

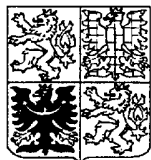
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

286 002

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **487-92**

(22) Přihlášeno: **19. 02. 92**

(30) Právo přednosti:
19. 02. 91 US 91/657707

(40) Zveřejněno: **16. 09. 92**
(Věstník č. 9/92)

(47) Uděleno: **19. 10. 99**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **15. 12. 99**
(Věstník č. 12/99)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 C 233/07

C 07 C 233/06

A 01 N 37/18

(73) Majitel patentu:

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, New
York, NY, US;

(72) Původce vynálezu:

Steltenkamp Robert J., Somerset, NJ, US;

(74) Zástupce:

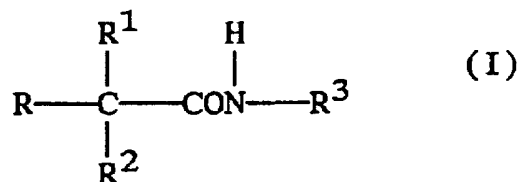
Všetečka Miloš JUDr. advokát, Žitná 25,
Praha 1, 11504;

(54) Název vynálezu:

**N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl-
neoalkanamidy a způsob odpuzování
hmyzu**

(57) Anotace:

N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkan-
amidy obecného vzorce I, ve kterém: R, R¹ a R²
znamenají alkylové skupiny, ve kterých je celkový
počet atomů uhlíku v rozmezí od 3 do 6; a R³
znamená případně substituovanou cykloalifatickou
nebo aromatickou skupinu obsahující přinejmenším
5 uhlíků, přičemž celkový počet atomů uhlíku je v
rozmezí od 11 do 14, a v případě, kdy neoalkanoylo-
vou částí je pivaloylová skupina, potom celkový
počet atomů uhlíku je v rozmezí od 12 do 14, přičemž
uvedená aryllová skupina není substituována v polo-
ze ortho. Způsob odpuzování hmyzu, při kterém se na
požadovaná místa aplikuje hmyz odpuzující
množství N-monosubstituovaného aryl- nebo cyklo-
alkyl- neoalkanamidu, výhodně v detergentovém
prostředku, jako je například vodný prostředek na
podlahy nebo šampon na pokrývky, rohože, koberce.



N–monosubstituované aryl– a cykloalkyl– neoalkanamidy a způsob odpuzování hmyzuOblast techniky

Vynález se týká N–monosubstituovaných aryl– a cykloalkyl– neoalkanamidů, které se používají pro odpuzování hmyzu a způsobu odpuzování hmyzu, při kterém se na postižená místa aplikuje účinné množství těchto sloučenin.

Dosavadní stav techniky

Ačkoliv některé druhy hmyzu, například včely, se považují za užitečné pro lidstvo (pro opylování rostlin), jsou mnohé jiné druhy hmyzu označovány jako škodlivé, přičemž bylo věnováno mnoho úsilí jejich vyhubení nebo alespoň omezení jejich výskytu. Ačkoliv byly vyrobeny účinné jedy, přesto u různých druhů hmyzu vznikla odolnost vůči těmto látkám, snad „přirozenou selekcí“, a jiné druhy se naučily tyto jedovaté látky poznávat a vyhýbat se jim. Nadto mají mnohé jedy nežádoucí účinky na lidi a zvířata, a proto bylo jejich používání často omezováno nebo zakazováno. Některé druhy hmyzu, jako je rus domácí (*Blattella germanica*), není možno v některých místech zcela vyhubit, a proto bylo úsilí realisticky zaměřeno spíše na jejich kontrolu než na jejich vyhubení. Rovněž bylo zjištěno, že mrtví rusi a švábi, kteří zůstali na nepřístupných místech nebo v místech, která není možno čistit, jsou významnými alergeny v domácnosti. Výsledky nedávných pokusů prováděných Národním zdravotním ústavem (National Institutes of Health) ukazují, že 10 až 15 milionů občanů Spojených států amerických je alergických na rusy a šváby. V těchto případech jsou jedy neúčinné, protože mrtví švábi a rusi v nedostupných místech emitují alergen. Účinný repelent je jediným možným prostředkem, jak zabránit těmto alergickým reakcím a jestliže se repelent aplikuje na těžko dostupná místa, může se přítomnost mrtvých těl tohoto hmyzu na těchto místech snížit na minimum. Látky odpuzující komáry jsou již dlouho známy a byly též objeveny chemické sloučeniny odpuzující šváby a rusy. Tyto chemikálie je možno aplikovat na povrch stěn, podlah, skříní, zásuvek, balíků, nádob, pokryvek, čalounění a koberců a na potenciální místa uhnízdění hmyzu, jako jsou vnitřní stěny a prostory mezi podlahami. Podobně, mají-li tyto repelenty nízkou toxicitu, je možno je aplikovat na povrch lidského těla a domácích zvířat chovaných pro zábavu, na zvířata v zoologických zahradách a na dobytek. Avšak některé z látek odpuzujících hmyz jsou toxické, jiné zapáchají a vyvolávají změnu zbarvení, přičemž tyto škodlivé vlastnosti mohou vážně omezovat jejich použitelnost. Mnohé ze vhodných a použitelných repelentů hmyzu, které jsou popsány v literatuře, jsou terciární amidy, a z nich až dosud jako nejúčinnější univerzální repelent hmyzu je pokládán N,N–diethyl–m–toluamid, který je často označován jako „DEET“. Avšak neoalkanamidy podle vynálezu předčí DEET déletrvající účinností, například proti švábovitým. Nadto jsou neoalkanamidy podle vynálezu též účinné pro odpuzování jiného hmyzu, jakož i pavoukovitých, dále komárů, klíšťat, bzučivek a mravenců–všekazů. S výjimkou neoalkanamidů substituovaných na atomu dusíku nižší alkylovou skupinou, které jsou popsány ve výše citovaných patentových přihláškách, jako jsou například N–methylneodekanamid a N–methylneotridekanamid, nevykazují dosud známé repelenty stejně mohutnou a dlouhotrvající odpudivost. Vzhledem k poměrně malému počtu známých vhodných repelentů trvá stále snaha objevit další repelenty, které by vykazovaly vyšší míru odpudivosti a déletrvající účinek. Je žádoucí, aby takové sloučeniny měly též lepší fyzikální vlastnosti, jako jsou ještě lepší aroma, těkavost, schopnost tvořit skvrny, ještě nižší toxicita, zlepšená stálost, větší přímá přilnavost k substrátům a schopnost odpuzovat širší spektrum typů hmyzu.

Při rešerších, manuálních nebo mechanizovaných, nebyla v publikacích podle dosavadního stavu techniky nalezena žádná zmínka o neoalkanamidech substituovaných na atomu cyklickým, tento výraz zahrnuje jak aryl tak cykloalkyl, substituentem ani o žádných analogických N–cyklo–substituovaných amidech nebylo zjištěno, že jsou účinné jako repelenty hmyzu. Z těchto

průzkumů vyplývá, že N-aryl- a N-cykloalkylneoalkanamidy podle vynálezu jsou nové a nikoli zjištěné z dosavadního stavu techniky. Nejblíže k těmto N-cyklosubstituovaným neoalkanamidům podle vynálezu jsou sloučeniny popsané v patentech Spojených států amerických č. 4,682,982, 4,715,862, 4,804,290 a v patentových přihláškách Spojených států amerických č. 07/612,748, 07/609,290, 07/267,141, 07/264,936 a 06/894,985. Avšak neoalkanamidy popsané v prvních dvou z uvedených patentových spisů se používají jako antistatická činidla, nikoliv jako repelenty hmyzu. V patentových přihláškách Spojených států amerických č. 07/354,545 a 06/894,983 se uvádí, že N-níže alkylnéoalkanamidy se používají jako složky parfémů.

Podstata vynálezu

Podstatu předmětného vynálezu tvoří N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I:



ve kterém:

R, R¹ a R² znamenají alkylové skupiny, ve kterých je celkový počet atomů uhlíku v rozmezí od 3 do 6, a

R³ znamená případně substituovanou cykloalifatickou nebo aromatickou skupinu obsahující přinejmenším 5 atomů uhlíku, přičemž celkový počet atomů uhlíku je v rozmezí od 11 do 14, a v případě, kdy neoalkanoylovou částí je pivaloylová skupina, potom celkový počet atomů uhlíku je v rozmezí od 12 do 14, přičemž uvedená aryllová skupina není substituována v poloze ortho.

Výhodné jsou podle vynálezu N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I, ve kterých substituentem na atomu dusíku je aryllový zbytek obsahující 6 až 9 atomů uhlíku a neoalkanoylová část obsahuje 5 až 8 atomů uhlíku, přičemž ještě výhodnější jsou sloučeniny, ve kterých substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek nebo alkylfenylový zbytek a neoalkanoylová část obsahuje 5 nebo 7 atomů uhlíku a nejvýhodnější sloučeniny, ve kterých substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek.

Konkrétními výhodnými sloučeninami podle vynálezu jsou N-fenyl-neoheptanamid, N-(3-methylfenyl)neoheptanamid a N-(4-methylfenyl)neoheptanamid.

Do rozsahu předmětného vynálezu rovněž postup odpuzování hmyzu z oblasti, místa nebo předmětů, jehož podstata spočívá v tom, že se na tyto oblasti, místa nebo předměty nebo blízko těchto oblastí, míst nebo předmětů aplikuje hmyz odpuzující množství N-monosubstituovaného aryl- nebo cykloalkyl- neoalkanamidu výše uvedeného obecného vzorce (I).

Ve výhodném provedení tohoto postupu se použije neoalkanamid, u něhož substituentem na atomu dusíku je aryllový zbytek obsahující 6 až 9 atomů uhlíku a neoalkanoylová část obsahuje 5 až 8 atomů uhlíku, ještě výhodněji neoalkanamid, u něhož substituentem na atomu dusíku je fenylový nebo alkylfenylový zbytek a neoalkanoylová část obsahuje 5 nebo 7 atomů uhlíku, a nejvýhodněji neoalkanamid, u něhož substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek.

Konkrétně je možno uvést, že se použije N-fenyl-neoheptanamid, N-(3-methylfenyl)neoheptanamid nebo N-(4-methylfenyl)neoheptanamid.

5 Ve výhodném provedení tohoto postupu se neoalkanamid použije v aplikačním množství v rozmezí od 0,01 do 5 g.m⁻², ještě výhodněji v aplikačním množství v rozmezí od 0,5 do 2 g.m⁻².

10 Podle dalšího alternativního výhodného provedení se N-monosubstituovaný neoalkanamid aplikuje na oblast, místo nebo předmět v detergentovém prostředku nebo s tímto detergentovým prostředkem, který obsahuje čisticí poměrné množství mýdla nebo syntetického organického detergentu, a poměrné množství takto aplikovaného neoalkanamidu postačuje k tomu, aby se na umyté oblasti, místě nebo předmětu zadrželo dostačující množství neoalkanamidu po jejich umytí tímto detergentovým prostředkem pro odpuzování hmyzu z této oblasti, místa nebo předmětu.

15 Podle dalšího alternativního výhodného provedení se jako detergentového prostředku použije čisticího prostředku na podlahy, který obsahuje 1 až 30 % hmotn. detergentu ze skupiny zahrnující vodorozpustná mýdla a vodorozpustný syntetický organický detergent nebo detergenty zvolené ze skupiny zahrnující aniontové, neiontové, amfoterní, amfolytické a zwiteriontové detergenty s a jejich směsi, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkanamidu nebo směsi těchto neoalkanamidů, a 10 až 50 % hmotn. nosná složka nebo složky pro detergent nebo detergenty obsahující 0 až 50 % hmotn. plniva či plniv a/nebo ředidla či ředidel přičemž tento čisticí prostředek se nanese na podlahu ve vodném prostředí a podlaha se jím vyčistí, přičemž aplikační množství je takové, že se na podlaze po ukončení čištění zadrží hmyz odpuzující množství neoalkanamidu.

25 Podle dalšího alternativního výhodného provedení se jako detergentového prostředku použije šamponu na čištění povrchů, rohoží a koberců a pro dosažení repelentních vlastností vůči hmyzu, přičemž tento šampon obsahuje 1 až 35 % hmotn. detergentu, kterým je mýdlo nebo syntetický organický detergent, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkanamidu a 0 až 40 % hmotn. nosné látky, v tekutém prostředí, a šampon se aplikuje na povrch, rohož nebo koberec, který se jím čistí, přičemž aplikační množství čisticího prostředku je takové, že se v povrchu, rohoži nebo koberce zadrží hmyz odpuzující množství neoalkanamidu.

