom, je zjavné, že odpudivosť jeho opísaných neoalkánamidov s cyklickým substituentom viazaným na atóme dusíka proti hmyzu nebola všeobecne predvídateľná, a že teda jeho opísaný objav nebol dostupný.

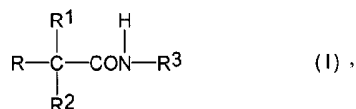
Vynález bol opísaný s prihliadnutím na rôzne doloženia a vyhotovenia, nie je však obmedzený iba na ne, pretože je zjavné, že odborník bude schopný využiť rôzne náhradné a ekvivalentné riešenia bez toho, aby tým vybočil z rámca vynálezu.

Priemyselná využiteľnosť

N-Monosubstituované aryl- a cykloalkyl-neoalkánamidy podľa vynálezu sú účinné repelenty hmyzu, hlavne rusov a švábov a možno ich využiť, spolu s rôznymi prísadami, v rôznych prostriedkoch a prípravkoch na ošetrovanie povrchov alebo predmetov, ktoré sa majú chrániť pred prístupom uvedeného hmyzu.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca (I):



v ktorom

R, R¹ a R² znamenajú alkylové skupiny, v ktorých je celkový počet atómov uhlíka v rozmedzí od 3 do 6, a

R³ znamená prípadne substituovanú cykloalifatickú alebo aromatickú skupinu obsahujúcu prinajmenšom 5 uhlíkov, pričom celkový počet atómov uhlíka je v rozmedzí od 11 do 14, a v prípade, keď neoalkanoylovou časťou je pivaloylová skupina, potom celkový počet atómov uhlíka je v rozmedzí od 12 do 14, pričom uvedená aryllová skupina nie je substituovaná v polohe orto.

2. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca I podľa nároku 1, v ktorých substituentom na atóme dusíka je arylový zvyšok obsahujúci 6 až 9 atómov uhlíka a neoalkanoylová časť obsahuje 5 až 8 atómov uhlíka.

3. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca I podľa nároku 2, v ktorých substituentom na atóme dusíka je fenylový zvyšok alebo alkyl-fenylový zvyšok a neoalkanoylová časť obsahuje 5 alebo 7 atómov uhlíka.

4. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca (I) podľa nároku 3, v ktorých substituentom na atóme dusíka je fenylový zvyšok.

5. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca (I) podľa nároku 4, ktorým je N-fenyl-neoheptánamid.

6. N-Monosubstituované aryl- a cykloalkylneoalkánamidy všeobecného vzorca (I) podľa nároku 4, ktorým je N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid alebo N-(4-metylfenyl)-neoheptánamid.

7. Spôsob odpudzovania hmyzu z oblasti, miesta alebo predmetov, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa na tieto oblasti, miesta alebo predmety alebo blízko týchto oblastí, miest alebo predmetov aplikuje množstvo N-monosubstituovaného aryl- alebo cykloalkyl-neoalkánamidu odpudzujúceho hmyz podľa nároku 1.

8. Spôsob podľa nároku 7, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa použije neoalkánamid, pri ktorom substituentom na atóme dusíka je arylový zvyšok obsahujúci 6 až 9 atómov uhlíka a neoalkanoylová časť obsahuje 5 až 8 atómov uhlíka.

9. Spôsob podľa nároku 8, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa použije neoalkánamid, pri ktorom substituentom na atóme dusíka je fenylový alebo alkylfenylový zvyšok a neoalkanoylová časť obsahuje 5 alebo 7 atómov uhlíka.

10. Spôsob podľa nároku 9, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa použije neoalkánamid, pri ktorom substituentom na atóme dusíka je fenylový zvyšok.

11. Spôsob podľa nároku 10, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že ako neoalkánamid sa použije N-fenyl-neoheptánamid.

12. Spôsob podľa nároku 9, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že ako neoalkánamid sa použije N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid alebo N-(4-metylfenyl)-neoheptánamid.

13. Spôsob podľa nároku 7, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa neoalkánamid použije v aplikačnom množstve v rozmedzí od 0,01 do 5 g.m⁻².

14. Spôsob podľa nároku 9, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa neoalkánamid použije v aplikačnom množstve v rozmedzí od 0,5 do 2 g.m⁻².

15. Spôsob podľa nároku 7, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa N-monosubstituovaný neoalkánamid použije v detergentovom prostriedku alebo s týmto detergentovým prostriedkom, ktorý obsahuje čistiace pomerne množstvo mydla alebo syntetický organický detergent, a pomerne množstvo takto aplikovaného neoalkánamidu stačí na to, aby sa na umytej oblasti, mieste alebo predmete zadržalo dostatočné množstvo neoalkánamidu po ich umytí týmto detergentovým prostriedkom na odpudzovanie hmyzu z tejto oblasti, miesta alebo predmetu.

16. Spôsob podľa nároku 15, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že použitým neoalkánamidom je neoalkánamid, pri ktorom substituentom na atóme dusíka je fenylový alebo alkylfenylový zvyšok a neoalkanoylová časť má 5 alebo 7 atómov uhlíka.

17. Spôsob podľa nároku 16, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa ako neoalkánamid použije N-fenyl-neoheptánamid.

18. Spôsob podľa nároku 16, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa ako neoalkánamid použije N-(3-metylfenyl)-neoheptánamid alebo N-(4-metylfenyl)-neoheptánamid.

19. Spôsob podľa nároku 15, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že ako detergentový prostriedok sa použije čistiaci prostriedok na podlahy, ktorý obsahuje 1 až 30 % hmotn. detergentu zo skupiny zahrnujúcej vodorozpustné mydlá a vodorozpustný syntetický organický detergent alebo detergenty zvolené zo skupiny zahrnujúcej aniónové, neiónové, amfotérne, amfolytické a zwiteriónové detergenty a ich zmesi, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkánamidu alebo zmesi týchto neoalkánamidov, a 10 až 50 % hmotn. nosnej zložky alebo zložiek na detergent alebo detergenty obsahujúce až do 50 % hmotn. plnidla či plnidiel a/alebo riedidla alebo riedidiel, pričom tento čistiaci prostriedok sa naniesie na podlahu vo vodnom prostredí a podlaha sa ním vyčistí, pričom aplikačné množstvo je také, že sa na podlahe po skončení čistenia zadrží hmyz odpudzujúce množstvo neoalkánamidu a hmyz je od podlahy odpudzovaný.

20. Spôsob podľa nároku 15, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že ako detergentový prostriedok sa použije šampón na čistenie pokrývok, rohoží a kobercov a na dosiahnutie repelentných vlastností proti hmyzu, pričom tento šampón obsahuje 1 až 35 % hmotn. detergentu, ktorým je mydlo alebo syntetický organický detergent, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkánamidu a až do 40 % nosnej látky, v tekutom prostredí, a šampón sa aplikuje na pokrývku, rohož alebo koberec, ktorý sa ním čistí, pričom aplikačné množstvo čistiaceho prostriedku je také, že sa v pokrývke, rohoži alebo koberci zadrží hmyz odpudzujúce množstvo neoalkánamidu a hmyz je od nich odpudzovaný.

Koniec dokumentu
