

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **237060**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **429248**

(22) Data zgłoszenia: **13.03.2019:**

(51) Int.Cl.

C07C 211/63 (2006.01)

C07C 209/12 (2006.01)

C07C 237/06 (2006.01)

(54) **Octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe i sposób ich wytwarzania**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
21.09.2020 BUP 20/20

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
08.03.2021 WUP 05/21

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

ŁUKASZ LAMCH, Wrocław, PL

KAZIMIERA A. WILK, Wilczyce, PL

PIOTR WARSZYŃSKI, Modlnica, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Anna Meissner

PL 237060 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku są nowe octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe i sposób ich wytwarzania.

Octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe są związkami, należącymi do grupy surfaktantów amfoterycznych, zawierających ugrupowania hydrofilowe stanowiące jon obojnaczy, które mogą znaleźć zastosowanie w produktach chemii gospodarczej oraz formulacjach kosmetycznych i farmaceutycznych.

Z opisu patentowego nr US7425527 znane są octany [(3-alkanoiloacetylamino)propylo]dimetyloamoniowe, pochodne *N,N*-dimetylotrimetylenodiaminy, zawierające amfoteryczne ugrupowanie hydrofilowe. Reakcja syntezy octanów [(3-alkanoiloacetylamino)propylo]dimetyloamoniowych (czwartorzędowanie *N*-acetylo-*N*-[3-(dimetyloamino)propylo]alkiloamidów chlorooctanem sodu) prowadzona była w środowisku wrzącego acetonitrylu przez 24 h. Według opisu patentowego związki te mogą być zastosowane jako promotory wybielaczy na bazie tlenu w środkach chemii gospodarczej.

Z opisu patentowego nr PL202821 znane są di-amidoaminy, pochodne długociągu amin alifatycznych. Otrzymuje się je w reakcji 3,3'-(alkilodipropionianu dimetylu z *N,N*-dimetylo-1,3-propanodiaminą w atmosferze azotu w temperaturze 110–130°C. Związki te charakteryzują się słabą lub trudną rozpuszczalnością w wodzie i wykazują aktywność na granicach międzyfazowych. Mogą one stanowić półprodukty do produkcji związków powierzchniowo czynnych, jak również składniki formulacji kosmetycznych i chemii gospodarczej.

Z opisu patentowego AU 200630354 znana jest metoda wytwarzania octanów [(3-alkanoilamino)propylo]dimetyloamoniowych, która polega na czwartorzędowaniu *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-alkiloamidów chlorooctanem sodu w środowisku wodnym w obecności czynnika zasadowego (korzystnie wodorotlenku sodu przy pH utrzymywanym około 7,5) w temperaturze 98°C przez 5 godzin. Według opisu patentowego związki te mogłyby być stosowane jako składniki środków grzybobójczych, przeznaczonych do ochrony roślin.

Znana z publikacji J. Surfactant. Detergent., 2012, 15, 657 (D. Fen i inni, „Synthesis and Surface Activities of Amidobetaine Surfactants with Ultra-long Unsaturated Hydrophobic Chains”) metoda otrzymywania surfaktantów typu amidobetain (z ugrupowaniem amidowym II-rzędowym w łączniku) polega na reakcji chlorooctanu sodu *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-alkiloamidami w mieszaninie etanol : woda (5:1, v/v) przy 25% nadmiarze chlorooctanu sodu. Reakcję prowadzi się w temperaturze 79°C przez 12 godzin pod chłodnicą zwrotną. Otrzymany produkt oczyszcza się poprzez odparowanie rozpuszczalników i chromatografię kolumnową z zastosowaniem żelu krzemionkowego jako fazy stacjonarnej i suchego etanolu jako eluenta.

Nie są znane z literatury przedmiotu: octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe o wzorze ogólnym 1, będące przedmiotem wynalazku.