35 N-monosubstituované neoalkanamidy podle vynálezu, u nichž je na atomu dusíku vázán cyklický, například arylový nebo cykloalkylový substituent, jsou novými chemickými sloučeninami, které mají výraznou schopnost odpuzovat hmyz. Vynález se zejména týká těchto neoalkanamidů, jejichž obsah atomů uhlíku je v rozmezí od 11 do 14, přičemž neoalkanoylová část má 5 až 8 atomů uhlíku. Tyto neoalkanamidy, zejména N-fenylneoheptanamid, jsou účinné pro odpuzování hmyzu, jako jsou švábi a rusi, jsou-li aplikovány na místa, oblasti, předměty, materiály a konstrukce, a na jejich povrch, pro ochranu proti zamoření a poškození hmyzem. Vynález se rovněž týká různých prostředků obsahujících tyto N-substituované neoalkanamidy, přičemž tyto prostředky se používají k nanášení těchto účinných sloučenin na povrchy, které se mají učinit odpudivými pro hmyz, a též se týká způsobů používání těchto sloučenin a prostředků k odpuzování hmyzu.

45 Vynález se tedy týká N-monosubstituovaných neoalkanamidů pro odpuzování hmyzu, ve kterých celkový počet atomů uhlíku je v rozmezí od 11 do 14, a činí 12 až 14, jestliže neoalkanoylovou částí je pivaloyl, a substituentem je cyklická skupina s alespoň 5 atomy uhlíku, a jestliže je fenylová část substituována, není substituce v poloze ortho. V současné době je nejvýhodnější takovou sloučeninou pro použití jako repelent hmyzu, který je obzvláště účinná proti rusům a švábům, N-fenylneoheptanamid. Do rámce vynálezu spadají i detergentní prostředky, jak ve formě částic tak i kapalné, šampony pro čištění koberců a čalounění, šampony na vlasy, čisticí prostředky na tvrdé povrchy a mýdlové a detergentové tyče, které obsahují takový neoalkanamid substituovaný na atomu dusíku arylovou nebo cykloalkylovou skupinou, popřípadě amidy.

Rovněž vhodné jsou roztoky a disperze takového neoalkanamidu(ů) v kapalném prostředí nebo takový neoalkanamid(y) rozptýlený v částicovitém nebo práškovém nosiči, přičemž tyto kapalně či sypné produkty jsou vhodné pro aplikaci do oblasti, míst a na předměty, které se mají chránit před hmyzem. Vynález rovněž zahrnuje způsoby odpuzování hmyzu aplikací hmyz odpuzujícího množství N-substituovaného neoalkanamidu či amidů podle vynálezu na postižená místa nebo poblíž povrchu, oblasti, místa nebo předmětu, který se má před hmyzem chránit nebo odkud má být hmyz vypuzen. V některých případech se sloučeniny pro odpuzování hmyzu podle vynálezu mohou používat spolu s insekticidy k vypuzení hmyzu z jedné oblasti směrem k místu umístění insekticidu. Mohou též být formulovány s insekticidy, takže po zaniknutí odpudivého účinku nebude ošetřená oblast stále ještě bezpečná pro hmyz. Dále spadají do rámce vynálezu prostředky obsahující směsi repelentů podle vynálezu s jinými repelenty hmyzu, a rovněž samotné směsi neoalkanamidů podle vynálezu.

Do skupiny N-cyklosubstituovaných sekundárních neoalkanamidů podle vynálezu je možno zahrnout sloučeniny, u nichž cyklický substituent je cykloalifatický nebo aromatický a cyklická část je výhodně uhlovodíková, neboli hydrokarbylová část. Neoalkanoylová část může obsahovat 5 až 8 atomů uhlíku, přičemž arylová část, včetně případných na ni vázaných substituentů, kterými jsou výhodně nižší alkylové skupiny obsahující 1 až 3 atomy uhlíku, umístěné pouze v meta polohách, se žádnými substituenty v ortho polohách a často též se žádnými ani v para poloze, bude mít 5 až 9 atomů uhlíku. Jako příklad cyklických substituentů, které mohou být vázány na atomu dusíku amidoskupiny, je možno uvést cyklopentylovou skupinu, alkylcyklopentylovou skupinu, cyklohexylovou skupinu, alkylcyklohexylovou skupinu, cykloheptylovou skupinu a alkylcykloheptylovou skupinu. Z N-cyklosubstituovaných neoalkanamidů podle vynálezu jsou výhodné substituované neoheptanamidy, protože se ukázaly mít déletrvající účinnost při odpuzování hmyzu z ošetřených povrchů a oblastí, přičemž účinnost N-fenylneoheptanamidů proti rusům a švábům je 90 % (použitý standard) po dobu alespoň 25 dnů, jak bylo zjištěno pokusy.

Tyto N-cyklosubstituované neoalkanamidy se mohou připravit z příslušných neokyselin, jako je kyselina pivalová, neohexanová kyselina, neoheptanová kyselina nebo neooktanová kyselina nebo jejich příslušné směsi nebo je možno použít halogenidů příslušných kyselin, jako jsou například chloridy. Amidy se připraví snadno reakcí těchto kyselin nebo chloridů kyselin s příslušným aminem, jako je anilin nebo 3-methyltoluidin. I když je možno připravit čisté neoalkanamidy popsaných typů, často se bude jednat o kyseliny technické nebo komerční jakosti a z nich vyrobené amidy budou směsmi.

Popis přiložených obrázků

Na připojených diagramech jsou znázorněna infračervená absorpční spektra některých reprezentativních a výhodných N-cyklosubstituovaných neoalkanamidů podle vynálezu, kde

na obr. 1 je uveden infračervený spektrogram vzorku N-fenylneoheptanamidu, který je obzvláště výhodnou sloučeninou podle vynálezu, a

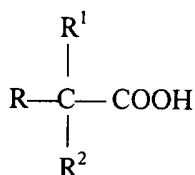
na obr. 2 je uvede infračervený spektrogram vzorku N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu.

Oba tyto N-substituované neoalkanamidy se považují za reprezentanty různých odlišných N-cyklicky substituovaných neoalkanamidových repelentů hmyzu, které jsou předmětem tohoto vynálezu.

Pro přípravu neoalkanamidů podle vynálezu se nechá neoalkanoylchlorid pomalu za míchání reagovat s příslušným primárním cyklickým aminem ve vhodném prostředí, jako je ethylether, hexan a/nebo voda, čímž se získá výsledný amid a kyselina chlorovodíková, přičemž průběh

hexan a/nebo voda, čímž se získá výsledný amid a kyselina chlorovodíková, přičemž průběh reakce se sleduje infračervenými analýzami reakční směsi na přítomnost chloridu kyseliny. Rovněž může být přítomen hydroxid sodný, triethylamin nebo jiná sloučenina schopná reagovat s kyselinou chlorovodíkovou uvolňující se při reakci, při níž vzniká vyráběný neoalkanamid, a reakce se urychluje její reakcí s nadbytkem uvolňující se HCl. Jakmile veškerý neoalkanoylchlorid zreagoval, přeruší se míchání a vzniklý produkt se zpracuje rozpouštědlem (hexan) a dvakrát promyje zředěným vodným roztokem kyseliny chlorovodíkové. Pak se organická fáze, která je přibližně neutrální, oddělí od vodné fáze a rozpustí v co nejmenším množství methanolu. Přidáním studené vody se vyloučí krystalický produkt. Krystaly se odfiltrují a vysuší za sníženého tlaku nebo je lze překrystalovat. Získaný produkt je bezbarvý až světle jantarově žlutý a prakticky čistý. Při alternativním postupu je možno nechat neoalkankyselinu reagovat přímo s příslušným nižším alkylaminem.

Neoalkylkyseliny, jako je například neoheptanová kyselina a kyselina pivalová, vyrábí firma Exxon Chemical Americans přičemž tyto látky je možno připravit reakcí vhodného alkenu, jako je isobutylen nebo rozvětvený C₆, C₇ nebo C₈ alkylen, s oxidem uhelnatým za vysokého tlaku a vysoké teploty v přítomnosti vodné kyseliny jako katalyzátoru (Kochova reakce). Reakční mechanismus zahrnuje vytvoření karboniového iontu a potom komplexaci s oxidem uhelnatým a katalyzátorem za vzniku „komplexu“, který se pak hydrolyzuje k získání uvedené volné kyseliny. Vzorec volné neoalkanové kyseliny je



V těchto neoalkanových kyselinách a z nich připravených neoalkanamidech nebo v jejich chloridech symboly R, R¹ a R² budou znamenat methylové skupiny v pivalamidech, avšak v případě neohexanamidů budou zahrnovat jednu ethylovou skupinu a u neoheptanamidů jednu propylovou (nebo isopropylovou) skupinu nebo dvě ethylové skupiny náhradou za methylovou popřípadě methylové skupiny. U neooktanamidů mohou být nahrazením methylových skupin přítomny tři ethylové skupiny nebo jedna propylová (nebo isopropylová) a jedna ethylová skupina. Zde uvedené neoalkankyseliny a způsoby jejich přípravy jsou popsány v publikaci: „Neoacids Properties, Chemistry and Applications“ (Neokyseliny - jejich vlastnosti, chemie a použití), 1982, Exxon Chemical Americans. Výchozí acylchloridy použité pro přípravu těchto neoalkanamidů podle vynálezu se mohou vyrobit z neoalkankyselin a vhodných chloračních činidel, jako je chlorid fosforitý, přičemž tyto látky je možno získat od firmy Lucidol (Lucidol Division) firmy Pennwalt, Inc. a firma White Chemical Corp.

Ačkoliv je možné zpracovat repelenty hmyzu podle vynálezu do různých materiálů při výrobě těchto materiálů, například vmícháním do papírovinové pulpy k výrobě papíru, do kaučukových předsměsí nebo do várek k výrobě syntetických organických polymerních plastických hmot nebo smícháním s třískami pro výrobu lisovaných desek, přičemž se repelenty podle vynálezu mohou též vstříkovat nebo jiným způsobem vpravit do materiálu předmětů, aby se tyto staly odpudivými pro hmyz, budou se repelenty podle vynálezu obvykle aplikovat na povrch míst, konstrukcí nebo předmětů, aby se tyto staly odpudivými pro hmyz, buď přímým nanesením hmyz odpuzujícího N-cykloalkyl- nebo aryl- neoalkanamidu v kapalném roztoku nebo disperzi, nebo dispergované v práškovém nosiči nebo v detergentním prostředku, jako jsou prací detergent, čisticí prostředek na podlahy nebo stěny, šampon na čalounění nebo pokrývky nebo koberce, šampon na vlasy, tekuté mýdlo nebo mýdlo v tyčích, nebo v jakémkoliv vhodném jiném prostředku, do něhož může být vhodně tato účinná látka vpravena. Z takových jiných vhodných prostředků lze uvést insekticidní a antibakteriální koupelové nebo namáčecí lázně pro osoby, domácí zvířata pro

hnojiva, hlínu pro zahrnování rostlin do záhonů a pro vysazování rostlin do květináčů, aby byly uvedeny jen některé příklady. V některých případech bude výhodné opětovné vpravení aktivní neoalkanamidové složky do těchto prostředků, aby se obnovila odpuzovací účinnost. Ve většině případů se prostředky podle vynálezu budou nanášet přímo nebo nepřímo vnější aplikací na povrchy určené k ošetření, a následná taková aplikace se bude provádět občasně pro udržení uspokojivého stupně odpudivosti pro hmyz. Tak je možno repelentní N-cykloalkyl- nebo N-arylneoalkanamid, jako je například N-fenylneoheptanamid, nanášet natíráním na povrch určený k ošetření, nebo jej lze aplikovat na takový povrch tak, že se povrch omyje, výhodně bez následného opláchnutí, detergentním prostředkem obsahujícím tento účinný repelent hmyzu.

Sloučeniny podle vynálezu jsou obvykle poměrně nízkotající tuhé látky nebo kapaliny nebo jsou v pastovitém stavu za teploty okolí a jsou nerozpustné ve vodě, takže se poměrně dobře natahují na povrchy z detergentních prostředků a jiných přípravků, i když se tyto prostředky popřípadě přípravky spláchnou, ačkoliv je často lepší opláchnutí vynechat, a normálně, buď po přímé, nebo nepřímé aplikaci na zmíněné povrchy, by tam mělo zůstat dostatečné množství neoalkanamidu k účinnému odpuzování hmyzu. I když se pro účinné odpuzování různých druhů hmyzu od různých povrchů za různých podmínek používá různých poměrných množství jednotlivých neoalkanamidů, předpokládá se obvykle, že lze dosáhnout hmyz odpuzujících účinků při koncentracích účinné složky na povrchu v rozmezí od 0,002 do 100 g.m⁻². Z ekonomických důvodů a k dosažení účinku proti většímu počtu druhů hmyzu se bude zpravidla aplikovat množství od 0,1 nebo 0,2 do 10 g.m⁻², výhodně od 0,5 do 2 g.m⁻², například 1 g.m⁻², když se má dosáhnout odpuzujícího účinku na rusy a šváby. Proti jiným druhům hmyzu, jako jsou komáři, a někdy i proti rusům a švábům lze použít i vyššího aplikačního množství, například 10 až 100 g.m⁻².

Protože repelenty proti hmyzu podle vynálezu jsou dostatečně těkavé, může být jejich přítomnost zjištěna hmyzem ve vzduchu poblíž povrchu, na nějž byly aplikovány, ačkoliv, jak ukázaly pokusy, je jejich účinnost největší, působí-li jako dotykové repelenty. Proto nejenže tyto povrchy hmyz odpuzují, čímž se zabrání, aby se hmyz částí svých těl dotkl těchto povrchů, nýbrž následkem vypařování těchto N-cyklicky substituovaných neoalkanamidů bude hmyz odpuzován i od okolního prostoru. Proto aplikování těchto těkavých repelentů na stěny skříněk s porcelánovým nádobím může zabránit vniknutí rusů a švábů dovnitř skříněk, čímž se zabrání, aby se dotýkali a znečistili tam se nacházející talíře, nádoby, přístroje a stříbrné předměty. Podobně nanesení leštidla na nábytek, jež obsahuje dostatečně těkavý repelent podle vynálezu, na povrch, vnitřní a/nebo vnější, špižířny nebo použití papíru obsahujícího takový repelentní neoalkanamid na pokrytí políček může odradit rusy a šváby od vstupu do špižířny a tím znečistit tam obsažené potraviny. Rovněž aplikace neoalkanamidu podle vynálezu na oděv nebo praní oděvu v detergentních prostředcích obsahujících repelent podle vynálezu může odradit hmyz od usednutí na oděv a jeho nositele a od píchnutí nebo kousnutí nositele. Vyprání pokrývky nebo umytí koberce šamponem nebo čisticím prostředkem obsahujícím repelent podle vynálezu odradí hmyz od vniknutí do pokoje a od uhnízdění a kladení vajíček do nebo pod pokrývku nebo koberec. Umytím podlah a stěn detergentním prostředkem zahrnujícím repelent hmyzu, formulovaným pro tento účel, zejména takovýmto prostředkem, který se nemá opláchnout, se na ně nanese vrstva repelentu hmyzu podle vynálezu a tato odradí hmyz od sednutí na podlahu a stěny a od vniknutí do takto ošetřených místností. Důležitým znakem repelentů podle vynálezu je, že ačkoliv jsou dostatečně těkavé k tomu, aby byly účinné, vydrží jejich odpudivost dlouho, protože se nevypařují rychle a často vydrží až měsíc nebo i déle, dokonce i více, jestliže jsou repelenty vpracovány dovnitř do výrobku. Repelenty podle vynálezu se mohou formulovat s insekticidy, například tím, že se nastříkají na povrch práškových insekticidů, jako je prášková kyselina boritá, která je účinná proti rusům a švábům. Použitím prostředku obsahujícího směs neoalkanamidu s kyselinou boritou se dosáhne okamžitého odpudivého účinku a následně, poté co se odpudivý účinek vytěkáním popřípadě sníží, mohou být rusi a švábi, kteří se popřípadě vrátí do ošetřené oblasti, zahubeni insekticidem. V praxi je obvyklejší přidat k insekticidu nějaký atraktant, avšak prostředky zahrnující repelent a insekticid se rovněž používají.

Z předchozího krátkého popisu je zřejmé, že repelenty hmyzu podle vynálezu mohou být použity v mnoha prostředcích a mohou se aplikovat různými způsoby. Avšak mezi nejvhodnějšími výrobky, které mohou zahrnovat neoalkanamidy podle vynálezu, jsou detergentní prostředky, z nichž se tyto neoalkanamidy mohou překvapivě snadno natahovat na povrch omývaných předmětů. Takové detergentní prostředky působí několika způsoby, jimiž čelí znečištění omývaného předmětu hmyzem. Odstraňují jakákoliv dřívější znečištění, odstraňují skvrny a nečistotu, jimiž by se hmyz mohl živit a které by jej mohly vábit, a zanechávají na předmětech hmyz odpuzující neoalkanamid.

- Primární složkou těchto detergentních prostředků, kromě hmyz odpuzujícího neoalkanamidu, je organický detergentní materiál. Takovým materiálem může být jedno z mýdel, výhodně mýdlo na bázi sodné a/nebo draselné sole vyšších (C_{10} až 18) mastných kyselin, avšak výhodně jím je syntetický organický detergent, který může být aniontového, neiontového, amfoterního, amfolytického, kationtového nebo obojetného iontového typu, nebo může být směsí alespoň dvou detergentů jednoho nebo několika těchto typů. Výhodně bude tímto detergentem syntetický organický detergent aniontového nebo neiontového typu a často budou nejvýhodnější aniontové detergenty. Popisy mnoha takovýchto detergentů lze nalézt ve známé publikaci „Surface Active Agents and Detergents“, sv. II, str. 25 až 138, (Povrchově aktivní látky a detergenty) od Schwartze, Perryho a Berche, vydané nakladatelstvím Interscience Publishers, Inc. Takovéto sloučeniny jsou též popsány v publikaci od Johna W. McCutcheona „Detergents and Emulsifiers“ (Detergenty a emulgátory), vydané v roce 1973, a v následných ročních dodatcích tohoto titulu.

- Použitými aniontovými detergenty mohou být kterékoliv vhodné takovéto detergenty (nebo mýdla), avšak obvykle to budou sole alkalických kovů, jako je sodík nebo draslík, nebo amoniové nebo nižší alkanolamoniové sole, například triethanolaminové sole. Aniontovým detergentem může být síran, sulfonát, fosforečnan nebo fosfonát nebo sůl jiné vhodné detergentní kyseliny, avšak obvykle to bude síran nebo sulfonát, které je možno nazvat společným názvem „sulf(on)át“. Aniontové detergenty budou obsahovat lipofilní skupinu, která obvykle bude mít 10 až 18 atomů uhlíku, výhodně v přímém řetězci vyššího alkyly, avšak místo ní mohou být přítomny jiné lipofilní skupiny, výhodně obsahující 12 až 20 atomů uhlíku, jako je alkybenzen s rozvětveným řetězcem alkylové skupiny. V některých případech mohou aniontové detergenty obsahovat poly-níže alkoxy skupiny, jako v sulfátech ethoxylovaných vyšších mastných alkoholů, například v sulfátu triethoxylovaného laurylalkoholu. Obvykle bude počet ethoxy skupin v takovýchto detergentech v rozmezí od 1 do 30, výhodně od 1 do 10. Jako příklady vhodných aniontových detergentů je možno uvést: sulfonáty vyšších mastných alkoholů, jako je tridecylsulfonát sodný, lineární alkybenzensulfonáty, sodné, jako je lineární tridecylbenzensulfonát sodný, sulfonáty olefinů, sulfonáty parafinu a dioktysulfosukcináty. U většiny sytných detergentních prostředků podle vynálezu budou všechny z aniontových detergentů výhodně sodné sole, avšak u některých kapalných prostředků mohou být výhodnější draselné, amonné a triethanolamoniové sole. Obvykle bude detergent výhodně obsahovat lipofilní alkylovou část s 12 až 16 atomy uhlíku, často výhodně s 12 až 13 atomy uhlíku, a výhodně bude tato alkylová skupina lineární.

- Vhodnými neiontovými detergenty budou obvykle kondenzační produkty lipofilních sloučenin nebo jejich částí s nižšími alkylenoxidy nebo polyalkoxylovými částmi. Velmi výhodné lipofilní sloučeniny jsou vyšší mastné alkoholy s 10 až 18 atomy uhlíku, lze však použít též alkyfenoly, jako je oktylfenol a nonylfenol. Výhodným alkylenoxidem je ethylenoxid, a zpravidla budou na 1 mol lipofilní sloučeniny přítomny 3 až 30 molů ethylenoxidu, avšak některými těmito alkoxy skupinami mohou být propoxyskupiny a/nebo butoxyskupiny a/nebo isobutoxyskupiny.

U výhodných provedení detergentních prostředků podle vynálezu tj. u detergentních prostředků obsahujících nastavovadlo pro zlepšení detergentních vlastností syntetického organického detergentu nebo mýdla bude přítomno vhodné nastavovadlo v příslušném množství. Použití

nastavovadla mohou být anorganická nebo organická, vodorozpustná nebo nerozpustná ve vodě, nebo i směsi. Z látek, které mohou sloužit jako nastavovadlo, lze uvést vodorozpustné anorganické sole, zahrnující polyfosforečnany, například tripolyfosforečnan sodný, uhličitany, například uhličitan sodný, hydrogenuhličitany, například hydrogenuhličitan sodný, boritany, například borax, a křemičitany, například křemičitan sodný, ve vodě nerozpustná anorganická nastavovadla, zahrnující zeolity, například hydratovaný zeolit 4A, a vodorozpustná organická nastavovadla zahrnující citrany, glukonáty, NTA, a polyacetalkarboxyláty. V některých případech, například tam, kde je důležitý jemný účinek na lidskou pokožku nebo na choulostivé tkaniny, bude třeba se vyhnout alkalickým nastavovadlům a jiným „drsným“ nastavovadlům, a jindy opět nebudou přítomna žádná nastavovadla.

V detergentních prostředcích podle vynálezu mohou být přítomny různé přísady pro zlepšení některých vlastností těchto produktů. Tak například se může použít bentonitu jako změkčovadla tkanin, parfémy a barvítka se mohou přidat pro své estetické účinky, je možno použít činidel zabraňujících opětovnému usazování špíny, jako je sodná sůl karboxymethylcelulózy, a v tekutých prostředcích mohou být přítomna rozpouštědla a přídatná rozpouštědla. Z jiných přísad lze uvést fluorescenční zjasňovadla, antistatická činidla, antibakteriální činidla, fungicidy, pěnotvorné látky, látky proti pěnění, látky podporující roztékavost, suspenzní činidla, antioxidanty, činidla proti gelování, látky podporující uvolňování špíny, stabilizátory a enzymy.

Detergentní prostředky podle vynálezu mohou mít sypnou či práškovou podobu, mohou být v podobě tablet, kostek, tyčí, kapaliny, pasty, tobolky, listu, pěny nebo aerosolu nebo v jiné vhodné podobě, která se nejlépe hodí pro uvažovaný účel. Způsoby výroby produktů v takových podobách jsou známy z technologie výroby mýdel a detergentů a není třeba se zde o nich zmiňovat.

I když je možno aplikovat hmyz odpuzující N-cyklalkyl- a N-aryl- neoalkanamidy přímo na povrchy a předměty, které mají odpuzovat hmyz, je často výhodnější a též účinnější použít repelentní neoalkanamid v podobě kapalného roztoku, emulze nebo disperze, nebo jako sypný či práškový produkt. K přípravě takových roztoků se neoalkanamidy rozpustí ve vhodném rozpouštědle, jako je nižší alkohol, například ethanol, nebo ve vodně-alkoholickém prostředí. Je ovšem možno použít i jiných rozpouštědel, jako jsou uhlovodíky, estery, ketony, aldehydy a halogenované uhlovodíky. Z uhlovodíků a halogenovaných uhlovodíků lze uvést isobutan, jiné nižší uhlovodíky a chlorofluorované nižší uhlovodíky, jako jsou dichlorodifluoromethan, monofluorotrichlormethan a jiné chlorofluoromethany, -ethany a -propany. Takové sloučeniny zahrnují zkapalnitelné plyny, které se mohou udržovat ve zkapalněném stavu v tlakových výpustných nádobách pro pohotovou aplikaci jakožto spreje nebo v jiných vhodných formách, na místa, která se mají stát odpudivými pro hmyz. Neoalkanamidy podle vynálezu mohou být též ve vodné nebo jiné emulzi, jestliže se použije vhodného emulgátoru, hydrotropní nebo povrchově aktivní látky. Tyto neoalkanamidy mohou být též dispergovány v sypných nebo práškových inertních nebo aktivních materiálech. Z takových inertních materiálů lze jmenovat oxid křemičitý, uhličitán vápenatý, hlinku, pěnový polystyren, dřevné třísky a piliny. Neoalkanamidy mohou být též dispergovány v aktivních materiálech, jako jsou kuličky detergentního prostředku, bentonit (změkčovadlo tkanin) a kyselina boritá (jed na rusy a šváby).