Istotą wynalazku są octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe o wzorze ogólnym 1, w których R oznacza prosty lub rozgałęziony łańcuch, nasycony lub nienasycony łańcuch węglowodorowy zawierający od 7 do 19 atomów węgla, korzystnie od 9 do 15 atomów węgla.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest również sposób wytwarzania octanów [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowych o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza prosty lub rozgałęziony, nasycony lub nienasycony łańcuch węglowodorowy zawierający 7–19 atomów węgla, polega na dwuetapowym procesie, w którym pierwszym etapem syntezy jest wytworzenie *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidów w wyniku reakcji *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy z chlorem kwasu tłuszczowego w mieszaninie tetrahydrofuranu i trietyloaminy (1:1, v/v). Reakcję prowadzi się poprzez wkroplenie chlorku kwasu tłuszczowego do roztworu *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy w mieszaninie tetrahydrofuranu i trietyloaminy podczas intensywnego mieszania w ciągu 15–60 minut, korzystnie 30 minut. Następnie intensywnie miesza się powstałą zawiesinę przez kolejne 2–12 godzin, korzystnie 4–6 h. Po upływie tego czasu z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wytrącony osad produktu ubocznego (chlorowodoru trietyloaminy) poprzez sączenie, a następnie odparowuje rozpuszczalniki pod zmniejszonym ciśnieniem na wyparce rotacyjnej. Otrzymuje się *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidy w postaci cieczy (w przypadku użycia chlorków kwasowych o łańcuchach zawierających od 8 do 16 atomów węgla) lub ciała stałego (w przypadku użycia chlorków kwasowych o łańcuchach zawierających powyżej 16 atomów węgla). W drugim etapie *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidy i chlorooctan sodu (1,25-krotny nadmiar w stosunku do *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-

-metyloalkiloamidu) wprowadza się do naczynia, przeznaczonego do prowadzenia reakcji pod zwiększonym ciśnieniem, dodaje metanol i prowadzi reakcję w temperaturze 75–100°C, korzystnie 85–95°C, przez 6–72 godziny, korzystnie 24–48 h. Alternatywnym rozpuszczalnikiem podczas tego procesu może być etanol lub jego mieszaniny z wodą w stosunku od 5:1 (v/v) do 20:1 (v/v). Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wytrącony osad produktu ubocznego (chlorku sodu) i nieprzereagowanego chlorooctanu sodu, a następnie odparowuje się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem przy użyciu wyparki obrotowej. Kolejno uzyskany produkt rozpuszcza się w bezwodnym etanolu, ponownie poddaje filtracji a przesącz odparowuje na wyparce obrotowej do uzyskania stałej masy. Otrzymany produkt surowy oczyszcza się na drodze krystalizacji z rozpuszczalnika organicznego, korzystnie bezwodnego etanolu, mieszaniny metanolu i octanu etylu, metanolu i eteru dietylowego lub metanolu i acetonitrylu w temperaturze poniżej 5°C, korzystnie około -20°C.

Octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe według wynalazku potencjalnie wykazują szereg interesujących własności użytkowych, z których najistotniejsza jest aktywność powierzchniowa na granicach międzyfazowych, zdolność do modyfikowania (zwiększania) lepkości roztworów wodnych oraz pH-czułość. Z tego względu mogą być wykorzystane jako składniki aktywne środków piorących, myjących, zwilżających, zwłaszcza przeznaczonych do kontaktu ze skórą, a także modyfikatory lepkości w różnego rodzaju formulacjach chemii gospodarczej, kosmetycznej i farmaceutycznej. Z uwagi na pH-responsywność (możliwość zmiany właściwości pod wpływem przejścia z formy kationowej w anionową lub na odwrót przy określonych wartościach pH) mogą stanowić składniki tzw. inteligentnych nośników substancji biologicznie aktywnych.

Zasadniczą zaletą sposobu według wynalazku jest wytwarzanie prostą metodą, z użyciem powszechnie dostępnych surowców, związków o aktywności powierzchniowej i szerokiej gamie potencjalnych zastosowań dzięki obecności pH-czułego ugrupowania hydrofilowego.

Przedmiot wynalazku objaśniony jest na przykładzie otrzymywania octanu [(3-tetradekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego, octanu [(3-oktanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego, octanu [(3-oktadekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego i octanu [(3-ikozyloilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego oraz na schematach reakcji, z których schemat reakcji 1 uwiadcza reakcję powstawania *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidu, a schemat reakcji 2 reakcję otrzymywania octanu [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego.

P r z y k ł a d 1

W pierwszym etapie w celu otrzymania *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylotetradecyloamidu do kolby stożkowej wprowadza się 10,00 g (0,0861 mola) *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy w 200 cm³ mieszaniny tetrahydrofuran : trietyloamina (1:1, v/v), a następnie wkrapla 21,24 g (0,0861 mola) chlorku tetradekanoilu przez 30 minut, podczas intensywnego mieszania zawartości kolby. Następnie kontynuuje się mieszanie przez 6 h, a wytrącony osad chlorowodoru trietyloaminy usuwa poprzez filtrację pod zmniejszonym ciśnieniem. Po odparowaniu rozpuszczalników pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymuje się 27,94 g (99,4% mas.).

W drugim etapie w celu otrzymania octanu [(3-tetradekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego do naczynia, przeznaczonego do prowadzenia reakcji pod zwiększonym ciśnieniem, wprowadza się 6,00 g (0,018 mola) *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylotetradecyloamidu, 2,62 g (0,0225 mola) chlorooctanu sodu i 60 cm³ metanolu. Następnie naczynie zamyka się szczelnie i ogrzewa przez 48 godzin w temperaturze 85°C na łaźni olejowej. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej mieszaninę reakcyjną poddaje się filtracji a przesącz odparowuje pod zmniejszonym ciśnieniem przy użyciu wyparki obrotowej. Do uzyskanego produktu dodaje się 100 cm³ bezwodnego etanolu, ponownie sączy, a uzyskany roztwór odparowuje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymaną pozostałość rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu (około 75 cm³) i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przeemywa zimnym etanolem i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze. Następnie produkt rozpuszcza się w minimalnej ilości metanolu (około 15 cm³), a następnie dodaje porcjami eter dietylowy (około 200 cm³) aż do pojawienia się trwałego zmętnienia i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przeemywa zimnym eterem dietylowym i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 6,03 g (87,1% mas.) produktu w postaci białego ciała stałego.

Napięcia powierzchniowe dla 0,1 i 0,01% wag. roztworu w wodzie destylowanej w temperaturze 295 K wynoszą, odpowiednio, 34,6 i 32,1 mN/m.

Widmo ^1H NMR octanu [(3-tetradekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego (roztwór w CDCl_3), δ [ppm] (wartość przesunięcia chemicznego względem standardu tetrametylosilanu): 0.84-0.91 [t, 3H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$]; 1.22-1.34 [m, 20H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$]; 1.57-1.60 [m, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$]; 1.99 [m, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 2.28-2.31 [t, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$]; 3.02-3.05 [s, 3H, $-\text{N}(\text{CH}_3)-$]; 3.34-3.45 [s, 6H; $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2-$]; 3.63-3.67 [m, 4H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 3.99-4.03 [s, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{COO}-$].

Przykład 2

W pierwszym etapie w celu otrzymania *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylooktyloamidu do kolby stożkowej wprowadza się 10,00 g (0,0861 mola) *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy w 200 cm^3 mieszaniny tetrahydrofuran : trietyloamina (1:1, v/v), a następnie wkrapla 14,01 g (0,0861 mola) chlorku oktanoilu przez 15 minut, podczas intensywnego mieszania zawartości kolby. Następnie kontynuuje się mieszanie przez 4 h, a wytrącony osad chlorowodoru trietyloaminy usuwa poprzez filtrację pod zmniejszonym ciśnieniem. Po odparowaniu rozpuszczalników pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymuje się 20,47 g (98,1% mas.).

W drugim etapie w celu otrzymania octanu [(3-oktanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego do naczynia, przeznaczonego do prowadzenia reakcji pod zwiększonym ciśnieniem, wprowadza się 4,36 g (0,018 mola) *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylooktyloamidu, 2,62 g (0,0225 mola) chlorooctanu sodu i 100 cm^3 mieszaniny etanol : woda (5:1, v/v). Następnie naczynie zamyka się szczelnie i ogrzewa przez 6 godzin w temperaturze 100°C na łaźni olejowej. Następnie postępuje się jak w przykładzie 1. Otrzymaną pozostałość po odparowaniu bezwodnego etanolu rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu (około 10 cm^3), a następnie dodaje porcjami octan etylu (około 150 cm^3) aż do pojawienia się trwałego zmętnienia i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym octanem etylu i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 3,76 g (69,6% mas) produktu w postaci białego ciała stałego.

Napięcia powierzchniowe dla 0,1 i 0,01% wag. roztworu w wodzie destylowanej w temperaturze 295 K wynoszą, odpowiednio, 28,4 i 42,8 mN/m.

Widmo ^1H NMR octanu [(3-oktanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego (roztwór w CDCl_3), δ [ppm] (wartość przesunięcia chemicznego względem standardu tetrametylosilanu): 0.86-0.92 [t, 3H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$]; 1.20-1.35 [m, 8H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$]; 1.55-1.61 [m, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$]; 2.01 [m, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 2.25-2.35 [t, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$]; 3.00-3.06 [s, 3H, $-\text{N}(\text{CH}_3)-$]; 3.31-3.46 [s, 6H; $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2-$]; 3.60-3.64 [m, 4H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 3.98-4.02 [s, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{COO}-$].