Jiné způsoby použití repelentů hmyzu podle vynálezu, z nichž o některých zde již byla zmínka, zahrnují jejich vpracování do materiálů, které mají být použity v místech nebo blízko takových, které mají být chráněny před hmyzem. Tak je možno tyto repelenty zapracovat do papírů na poličky, tapet, tapetových lepidel, čalounů a koberců a do apretur na koberce. Mohou být formulovány v podlahových voscích, leštěnkách na nábytek, a v jiných prostředcích, které jsou určeny k nanášení na povrch míst, jež se mají ošetřit. Mohou být automaticky rozptylovány v určitých oblastech, jako jsou skladiště a obchodní domy, časovým spínačem řízenými rozstřikovači nebo jinými rozprašovači, a mohou být obnovitelně plněny do nádob, z nichž mohou být

odpařeny, jako jsou absorbéry a jiné schránky, které se mohou připevnit ke spodní straně vík nádob na odpady nebo se mohou ukrýt do na stěnách připevněných „odpařovačů“:

Detergentní prostředky podle vynálezu, včetně těch, které jsou vhodné pro mytí tvrdých povrchů, jako jsou podlahy, a též měkkých povrchů, jako jsou povrchy kobereců, prádla a vlasů, budou obsahovat hmyz odpuzující podíl N–cykloalkyl– nebo –arylneoalkanamidu nebo směsi těchto neoalkanamidů, postačující, aby na omytém povrchu ulpělo dostatečné množství neoalkanamidu po umytí detergentním prostředkem pro odpuzování hmyzu od tohoto povrchu, a takový detergentní prostředek bude rovněž obsahovat k vyčištění postačující podíl mýdla nebo syntetického organického detergentu nebo jejich vhodné směsi. Tímto neoalkanamidem je výhodně takový, u něhož cyklický substituent je aromatický, například fenyl nebo alkylfenyl, ale může to být též cyklohexyl, substituovaný cyklohexyl, cyklopentyl, cykloheptyl nebo alkyl nebo jiný jeho derivát. Jak již bylo uvedeno, bude cyklický substituent mít 5 až 9 atomů uhlíku a neoalkanoxylová část bude mít 5 až 8 atomů uhlíku, s celkovým obsahem atomů uhlíku v rozmezí od 11 do 14, s výjimkou pivalamidů (trimethylacetamidů), které by měly obsahovat alespoň 12 atomů uhlíku. Takové obsahy atomů uhlíku by měly platit pro čisté sloučeniny nebo být průměrné pro směsi neoalkanamidů.

U sypných nastavovaných detergentních prostředků na praní podle vynálezu bude účinnou detergentní složkou obvykle syntetický organický detergent vybraný ze skupiny sestávající z aniontových, neiontových, amfoterních, amfolytických a obojetných iontových detergentů a jejich směsí, a nastavovadlem bude vodorozpustné anorganické nebo organické nastavovadlo nebo ve vodě nerozpustné anorganické nastavovadlo. Poměrná množství syntetického organického detergentu (detergentů), nastavovadla (nastavovadel) a neoalkanamidu (neoalkanamidů) k vytvoření účinného hmyz odpuzujícího sypného syntetického organického detergentního prostředku bude ve jmenovaném pořadí 1 nebo 5 až 35 % hmotn., 10 až 90 % hmotn. a 0,2 až 10 % hmotn.. Výhodné prostředky tohoto typu budou obsahovat syntetický organický detergent ze skupiny sestávající z aniontových a neiontových detergentů a jejich směsí, mohou obsahovat jako plnivo vodorozpustné sole, například síran sodný, a budou obsahovat N–aryl– nebo N–cykloalkyl–neoheptanamid, jako je N–fenylneoheptanamid nebo N–(3–methylfenyl)–neoheptanamid nebo jejich směs. Poměrná množství těchto složek pro nejlepší účinek v prostředcích pro čištění podlah a v jiných čisticích prostředcích tvrdých povrchů často budou 1 až 30 % hmotn. syntetického organického detergentu, 10 až 50 % hmotn. nastavovadla, 0 až 50 % hmotn. plniva a 0,2 až 10 % hmotn. repelentu.

Při výrobě kapalných detergentů obsahujících hmyz odpuzující neoalkanamid (neoalkanamidy) je možno použít těchto složek spolu s kapalným prostředím, avšak detergent výhodně bude nemýdlový. Někdy se použije běžný emulgátor, jako je Emcol firmy Witco Chemical Co., Inc., v emulgujícím množství. Též mohou být popřípadě přítomny hydrotropní látky, jako je toluensulfát sodný, a jiné funkční a estetické přísady, jako se používají v kapalných detergentních prostředcích, a/nebo plniva. V nastavovaných tekutých detergentech bude obsah syntetického organického detergentu v rozmezí od 2 do 25 % hmotn., obsah nastavovadla bude v rozmezí od 5 do 40 % hmotn., obsah neoalkanamidu v rozmezí od 0,2 do 10 % hmotn. a obsah kapalného prostředí, s výhodou vodného, v rozmezí od 40 do 90 % hmotn. Zejména pak budou nastavované tekuté detergentní prostředky podle vynálezu obsahovat 3 až 20 % hmotn. syntetického organického detergentu, který bude aniontový a/nebo neiontový, 10 až 30 % hmotn. nastavovadla (sole či solí) pro takovýto detergent, které může být vodorozpustné, jako je pyrofosforečnan draselný, uhličitan sodný nebo polyacetalkarboxylát sodný, a/nebo nerozpustné ve vodě, jako je zeolit sodný, 0 až 20 % hmotn. vodorozpustné sole jakožto plnivo, například síranu sodného, 0,5 až 5 % hmotn. alespoň jednoho z výše uvedených N–aromatickou nebo –cykloalkylovou skupinou substituovaných neoheptanamidů nebo jiného vhodného neoalkanamidu podle vynálezu a 50 až 90 % hmotn. vody, s výhodou deionizované vody.

Má-li se připravit hmyz odpuzující šampon pro použití na čalounění, pokrývky a koberce, může tento zahrnovat 1 až 35 % hmotn., výhodně 5 až 20 % hmotn., detergentu ze skupiny zahrnující vodorozpuštěné mýdlo (mýdla) a syntetický organický detergent (detergenty), 0 až 40 % hmotn. nastavovadla pro mýdlo a/nebo detergent, často výhodně 0 %, a 0,2 až 10 % hmotn. N-aryl-
 5 nebo N-cykloalkyl-neoalkanamidu, s výhodou 0,5 až 5 % hmotn., přičemž tyto všechny látky jsou výše uvedených typů, v kapalném prostředí, s výhodou vodném, jehož procentový podíl je v rozmezí 40 až 90 % hmotn., s výhodou 70 až 90 %, přičemž voda činí 50 až 90 % hmotn. prostředku, s výhodou 70 až 90 %. Alternativně může mít šampon podobu gelu, pasty nebo prášku.

Mají-li se repelenty podle vynálezu používat v šamponech na mytí vlasů na hlavě a určených k tomu, aby se vlasy staly odpudivými pro hmyz, budou výhodně obsahovat 2 až 25 % hmotn. mýdla a/nebo výše popsaného syntetického organického detergentu (detergentů) a 0,2 až 10 % hmotn. N-aryl- nebo N-cykloalkyl- neoalkanamidu ve vodném prostředí, jako například 40 až
 15 90 % hmotn. vody, s výhodou deionizované. Vodné prostředí může obsahovat až polovinu pomocného rozpouštědla, jako je nižší alkanol, například ethanol, nebo glykol, avšak obvykle bude procentový podíl takového pomocného rozpouštědla omezen na 5 až 20 % hmotn. výsledného produktu. U výhodnějších provedení šamponů na vlasy budou šampony obsahovat 5 až 22 % syntetického organického detergentu, 0 až 20 % vodorozpuštěné sole jakožto plnivo, 0,5 až 5 %
 20 N-aryl- nebo N-cykloalkyl-neoalkanamidu nebo jejich směsi, výhodně N-fenyl-neoheptanamidu, N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu nebo N-(4-methylfenyl)-neoheptanamidu, z nichž první je nejvýhodnější, a 50 až 90 % hmotn. vody, s výhodou deionizované.

Hmyz odpuzující detergentní produkty je možno vyrábět též v podobě kostek nebo tyčí nebo
 25 jiných tvarů, kterých je možno použít k mytí osob, zvířat, praní prádla, pokrývek, koberců, a/nebo k omývání tvrdých povrchů, jako jsou stěny a podlahy, aby se staly odpudivými pro hmyz. Takové produkty mohou zahrnovat neoalkanamid s cyklickým substituentem na atomu dusíku, kde „cyklický“ znamená jak arylový, tak cykloalkylový substituent, jakožto repelent s mýdlem a/nebo syntetickým organickým detergentem nebo mohou též obsahovat nastavovadla,
 30 plniva a jiné přísady, jak byly v předchozím uvedeny. Poměrné množství neoalkanamidu s N-cyklickým substituentem v takovýchto výrobcích bude obvykle v rozmezí od 0,2 do 10 % hmotn. a množství čisticích složek bude od 15 do 95 % hmotn.. V takových tyčích bude obsah vlhkosti obvykle v rozmezí od 2 do 20 % hmotn. a zbytek budou tvořit nastavovadlo (nastavovadla) a/nebo plnivo (plniva) a/nebo přísada (přísady), budou-li přítomny. Obvykle bude celkový obsah
 35 přísady (přísad) v různých detergentních produktech v rozmezí od 0,5 do 20 % hmotn., přičemž obsah jednotlivých přísad bude ve většině případů v rozmezí od 0,1 do 5 % hmotn.

Jednotlivé výše popsané detergentní prostředky se připravují známými postupy, které není třeba zde blíže popisovat. Tyto přísady zahrnují sušení rozstříkáváním, mísení za sucha, sprejovou
 40 aplikaci a/nebo pokrývání, aglomerování, postupné rozpouštění a/nebo dispergování a/nebo emulgování, mletí, lisování v tyče a jiné tvary.

Jestliže se repelent podle vynálezu má rozstříkovat nebo aplikovat v nosiči, jako je kapalný nebo sypný materiál nebo prostředí, bude jeho koncentrace v tomto materiálu odpovídat množství
 45 účinnému pro odpuzování hmyzu, tak, že při aplikaci na povrch předmětu, který se má ošetřit nebo do jeho vnitřku nebo jiné části stříkáním, poprášením, vtíráním, litím, nanášením nebo jiným postupem, bude se repelent nanášet v takovém množství, že bude účinný pro odpuzování hmyzu nebo určitého typu hmyzu, takže se takový hmyz bude vyhýbat ošetřenému místu. Toto odpuzování je způsobeno tím, že hmyz váhá se dotknout repelentu, a též do jisté míry i
 50 odpuzovacím účinkem par repelentu, který je alespoň částečně těkavý, ačkoliv účinek může trvat až měsíc nebo i déle, je-li aplikován obvyklým způsobem při použití aplikačních koncentrací, jak byly výše uvedeny. Výdržnost repelentu je možno prodloužit tím, že se formuluje s méně těkavým nosičem, jako je parafinový vosk nebo petrolátum, a při takovém formulování může být žádoucí zvýšit množství obsaženého neoalkanamidu s N-cyklickým substituentem, ve výše

uvedeném rozmezí, aby bylo zjištěno, že vytěkané množství bude dostačující k účinnému odpuzování hmyzu. Výdržnost repelentní schopnosti lze prodloužit též tím, že se repelent zapracuje dovnitř předmětu, jako je například matrace nebo absorpční houba, spíše než aby se nanesl pouze na povrch, který je vystaven vzduchu a i zde může být žádoucí použít repelent ve větším množství.