Przykład 3

W pierwszym etapie w celu otrzymania *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylooktadekylamidu do kolby stożkowej wprowadza się 10,00 g (0,0861 mola) *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy w 200 cm^3 mieszaniny tetrahydrofuran : trietyloamina (1:1, v/v), a następnie wkrapla 28,50 g (0,0861 mola) chlorku oktadeknoilu przez 30 minut, podczas intensywnego mieszania zawartości kolby. Następnie kontynuuje się mieszanie przez 2 h, a wytrącony osad chlorowodoru trietyloaminy usuwa poprzez filtrację pod zmniejszonym ciśnieniem. Po odparowaniu rozpuszczalników pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymuje się 35,10 g (99,5% mas.).

W drugim etapie w celu otrzymania octanu [(3-oktadekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego do naczynia, przeznaczonego do prowadzenia reakcji pod zwiększonym ciśnieniem, wprowadza się 7,38 g (0,018 mola) *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metylooktadekanoilamidu, 2,62 g (0,0225 mola) chlorooctanu sodu i 120 cm^3 mieszaniny etanol : woda (20:1, v/v). Następnie naczynie zamyka się szczelnie i ogrzewa przez 72 godziny w temperaturze 75°C na łaźni olejowej. Następnie postępuje się jak w przykładzie 1. Otrzymaną pozostałość rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu (około 100 cm^3) i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym etanolem i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze. Następnie produkt rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu (około 45 cm^3), a następnie dodaje porcjami octan etylu (około 120 cm^3) aż do pojawienia się trwałego zmętnienia i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym octanem etylu i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze pod zmniejszonym ciśnieniem. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym octanem etylu i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze

pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 7,40 g (87,9% mas) produktu w postaci białego ciała stałego.

Napięcie powierzchniowe dla 0,01% wag. roztworu w wodzie destylowanej w temperaturze 295 K wynosi 33,6 mN/m.

Widmo ^1H NMR octanu [(3-oktadekanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowego (roztwór w CDCl_3), δ [ppm] (wartość przesunięcia chemicznego względem standardu tetrametylosilanu): 0.88-0.93 [t, 3H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$]; 1.25-1.36 [m, 28H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$]; 1.54-1.60 [m, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$]; 1.99 [m, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 2.24-2.35 [t, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$]; 3.03-3.06 [s, 3H, $-\text{N}(\text{CH}_3)-$]; 3.31-3.46 [s, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2-$]; 3.63-3.66 [m, 4H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 4.00-4.05 [s, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{COO}-$].

Przykład 4

W pierwszym etapie w celu otrzymania *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloikozyloamidu do kolby stożkowej wprowadza się 10,00 g (0,0861 mola) *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy w 200 cm^3 mieszaniny tetrahydrofuran : trietyloamina (1:1, v/v), a następnie wkrapla 28,50 g (0,0861 mola) chlorku ikozyłu przez 60 minut, podczas intensywnego mieszania zawartości kolby. Następnie kontynuuje się mieszanie przez 12 h, a wytrącony osad chlorowodoru trietyloaminy usuwa poprzez filtrację pod zmniejszonym ciśnieniem. Po odparowaniu rozpuszczalników pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymuje się 35,24 g (99,9% mas.).

W drugim etapie w celu otrzymania octanu [(3-ikozyloametylamino)propylo]dimetyloamoniowego do naczynia, przeznaczonego do prowadzenia reakcji pod zwiększonym ciśnieniem, wprowadza się 7,38 g (0,018 mola) *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloikozyloamidu, 2,62 g (0,0225 mola) chlorooctanu sodu i 150 cm^3 etanolu. Następnie naczynie zamyka się szczelnie i ogrzewa przez 24 godziny w temperaturze 95°C na łaźni olejowej. Następnie postępuje się jak w przykładzie 1. Otrzymaną pozostałość rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu (około 100 cm^3) i pozostawia do krystalizacji w zamrażarce (temperatura -20°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym etanolem i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze. Otrzymaną pozostałość po odparowaniu bezwodnego etanolu rozpuszcza się w minimalnej ilości metanolu (około 10 cm^3), a następnie dodaje porcjami acetonitryl (około 150 cm^3) aż do pojawienia się trwałego zmętnienia i pozostawia do krystalizacji w lodówce (temperatura 2-4°C) na co najmniej 24 godziny. Uzyskany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa zimnym acetonitrylem i pozostawia do wysuszenia w eksykatorze pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 8,96 g (90,9% mas.) produktu w postaci białego ciała stałego.