Koncentrace repelentní sloučeniny (sloučenin) v kapalném prostředí, jako je vodné, v němž je možno použít též dispergačního činidla nebo emulgátoru, bude často v rozmezí od 0,5 do 10 %, například asi 1 % nebo 5 %, pro odpuzování rusů a švábů. Kapalným prostředím může být voda, nižší alkanol, jako je ethanol, nižší keton, jako je aceton, nižší uhlovodík, jako je isobutan, cyklopropan nebo jejich směs, nebo halogenovaný nižší uhlovodík, jako jsou chlorofluorované, fluorované nebo chlorované nižší uhlovodíky, například propelenty 11 a 12. Jednotlivé uvedené „nižší“ sloučeniny mají 1 až 4 atomy uhlíku v molekule, výhodně 1 nebo 2 atomy uhlíku, a ty, které jsou za normálních podmínek v plynném stavu, jsou pod dostatečně vysokým tlakem, aby se udržovaly v kapalném stavu.

Podobné koncentrace mohou mít repelenty podle vynálezu v práškových nebo sypných nosičích. Tak se neoalkanamidy podle vynálezu mohou aplikovat, například stříkáním kapiček na práškový uhličitán vápenatý, oxid křemičitý, hliniku nebo kyselinu boritou, na zrna těchto materiálů nebo na částice detergentního prostředku nebo na kuličky syntetického organického polymeru, majícího průměr částic výhodně od 125 mikronů do 2,4 mm, v koncentracích v rozmezí od 0,2 do 10 nebo 25 % hmotn., s výhodou od 0,5 do 5 nebo 10 %, pro repelentní účinek na rusy a šváby.

Při postupech za účelem odpuzování hmyzu nebo ošetření předmětů, při nichž se používá repelentů podle vynálezu, budou tyto obvykle aplikovány na povrchy, které se mají ošetřit, v takových koncentracích, že po ošetření zůstane na ošetřených površích zpočátku 0,002 až 100 g.m⁻², přičemž aplikační množství činí výhodně 0,01, 0,1 nebo 0,2 až 5 nebo 10 g.m⁻², zejména pak 0,5 až 2 g.m⁻², například 1 g.m⁻² pro co nejúčinnější působení na šváby a rusy. Koncentrace vně těchto mezí mohou někdy vykazovat i alespoň částečnou účinnost. Jestliže repelent se nachází v detergentním prostředku, který se používá ve vodném pracím prostředí, jako je voda, bude prací voda obvykle obsahovat 0,05 až 5 nebo 10 % hmotn. detergentního prostředku, avšak při některých použití, jako je mytí vlasů nebo čištění pokrývek či koberců pěnovými prostředky, může být koncentrace vyšší, někdy až 25 % hmotn.

Jestliže repelenty jsou vpracovány do jiných prostředí či prostředků, jako jsou vosky nebo leštěnky na nábytek, budou jejich koncentrace obvykle v těchto mezích jako u detergentních prostředků, avšak mohou být popřípadě i vyšší, v některých případech až i 25 % hmotn.

Repelenty podle vynálezu mají různé výrazné výhody oproti různým jiným dostupným repelentním materiálům. Podobně jako neoalkanamidy substituované na atomu dusíku nižším alkylem jsou prakticky netoxické a proto nejsou nebezpečné dětem ani domácím zvířatům chovaným pro potěšení, která by mohla po jejich aplikaci s nimi přijít do styku. Jsou příjemně aromatické a proto obvykle nenarušují nepříznivě vůni prostředků, do nichž jsou formulovány. Jsou prakticky bezbarvé a lze jich proto použít v detergencích, šamponech, leštěnkách, sprejích a různých přípravcích a prostředcích, v nichž by ovlivnění barvy nebylo přijatelné. Jsou účinné jak coby dotykové, tak i výparové repelenty a předčí svým odpudivým účinkem různé komerční repelenty hmyzu, zejména pokud jde o účinek vůči švábům a rusům, kteří jsou považováni za nejobtížnější zvládnutelný hmyz v domácnosti. Repelenty podle vynálezu mají dlouhodobý účinek, jak bylo prokázáno pokusy, při nichž některé z nich, zejména N-fenylneoheptanamid, účinně odpuzovaly šváby a rusy po dobu delší než tři týdny při místní aplikaci. Jsou též považovány za účinné repelenty komárů (*Anopheles quadrimaculatus* a *Aedes aegypti*). Jsou dostatečně stálé, jsou schopné si udržovat svou odpudivost vůči hmyzu přesto, že jsou vpracovány do různých mýdlových, detergentních, leštících, voskových, insekticidních, kosmetických a povlakových prostředků v kapalném, pastovitém, gelovitém, pěnovém, práškovém, zrnitém nebo

tuhé tyčové podobě nebo ve vodných nebo jiných rozpouštědlových roztocích, emulzích nebo disperzích, a lpí velmi dobře k povrchům, na něž jsou aplikovány z takových prostředků.

Doposud provedené zkoušky přesvědčivě prokázaly, že jednotliví zástupci nových neoalkanamidů substituovaných na atomu dusíku cyklickým substituentem předčí dosavadní známé repelenty hmyzu, přičemž jsou účinné zejména proti hojně rozšířenému domácímu hmyzu, rusům a švábům, a výsledky hodnocení účinku těchto sloučenin naznačují, že budou účinnými repelenty i jiných druhů hmyzu, jako jsou mouchy, blechy, vši, komáři, včely, vosy, sršně, mravenci, brouci a jiní švábovití, například šváb americký, a proti pavoukovitým, jako jsou pavouci, klíšťata a roztoči. Protože až dosud zjištěné údaje o neoheptanamidech substituovaných na dusíku cyklickým substituentem jsou velmi kompletní a přesvědčivé, pokud jde o vynikající repelentní účinnost těchto neoalkanamidů s cyklickým substituentem na atomu dusíku proti rusům a švábům, a protože tyto údaje byly získány kontrolovanými testy provedenými v souvislosti s entomologickým výzkumem na význačné universitě, budou tyto údaje tvořit primární výsledky pokusů s odpuzováním hmyzu, které jsou popsány v dále uvedených příkladech.

Tyto příklady vynález blíže objasňují, aniž by však ten byl na ně omezen. Pokud není jinak uvedeno, jsou všechny v nich uvedené díly hmotnostní a všechny teploty jsou uvedeny ve stupních Celsia.

Příklady provedení vynálezu

25 Příklad 1

N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid se připraví reakcí m-toluidinu s neoheptanoylchloridem, který lze připravit reakcí neoheptankyseliny s chloridem fosforitým PCl_3 , ve skleněné baňce opatřené míchadlem, teploměrem a kapací nálevkou a spojené s chladičem, opatřeným sušicí 30 trubicí Drierite. Baňka se vloží do lázně s ledem, načež se do ní vnese 90,8 g m-toluidinu a 85,7 g triethylaminu, kterým se odstraňuje z reakční směsi vznikající chlorovodík. Pak se do baňky přikape za míchání 109,8 g neoheptanoylchloridu, například výrobku firmy Pennwalt's Lucidol Div., s mezipřídavky 300 ml dávek destilované vody (po 30 minutách) a hexanu (po 35 dalších 5 minutách). Odebrané vzorky se podrobí IČ absorpční analýze na obsah chloridu kyseliny a po 75 minutách, když už bylo přidáno celé množství neoheptanoylchloridu a v reakční směsi už nezůstal žádný chlorid kyseliny, se reakce pokládá za úplnou a míchání se přeruší. Pak se teplota reakční směsi nechá vystoupit na teplotu místnosti a reakční směs se přidáním dalších 300 ml hexanu přenesse do 6 litrové dělicí nálevky a dvakrát promyje zředěným vodným roztokem kyseliny chlorovodíkové na pH 6,5 pro oddělení vzniklého N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu od triethylaminchloridu, načež se hexanová vrstva z nálevky vypustí a rozpouštědlo 40 se odpaří. Produkt se pak rozpustí ve 300 ml methanolu (přibližně minimální množství potřebné pro rozpuštění) a k roztoku se za míchání přidají 2 litry studené destilované vody, čímž se vyloučí tuhý N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid, který se odfiltruje a vysuší za sníženého tlaku. Produkt se získá v 68% výtěžku. Po překrystalování je jeho teplota tání v rozmezí 62 až 64 °C. Jeho IČ transmisní spektrum je na obr. 2.

N-fenyl-neoheptanamid o teplotě tání 64 až 65 °C se připraví stejným postupem, jak je výše popsán, avšak místo 90,8 g (0,85 molu) m-toluidinu se použije 79 g (0,85 molu) anilinu. Produkt, N-fenyl-neoheptanamid, je možno získat v asi 70% výtěžku (lze předpokládat, že výtěžky 50 se přiblíží 90 %, jak se postup bude dále zdokonalovat), přičemž jeho čistota je alespoň 95% (je možno dosáhnout čistoty 99%, avšak obvykle jsou s tím spojeny příliš vysoké náklady) podobně jako čistota N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu, jehož příprava je popsána výše. IČ spektrogram produktu je na obr. 1.

Reakcemi, jako jsou výše v tento příkladu popsané reakce neoheptanoylchloridu, se připraví jiné neoalkanamidy s cyklickým substituentem na atomu dusíku, zahrnující N-fenylneoheptanamid, N-fenyl-neooctanamid, N-cyklohexyl-neohexanamid, N-cyklohexyl-neoheptanamid, N-(3,5-dimethyl)cyklohexylpivalamid, N-(3-methylfenyl)-pivalamid, N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid, N-(3-ethylfenyl)-pivalamid a N-(3,5-dimethylfenyl)-pival, za použití ekvivalentních molárních množství příslušně cyklickými substituenty substituovaných primárních aminů, triethylaminu a neoalkanoylchloridů. Produkty se získají v prakticky stejných hodnotách výtěžků a v podstatě v téže čistotě jako výše uvedené N-fenyl-neoheptanamid a N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid.

Příklad 2

V tomto příkladu se připraví sloučeniny, jejichž způsoby výroby jsou popsány v příkladu 1, avšak výchozími látkami, které jsou zdrojem neoalkanoylových částí, jsou místo chloridů kyselin příslušné neoalkankyseliny, a nepoužívá se triethylaminu. Při těchto postupech, při nichž se neoalkankyseliny nechají reagovat a přibližně 10% nadbytkem, vzhledem ke stechiometricky potřebnému množství, aminů substituovaných cyklickým substituentem, se reakce vhodně provádí v uzavřené soustavě a reakční baňka je opatřena topným pláštěm, magnetickým míchadlem, přívodem plynného dusíku zavádějícím dusík pod hladinu reakční směsi a teploměrem s termostatem regulujícím teplotu reakční směsi, jež se udržuje na přibližně 240 °C po dobu asi 5 hodin. Reakční produkty se pak izolují a promývají a rozpouštědlo se od nich oddělí stejným postupem jako v příkladu 1. IČ spektrogramy produktů jsou obdobné IČ spektrogramům příslušných sloučenin z příkladu 1.