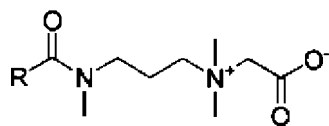
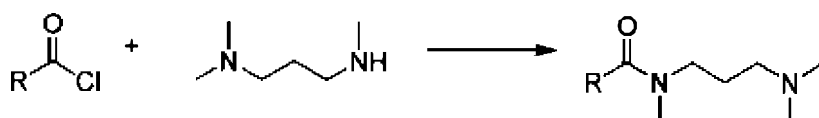
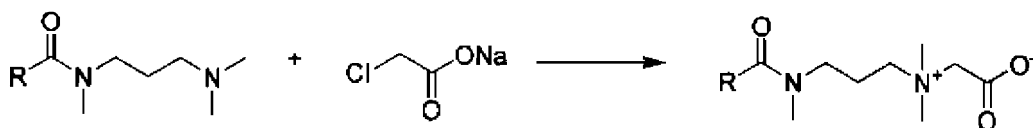
Napięcie powierzchniowe 0,01% wag. roztworu w wodzie destylowanej w temperaturze 295 K wynosi 39,3 mN/m.

Widmo ^1H NMR octanu [(3-ikozyloametylamino)propylo]dimetyloamoniowego (roztwór w CDCl_3), δ [ppm] (wartość przesunięcia chemicznego względem standardu tetrametylosilanu): 0.89-0.91 [t, 3H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$]; 1.24-1.33 [m, 32H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$]; 1.55-1.61 [m, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$]; 1.98 [m, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 2.25-2.37 [t, 2H, $-\text{COCH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$]; 3.01-3.04 [s, 3H, $-\text{N}(\text{CH}_3)-$]; 3.30-3.44 [s, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2-$]; 3.62-3.65 [m, 4H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}-$]; 4.03-4.05 [s, 2H, $-\text{N}^+\text{CH}_2\text{COO}-$].

Zastrzeżenia patentowe

1. Octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe, o wzorze ogólnym 1, w których R oznacza prosty lub rozgałęziony, nasycony lub nienasycony łańcuch węglowodorowy zawierający od 7 do 19 atomów węgla, korzystnie od 9 do 17 atomów węgla.
2. Sposób wytwarzania octanów [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowych o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza prosty lub rozgałęziony, nasycony lub nienasycony, korzystnie nasycony łańcuch węglowodorowy zawierający od 7 do 19 atomów węgla, korzystnie od 9 do 17 atomów węgla, **znamienny tym**, że w pierwszym etapie w wyniku reakcji *N,N,N'*-trimetylo-1,3-propanodiaminy z chlorkiem kwasu tłuszczowego w rozpuszczalniku organicznym, w obecności zasadowego czynnika usuwającego chlorowódor, otrzymuje się *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkilamid w drugim etapie prowadzi się kwaternizację *N*-[3-

- (dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidu chlorooctanem sodu w środowisku niskocząsteczkowego alkoholu i otrzymuje octan [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowy, a otrzymany surowy produkt oczyszcza się poprzez krystalizację.
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że pierwszy etap reakcji prowadzi się w mieszaninie rozpuszczalników, korzystnie tetrahydrofuran/trietyloamina.
 4. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że wkraplanie chlorku kwasu tłuszczowego w pierwszym etapie reakcji prowadzi się przez 15–60 min., korzystnie 30 min.
 5. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że mieszanie po zakończeniu wkraplania chlorku kwasu tłuszczowego w pierwszym etapie reakcji kontynuuje się przez 2–12 h, korzystnie 4–6 h.
 6. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że stosuje się trietyloaminę jako czynnik usuwający chlorowodór.
 7. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że kwaternizację *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidu chlorooctanem sodu prowadzi się w środowisku niskocząsteczkowego alkoholu, korzystnie metanolu, etanolu lub mieszaniny etanol – woda.
 8. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że kwaternizację *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidu chlorooctanem sodu prowadzi się przez 6–72 h, korzystnie 24–48 h.
 9. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że kwaternizację *N*-[3-(dimetyloamino)propylo]-*N*-metyloalkiloamidu chlorooctanem sodu prowadzi się w temperaturze 75–100°C, korzystnie 85–95°C.
 10. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że octany [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowe oczyszcza się na drodze krystalizacji z niskocząsteczkowego alkoholu, korzystnie etanolu lub mieszaniny rozpuszczalników: metanolu i octanu etylu, metanolu i eteru dietylowego lub metanolu i acetonitrylu.
 11. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że krystalizację octanów [(3-alkanoilometylamino)propylo]dimetyloamoniowych prowadzi się w temperaturze poniżej 5°C, korzystnie około -20°C.

Rysunki**wzór 1****schemat reakcji 1****schemat reakcji 2**