Příklad 3

N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid, vyrobený z neoheptanoylchloridu postupem z příkladu 1, byl testován na odpudivost vůči švábům. V testu bylo použito 50 sameček švába; tento test se provádí podle upravené metody popsané Goodhueem a Tissolem v časopise J. Econ. Entomol., 45, str. 133-134 (1952). Při tomto upraveném postupu byly 2 ml 1% roztoku N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu nanášeny na celý vnitřní povrch (188 cm²) nenavoskovaného Dixie kelímku na zmrzlinu o objemu 237 ml, s dvěma otvory o průměru 1,5 cm vyříznutými v okraji na protilehlých stranách, čímž byl nanášen přibližně 1 g.m⁻² neoalkanamidu s cyklickým substituentem na atomu dusíku. Kontrolní kelímek byl ošetřen pouze acetonem a oba kelímky pak byly sušeny 1 hodinu v digestoři. Poté byly oba kelímky, pokusný a kontrolní, umístěny na opačné strany pokusné klece z plastické hmoty o rozměrech 51 x 28 x 20 cm, v níž byly švábi aklimatizováni předchozím dvoudenním pobytem. Jídlo a voda byly švábům k dispozici uprostřed mezi kelímky. Postranní stěny nádobek byly opatřeny povlakem tetrafluorému, aby se švábům zabránilo po nich lézt. Testovací zařízení bylo vystaveno střídavě po 12 hodin světla a 12 hodin tmě při teplotě 27 °C a uprostřed každé fotofáze byl stanoven počet švábů odpočívajících na vnitřních stěnách každého kelímku, načež byli švábi vyrušeni a polohy obou kelímků byly vzájemně zaměněny. Test pokračoval po dobu 25 dnů nebo tak dlouho, až v obou kelímcích byl shledán stejný počet švábů. Analýzou byl stanoven počet dnů s 90% účinností, devětkrát tolik švábů v neošetřeném kelímku než v ošetřeném, což bylo považováno za standard pro úspěšné odpuzování. Čím více dnů s 90% nebo vyšší odpudivostí, tím účinnější je repelent. V tomto testu získal N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid hodnocení 25 (dnů s 90% nebo delší účinností) proti samečkům švába (rusa domácího - *Blattella germanica*). Obdobné výsledky byly též získány s N-fenyl-neoheptanamidem s vyhodnocením 24,8. Oba tyto neoalkanamidy s cyklickým substituentem na atomu dusíku odpuzují rovněž švába amerického a různý jiný hmyz a pavouky jakož i komáry, bzučivky, mravence všekaze a klíšťata. Při jiném testu s N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidem na účinnost při odpuzování hmyzu bylo hodnocení nižší než 25 dnů, takže N-fenyl-neoheptanamid může být považován za účinnější z těchto dvou repelentů.

Ostatní neoalkanamidy s cyklickým substituentem na atomu dusíku, uvedené v příkladech 1 a 2, rovněž odpuzující rasy a šváby, jak je možno prokázat popsány laboratorními testy. Co je ještě důležitější, je skutečnost, že všechny jsou repelenty hmyzu, což je překvapující, protože u všech N-substituovaných neoalkanamidů, dosud známých jako repelenty hmyzu, neměl substituent cyklickou nebo aromatickou strukturu, a panoval názor, že tyto neoalkanamidy musí být v kapalném stavu za normálních podmínek, aby odpuzovaly hmyz. Dále je překvapující, že neoalkanamidy podle vynálezu s cyklickým substituentem na atomu dusíku, poměrně úzkým rozmezím celkového počtu atomů uhlíku a s určitou molekulovou stavbou jsou účinné, zatímco neoalkanamidy s celkovým počtem atomů uhlíku vně tohoto rozmezí a s jinou stavbou, v poloze ortho, arylového substituentu nemají odpuzující účinek na hmyz.

Při popsáním testech se získají stejné výsledky, ať jsou repelenty připraveny postupem přímé kondenzace, z neoalkankyselin nebo z neoalkanoylchloridů.

Místo, aby se repelenty aplikovaly na pokusné povrchy v acetonovém roztoku, mohou se na ně nastříkat v podobě aerosolu nebo tlakových sprejů ve směsi (50:50) isobutanu s cyklobutanem nebo ve směsi (60:40) Freonu 12 s Freonem 11 (dichlordifluormethan a trichlomonofluormethan), nebo v jiných rozpouštědlech pod tlakem. Místo, aby se použilo 1% roztoků, jako je tomu u testů uvedených dříve v tomto příkladu, je často možno použít koncentrací v rozmezí od 0,5 do 30 %, což do určité míry závisí na rozpustnosti repelentu v použitém rozpouštědlovém systému, například 15 % ve směsi Freonů, 20 % v uhlovodíkovém systému, 5 % v ethanolu a 25 % v methylethylketonu. Též je možno použít vodných systémů, výhodně s emulgátory nebo vhodnými povrchově aktivními látkami, aby udržovaly repelent v homogenní suspenzi v podobě koloidních kapiček, přičemž jejich koncentrace je obvykle poněkud nižší než u roztoků v organických rozpouštědlech, například 3 %, 5 % a 7 %. Všechny takovéto kapalně systémy se mohou aplikovat pomocí hadříků, podušek, ze sprejových plechovek s tryskami; též je možno použít gelů nebo past, a nanášení může být na pokusné povrchy nebo na skutečná místa, oblasti a předměty, od nichž se má hmyz a pavouci odpuzovat.

Při testech v praxi na skutečných kuchyňských podlahách, stolech, mycích stolech a stěnách, a v kuchyňských skříňkách, myčkách nádobí a pod chladničkami, ve šváby a rasy zamořených bytech, bude se na površích, na něž nebo blízko nichž byly repelenty podle vynálezu aplikovány, nacházet výrazně nižší počet tohoto hmyzu, než na kontrolních površích, a méně švábů a rusů se bude vyskytovat na dnech a políčkách skříněk na nádobí, když jejich stěny budou ošetřeny repelenty podle vynálezu, zejména, bude-li tímto repelentem N-fenyl-neoheptanamid, N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid nebo jejich 50:50 směs, což naznačuje, že tyto repelenty jsou účinné i v parní fázi, nejen při dotyku. Jestliže podlahy, stěny, stoly, výlevky, skříňky, nářadí, okna, dveře, rohožky a koberce v domě nebo bytě jsou ošetřeny výhodnými představiteli repelentů podle vynálezu, například N-fenyl-neoheptanamidem a/nebo N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidem, zmenší se výskyt zamoření šváby a rasy v porovnání s kontrolními byty, kde není repelent aplikován. Avšak následkem původní přítomnosti tohoto hmyzu v zamořené oblasti může jeho zvládnutí trvat až týden, měsíc nebo i déle a někdy může vyžadovat několikerou aplikaci repelentu. V některých případech se aplikační množství vhodně zvýší až na 10 g.m^{-2} , avšak jindy může klesnout až na $0,01 \text{ g.m}^{-2}$ nebo i méně. Je samozřejmé, že se obvykle dosáhne lepších výsledků s větším aplikačním množstvím.

Příklad 4

N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid, rozpuštěný ve vhodné koncentraci, například 10%, v acetonu, se aplikuje na bavlněnou punčochu tak, že 1 g neoalkanamidu připadne na 280 cm^2 punčochy. Po dvou hodinách od ošetření punčochy, přičemž během této doby se aceton odpaří, se punčocha přetáhne přes předtím na lidskou paži navléknutou nylonovou punčochu a takto

5 pokrytá paže se vsune do klece s dospělci komára, typu, který DEET účinně odpuzuje. Dva takovéto druhy komára jsou *Aedes aegypti* a *Anopheles quadrimaculatus*. Jestliže během jedné minuty, po níž je paže komárům vystavena, ji skrz punčochu poštipne méně než 5 komárů, test se po 24 hodinách opakuje, a jestliže i pak paži poštipne méně než 5 komárů, test se následně opakuje každý týden tak dlouho, až během jednominutového vystavení paže dojde k pěti štípnutím. Míra odpudivosti testované sloučeniny nebo prostředku se hodnotí podle počtu dní, uplynulých od aplikování chemikálie na punčochu do dne, kdy během jednominutového vystavení paže ji poštipne pět komárů. Popsaný test je výběrovým testem ústavu Agricultural Research Service (U.S.D.A.) a je používán výzkumnou laboratoří U.S.D.A. Insect Affecting Man and Animals Research Laboratory v Gainesville, Florida.

15 Při výše popsaném testu zaměřeném na komára *Aedes aegypti* získal DEET hodnocení 22 a N-methyl-neodekanamid (MNDA), standardní sloučenina pro N-nížejší alkyl-neoalkanamidy, hodnocení 15, a když byl testovaným komárem *Anopheles quadrimaculatus*, byla hodnocení 29 a 36. Neoalkanamidy podle vynálezu s cyklickým substituentem na atomu dusíku, jako je N-fenyl-neoheptanamid a N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid, se považují za přibližně rovnocenné DEET a MNDA standardům při odpuzování komárů, jak možno určit popsáním testem.

20 Při skutečném použití na lidském těle, na něž jsou aplikovány v podobě roztoku ve vhodném rozpouštědle, ve vodičce na pokožku nebo krému, nebo v aerosolovém spreji, budou neoheptanamidy s cyklickým substituentem na atomu dusíku přibližně ekvivalentní DEET, poskytující alespoň jednodinovou ochranu proti komárům *Aedes aegypti* a *Anopheles quadrimaculatus*, jestliže budou aplikovány na předloktí v množství 0,3 g. Podobných výsledků lze dosáhnout s jinými neoalkanamidy s cyklickým substituentem na atomu dusíku, jak jsou uvedeny v příkladech 1 a 2.

Příklad 5 (nastavovaný sypný detergent)

	Složka	obsah (v % hmotn.)
30	lineární tridecylbenzensulfonát sodný	20,0
	tripolyfosforečnan sodný	40,0
	uhličitan sodný	10,0
	hydrogenuhličitan sodný	10,0
	borax	5,0
	směs enzymů (proteolytický + amylolytický v práškovém nosiči)	1,0
	natriumkarboxymethylcelulóza	0,5
	fluorescentní zjasňovač	1,0
	N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid	2,0
	voda	<u>10,5</u>
		100,0

35 Všechny složky detergentního prostředku s výjimkou práškové směsi enzymů a repelentu se spolu promísí v míchačce za vzniku suspenze, která se rozstříkáním vysuší; tím vzniknou duté kuličky o velikosti v rozmezí od č. 10 do č. 100 řady sítí US. Pak se prášková směs enzymů promísí s dutými kuličkami a na vzniklou směs se stříká roztavený repelent, zatímco se tato převrací v mísicím bubnu, za vzniku homogenního prostředku. N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid může být nahrazen N-fenyl-neoheptanamidem nebo jinými z výše uvedených neoalkanamidů podle vynálezu s cyklickým substituentem na atomu dusíku, a získá se detergentní prostředek obsahující repelent, který dokáže udělit vypranému prádlu hmyz odpuzující vlastnosti.

40 Těž je možno zvýšit poměrné množství aktivního repelentu například na 4 %, aby se zvýšila odpudivost pro hmyz.

Příklad 6 (čisticí prostředek na podlahy)

složka	obsah (v % hmotn.)
lineární C ₁₂₋₁₄ alkylbenzenusulfonát sodný	10,0
tripolyfosforečnan sodný	40,0
uhličitan sodný	20,0
bezvodý síran sodný	27,0
N-fenyl-neoheptanamid	<u>3,0</u>
	100,0

- 5 Práškový detergent, nastavovadlo a plnivo se spolu promísí a za míchání se na práškovou směs nastříká tavenina N-fenyl-neoheptanamidu.

10 Výsledná prášková směs se rozpustí ve vodě a roztok se používá na mytí linolea, podlah z vinylových a keramických dlaždic v místech, kde byli pozorováno rusi nebo švábi. Po opakovaném mytí bez opláchnutí po dobu jednoho měsíce je v téměř všech případech počet zpozorovaných rusů a švábů výrazně menší a v mnoha případech už nejsou spatřeni žádní. Když se však toto opakované ošetření přeruší, švábi a rusi se často znovu objeví. V případě, že se čisticí prostředek s podlahy spláchne, lze pozorovat odpudivost v jisté, avšak snížené míře. Obdobných výsledků se dosáhne, když se N-fenyl-neoheptanamid v čisticím prostředku nahradí N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidem nebo když se použije ve směsi s ním nebo s N-methyl-neoheptanamidem, přičemž se použije přibližně stejných množství každého z těchto repelentů.

15 Rovněž lze dosáhnout podobných výsledků, když se použije jiných neoalkanamidů podle vynálezu, substituovaných cyklickým substituentem na atomu dusíku, a když se jejich množství pohybuje v uvedeném rozmezí od 0,2 do 10 % hmotn., takže množství repelentu, aplikované na

20 ošetřených povrch, je v rozmezí od 0,002 do 10 g.m⁻², přičemž výhodně je v rozmezí od 0,2 do 10 g.m⁻².

Příklad 7 (čisticí prostředek na drhnutí)

Složka	obsah (v % hmotn.)
Silex (jemně práškový oxid křemičitý)	97,5
lineární dodecylbenzensulfonát sodný	2,0
N-fenyl-neoheptanamid	<u>0,5</u>
	100,0

Příklad 8 (nastavovaný tekutý detergentní prostředek pro všeobecné použití)

složka	obsah (v % hmotn.)
neiontový detergent ^{*)}	1,0
lineární dodecylbenzensulfonát sodný	2,0
kumensulfonát sodný	5,0
uhličitan sodný	5,0
hydrogenuhličitan sodný	1,0
fluorescenční zjasňovadlo	0,02
barvítka	0,01

Příklad 8 - pokračování

N-fenyl-neoheptanamid a/nebo	1,0
N-(3-methylfenyl)-neoheptanamid	
voda (deionizovaná)	<u>84,97</u>
	100,0

- 5 ^{*)} Kondenzační produkt směsi 1 molu vyšších mastných alkoholů s průměrným počtem atomů uhlíku 10, s 5 moly ethylenoxidu.

Příklad 9 (čisticí prostředek na koberce)

Složka	obsah (v % hmotn.)
10 sodná sůl laur-(monoethanol)amidsulfosukcinátu	30,0
směs lipolytického, proteolytického a amylolytického enzymu	2,0
tripolyfosforečnan sodný	20,0
hexametafosforečnan sodný	5,0
monofosforečnan sodný	3,5
hydrogenuhličitan sodný	20,0
močovina	8,0
Micro-Cel ^{*)}	10,0
N-fenyl-neoheptanamid	<u>1,5</u>
	100,0

^{*)} Jemně práškový hydratovaný syntetický křemičitan vápenatý (výrobek firmy Johns-Manville Products Corp.)

- 15 Tento produkt se před použitím ředí vodou v poměru 1 : 30. Množství 100 g postačí k vyčištění přibližně 10 m² špinavého koberce.

Příklad 10 (čisticí prostředek na čalounění)

složka	obsah (v % hmotn.)
20 Sulframin OBS ^{*)}	10,0
vodný amoniak (28 %)	30,0
voda	58,5
N-fenyl-neoheptanamid	<u>1,5</u>
	100,0

^{*)} Lineární kyselina alkylarylsulfonová (výrobek firmy Witco Chemical Corp.)

- 25 Před použitím se tento čisticí prostředek na čalounění smísí v objemovém poměru 1 : 3 se Standardovým rozpouštědlem.

Příklad 11 (šampon na vlasy)

složka	obsah (v % hmotn.)
monoglyceridsulfát amonný	22,0
hydroxypropylmethylcelulóza	1,0
polyakrylamid	1,0
N-fenyl-neoheptanamid	1,0
deionizovaná voda	<u>75,0</u>
	100,0

5

Příklad 12 (pleťový krém)

složka	množství
žlutý ceresinový vosk	0,056 kg
žlutý včelí vosk	0,056 kg
kyselina stearová	0,056 kg
bílý petrolatum	0,11 kg
bílý vazelinový olej	0,23 kg
voda	0,17 kg
borax	0,008 kg
triethanolamin	0,014 kg

- 10 Směs ceresinu, včelího vosku, petrolata, kyseliny stearové a bílého vazelinového oleje se roztaví zahříváním na teplotu 71 °C. Borax se rozpustí v horké vodě a k roztoku se přidá triethanolamin, přičemž se teplota zvýší na 71 °C. Tento vodný roztok se za míchání přilije k roztavené směsi vosků, načež se směs přestane zahřívat, ale v míchání se pokračuje. Když směs začne houstnout, přidá se k ní 10 gramů N-fenyl-neoheptanamidu nebo N-(3-methylfenyl)-neoheptanamidu
- 15 nebo 5 gramů každého z těchto neoalkanamidů.

Příklad 13 (omývací vodička na tělo)

Složka	hmotn. díly
20 glycerylmonostearát	50,0
kyselina olejová	30,0
minerální olej	15,0
Lanolin	10,0
triethanolamid	12,0
laurylsulfát sodný	10,0
konzervační přísada	10,0
deionizovaná voda	980,0
N-fenyl-neoheptanamid	12,0

Příklad 14 (tyčové mýdlo)

složka	obsah (v % hmotn.)
25 hobliny mýdla na bázi vyšších mastných kyselin ^{*)}	88,0
N-fenyl-neoheptanamid	1,0

Příklad 14 - pokračování

oxid titaničitý	1,0
konzervační přísada (chlorid cíničitý)	0,2
Voda	<u>9,8</u>
	100,0

^{+) sodné mýdlo na bázi směsi (80:20) loje s kokosovým olejem}

5

Místo tyčového nebo kusového mýdla je možno vyrobit tyčové mýdlo na bázi syntetické složky tím, že se obsah mýdla v uvedeném předpisu až z 25 % nahradí monoglyceridsulfátem sodným kokosového oleje. Podobně lze vyrobit použitím vhodného změkčovačla tyče na bázi celosyntetického detergentu.

10

Konzervační přísada, oxid titaničitý, repelent a částečné množství vody se semelou s vysušenými hoblinami mýdla (které obsahují přibližně 8 % vody), výsledný produkt se lisuje v tyče a ty se řeží na příslušné délky, z kterých se pak vylisuje kusové mýdlo. Do tyčového mýdla na praní lze přidávat 20 až 40 % hmotn. nastavovačla, jako je tripolyfosforečnan sodný a/nebo uhličitán sodný, ke složkám uvedeným ve výše zmíněném předpisu, obvykle spolu se zvýšením obsahu vody pro zlepšení plastičnosti během zpracování. Je též možno vyrábět formované mýdla na praní v tyčích a tyčové mýdlo na praní se syntetickou složkou, v němž bude obsah repelentu hmyzu v některých případech zvýšen až na přibližně 5 % hmotn.

20

Příklad 15 (repelentní prostředek v podobě spreje)

Složka	obsah (v % hmotn.)
propelant 12 (dichlordifluormethan)	45,5
propelant 11 (trichlormonofluormethan)	45,5
minerální olej	4,0
N-fenyl-neoheptanamid	<u>5,0</u>
	100,0

25 Minerální olej a repelent se rozpustí ve směsi propelantů pod tlakem a tato směs se pak pod tlakem plní do výpustné nádoby opatřené rozstříkovací tryskou, konstruované pro optimální rozstříkování roztoku repelentu.

30 Příklad 16 (repelent v práškovém prostředku)

složka	obsah (v % hmotn.)
prášková hlinka	99,0
N-(4-methylfenyl)-neoheptanamid	<u>1,0</u>
	100,0

35 Příklad 17 (vosk na podlahy)

složka	obsah (v % hmotn.)
montánní vosk na bázi esterů	6,0
polyethylenový vosk	4,0

Příklad 17 - pokračování

neoxidovaný mikrokrystalický vosk	5,0
masné kyseliny talového oleje	0,2
vodný roztok hydroxidu sodného (43%)	0,5
N,N-diethylaminoethanol	1,0
methylkarbitol	1,0
N-cyklohexyl-neooktanamid	2,0
voda	<u>80,3</u>
	100,0

5 Příklad 18 (aerosolová leštěnka na nábytek)

složka	hmotn. díly
karnaubský vosk	5,0
včelí vosk	5,0
ceresinový vosk	5,0
silikonový olej (DC 200)	5,0
Stoddardovo rozpouštědlo	40,0
sodné mýdlo (lůj:kokosový olej 75:25)	<u>2,0</u>
voda	130,0

- 10 Zahřátím Stoddardova rozpouštědla na teplotu přibližně 52 °C a postupným přidáváním směsi předem roztavených vosků se silikonovým olejem se za míchání připraví koncentrát silikonového oleje a vosků. Souběžně se rozpustí mýdlo při teplotě přibližně 90 °C v uvedeném množství vody, načež se horký roztok mýdla smísí za intenzivního míchání s disperzí vosku. Směs se pak rychle ochladí na teplotu místnosti a pomalu se k ní přidá 385 dílů vody, 71 díl těžkého benzínu a 15 dílů N-(3,5-dimethylfenyl)-pivalamidu, rozpuštěného v uvedeném těžkém benzínu. Do vý-
- 15 pustní nádoby se pak pod tlakem vpraví 71 díl propelantu 12 (dichlordifluormethan), do níž bylo předtím vneseno doplňkové množství uvedeného leštícího prostředku.

Příklad 19 (papír na poličky)

- 20 Papír na poličky, rozvinutý z rolí, se postříká po obou stranách N-(3-methylfenyl)-neohexan- amidu v těkavém rozpouštědle (acetonu), načež se papír po vytěkání rozpouštědla znovu svine do rolí. Množství repelentu se volí přibližně 2 % hmotn., ačkoliv v některých případech je možno použít jen 0,1 %, poněvadž ztrátě repelentu vytěkáním brání svinutí papíru do rolí. Při obměně
- 25 tohoto příkladu se repelentní neoalkanamid s cyklickým substituentem vázaným na atomu dusíku přidá do papíroviny během výrobního postupu; je však třeba dbát na to, aby se repelent neod- stranil při některé sušící operaci.

30 Příklad 20 (repelentní prostředek pro nádoby na odpadky)

- Vstříknutím N-(3-methylcyklohexyl)-neohexanamidu do vnitřku houby z polyurethanu s ote- vřenou strukturou komůrek se v ní vytvoří 2% koncentrace tohoto neohexanamidu. Houba má tvar plochého válce, který se vsune do perforovaného pouzdra připevněného k vnitřní stěně víka
- 35 kuchyňské nádoby na odpadky, které lze sešlápnutím odklopit.

Příklad 21 (směs repelentu s insekticidem)

složka	obsah (v % hmotn.)
kyselina boritá	98,0
N-fenyl-neoheptanamid	<u>2,0</u>
	100,0

- 5 Jednotlivé výrobky z příkladu 5 až 21 jsou všechny účinné pro odpuzování hmyzu, zejména rusů a švábů. Představují však pouze několik málo z mnoha prostředků a předmětů v rámci vynálezu.

Výše popsany vynález je velmi významný, poněvadž již dlouho trvá potřeba účinných repelentů hmyzu a takové sloučeniny byly poměrně vzácné. Mezi sloučeninami podle vynálezu jsou některé, jež jsou právě tak účinné nebo i účinnější než až dosud známé nejlepší komerční odpuzující prostředky. Vynález nebylo možno předvídat, poněvadž z dosavadního stavu techniky nebylo možno seznat, že sekundární neoalkanamidy budou mít dlouhotrvající odpuzující účinek na hmyz. Ani nebylo možno podle dosavadních znalostí předpokládat ekvivalenci nebo zaměnitelnost aromatických či cyklických substituentů, vázaných na atomu dusíku amidu, k dosažení odpuzujícího účinku na hmyz. Vynález vskutku dokázal, že taková ekvivalence, s výjimkou některých typů sloučenin, neexistuje. Je třeba zdůraznit, že zatímco je důležité, aby celkový počet atomů uhlíku v hmyz odpuzujícím sekundárním amidu podle vynálezu byl v rozmezí od 11 do 14, jsou sloučeniny obsahující 11 atomů uhlíku neúčinné, jestliže neoalkanoylovou částí je pivaloyl. Jestliže substituent na kruhu cyklické části je vázán v poloze ortho, jako je tomu u N-(2-methylfenyl)-neoheptanamidu, sloučenina nebude účinná jako repelent hmyzu s déletrvajícím účinkem. A dále, zatímco se vynálezce předtím domníval, že jeho sekundární amidy by měly být za normálních podmínek v tekutém stavu k tomu, aby byly účinné jako repelenty hmyzu, objevil nyní některé za normálních podmínek tuhé sekundární amidy, které mají výraznou účinnost. Souhrnně možno říci, že s výjimkou některých blízkých příbuzných sloučenin typů, popsaných vynálezem, je zřejmé, že odpudivost jeho popsaných neoalkanamidů s cyklickým substituentem vázaným na atomu dusíku vůči hmyzu nebylo obecně předvídatelná a že tudíž jeho popsaný objev nebyl nasnadě.

Vynález byl popsán s přihlédnutím k různým doložením a provedením, není však omezen pouze na ně, protože je zřejmé, že odborník bude schopen využít různých náhradních a ekvivalentních řešení, aniž by tím vybočil z rámce vynálezu.

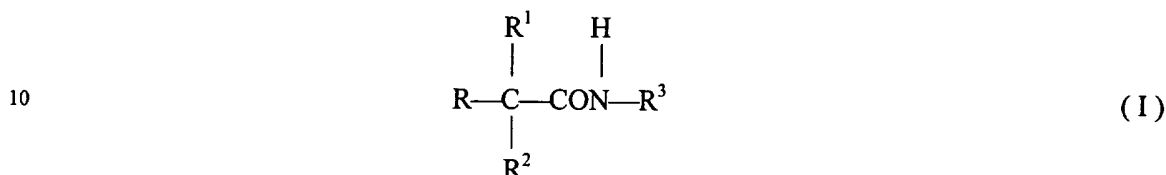
Průmyslová využitelnost

35 N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl-neoalkanamidy podle vynálezu jsou účinnými repelenty hmyzu, zejména rusů a švábů, a lze jich využít, spolu s různými přísadami, v různých prostředcích a přípravcích k ošetření povrchů nebo předmětů, které se mají chránit před přístupem uvedeného hmyzu.

PATENTOVÉ NÁROKY

5

1. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl-neoalkanamidy obecného vzorce I:



15 ve kterém:

R, R¹ a R² znamenají alkylové skupiny, ve kterých je celkový počet atomů uhlíku v rozmezí od 3 do 6, a

20 R³ znamená případně substituovanou cykloalifatickou nebo aromatickou skupinu obsahující přinejmenším 5 atomů uhlíku, přičemž celkový počet atomů uhlíku je v rozmezí od 11 do 14, a v případě, kdy neoalkanoylovou částí je pivaloylová skupina, potom celkový počet atomů uhlíku je v rozmezí od 12 do 14, přičemž uvedená aryllová skupina není substituována v poloze ortho.

25

2. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I podle nároku 1, ve kterých substituentem na atomu dusíku je arylový zbytek obsahující 6 až 9 atomů uhlíku a neoalkanoylová část obsahuje 5 až 8 atomů uhlíku.

30 3. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I podle nároku 2, ve kterých substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek nebo alkylfenylový zbytek a neoalkanoylová část obsahuje 5 nebo 7 atomů uhlíku.

35 4. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I podle nároku 3, ve kterých substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek.

5. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I podle nároku 4, kterým je N-fenyl-neoheptanamid.

40 6. N-monosubstituované aryl- a cykloalkyl- neoalkanamidy obecného vzorce I podle nároku 4, kterým je N-(3-methylfenyl)neoheptanamid nebo N-(4-methylfenyl)neoheptanamid.

7. Způsob odpuzování hmyzu z oblasti, místa nebo předmětů, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se na tyto oblasti, místa nebo předměty nebo blízko těchto oblastí, míst nebo předmětů
45 aplikuje hmyz odpuzující množství N-monosubstituovaného aryl- nebo cykloalkyl- neoalkanamidu podle nároku 1.

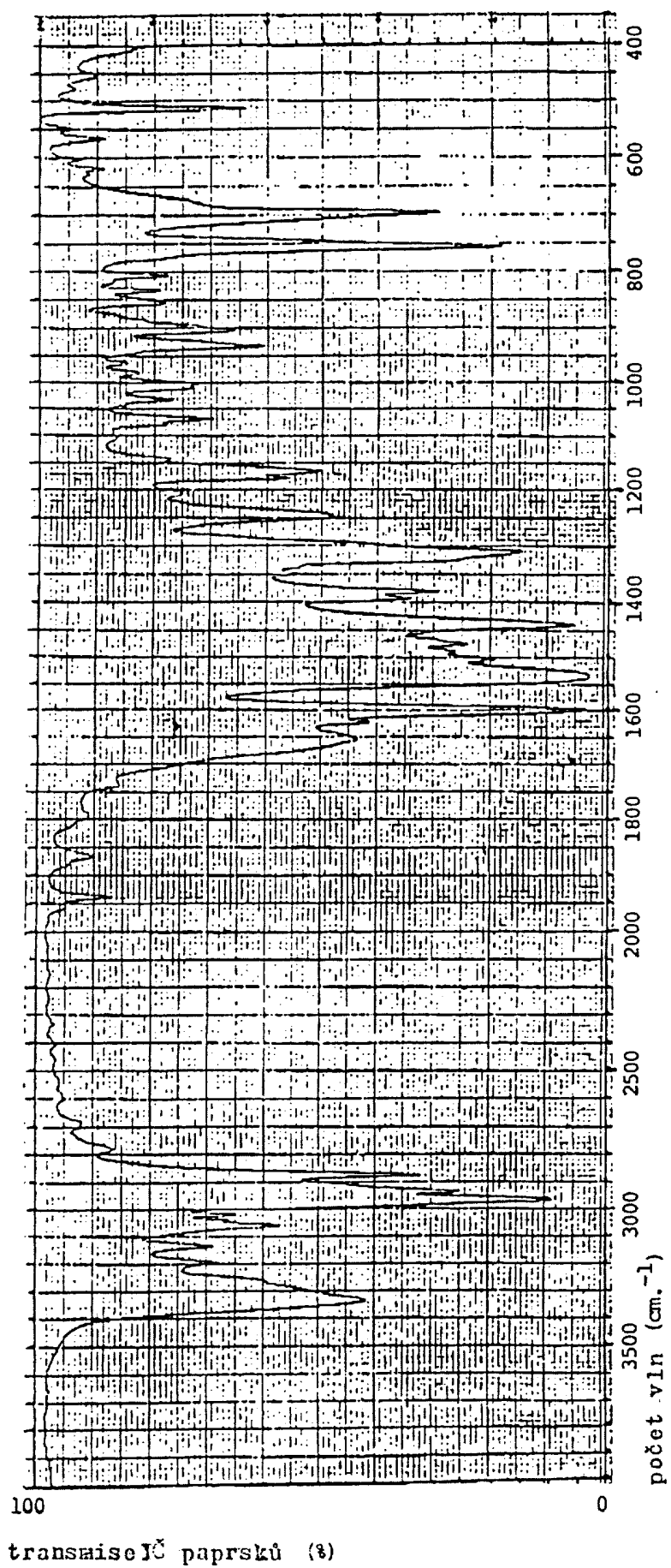
8. Způsob podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se použije neoalkanamid, u něhož substituentem na atomu dusíku je arylový zbytek obsahující 6 až 9 atomů uhlíku a neoalkanoylová část obsahuje 5 až 8 atomů uhlíku.
50

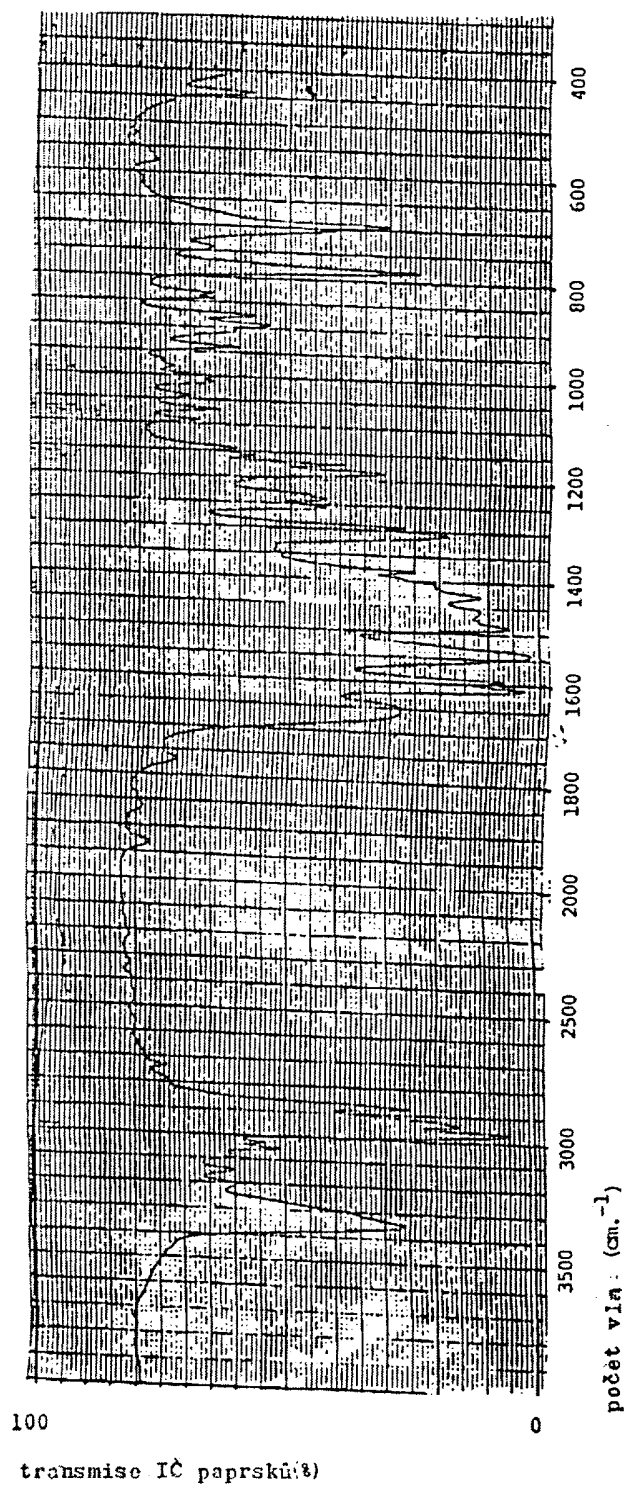
10. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že se použije neoalkanamidu, u něhož substituentem na atomu dusíku je fenylový zbytek.
- 5 11. Způsob podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že jako neoalkanamidu se použije N-fenyl-neoheptanamidu.
12. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že jako neoalkanamidu se použije N-(3-methylfenyl)neoheptanamidu nebo N-(4-methylfenyl)neoheptanamidu.
- 10 13. Způsob podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že se neoalkanamidu použije v aplikačním množství v rozmezí od 0,01 do 5 g.m⁻².
14. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že se neoalkanamidu použije v aplikačním množství v rozmezí od 0,5 do 2 g.m⁻².
- 15 15. Způsob podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že se N-monosubstituovaný neoalkanamid aplikuje na oblast, místo nebo předmět v detergentovém prostředku nebo s tímto detergentovým prostředkem, který obsahuje čistící poměrné množství mýdla nebo syntetického organického detergentu a poměrné množství takto aplikovaného neoalkanamidu postačuje k tomu, aby se na umyté oblasti, místě nebo předmětu zadrželo dostačující množství neoalkanamidu po jejich umytí tímto detergentovým prostředkem pro odpuzování hmyzu z této oblasti, místa nebo předmětu.
- 20 16. Způsob podle nároku 15, **vyznačující se tím**, že použitým neoalkanamidem je neoalkanamid, u něhož substituentem na atomu dusíku je fenylový nebo alkylfenylový zbytek a neoalkanoylová část má 5 nebo 7 atomů uhlíku.
- 25 17. Způsob podle nároku 16, **vyznačující se tím**, že se jako neoalkanamidu použije N-fenyl-neoheptanamid.
- 30 18. Způsob podle nároku 16, **vyznačující se tím**, že se jako neoalkanamidu použije N-(3-methylfenyl)neoheptanamid nebo N-(4-methylfenyl)neoheptanamid.
- 35 19. Způsob podle nároku 15, **vyznačující se tím**, že jako detergentového prostředku se použije čistícího prostředku na podlahy, který obsahuje 1 až 30 % hmotn. detergentu ze skupiny zahrnující vodorozpustná mýdla a vodorozpustný syntetický organický detergent nebo detergenty zvolené ze skupiny zahrnující aniontové, neiontové, amfoterní, amfolytické a zwiteriontové detergenty s a jejich směsí, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkanamidu nebo směsí těchto neoalkanamidů, a 10 až 50 % hmotn. nosná složka nebo složky pro detergent nebo detergenty obsahující 0 až 50 % hmotn. plniva či plniv a/nebo ředidla či ředidel přičemž tento čistící prostředek se nanese na podlahu ve vodném prostředí a podlaha se jím vyčistí, přičemž aplikační množství je takové, že se na podlaze po ukončení čištění zadrží hmyz odpuzující množství neoalkanamidu.
- 40

20. Způsob podle nároku 15, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jako detergentového prostředku se použije šamponu na čištění povrchů, rohoží a koberců a pro dosažení repelentních vlastností vůči hmyzu, přičemž tento šampon obsahuje 1 až 35 % hmotn. detergentu, kterým je mýdlo nebo syntetický organický detergent, 0,2 až 10 % hmotn. uvedeného neoalkanamidu a 0 až 40 % hmotn. nosné látky, v tekutém prostředí, a šampon se aplikuje na povrch, rohož nebo koberec, který se jím čistí, přičemž aplikační množství čistícího prostředku je takové, že se v povrchu, rohoži nebo koberci zadrží hmyz odpuzující množství neoalkanamidu.

10

2 výkresy





Obr. 2

Konec dokumentu