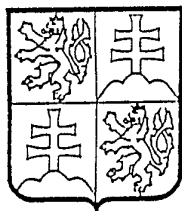


ČESKÁ A SLOVENSKÁ  
FEDERATIVNÍ  
REPUBLIKA  
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# PATENTOVÝ SPIS 277139

(11) Číslo dokumentu :

(21) Číslo přihlášky : 5436-90  
(22) Přihlášeno : 06.11.90  
(30) Prioritní data :

(13) Druh dokumentu : B6  
(51) Int. Cl.<sup>5</sup> :

C 07 C 211/63

(40) Zveřejněno : 13.05.92  
(47) Uděleno : 30.09.92  
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 18.11.92

(73) Majitel patentu : Univerzita Komenského, Bratislava, CS

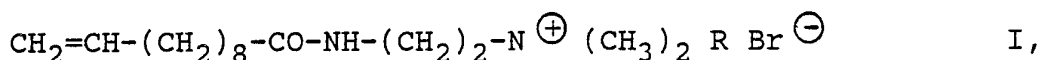
(72) Původce vynálezu : Csiba Imrich RNDr. CSc., Bratislava, CS;  
Devínsky Ferdinand doc. ing. CSc., Bratislava, CS;  
Lacko Ivan ing., Bratislava, CS

(54) Název vynálezu : N-/2-(10-undecenoylamino)etyl/-N,N,N-alkyldimetylamónium-  
bromidy a způsob ich přípravy

(57) Anotace :

N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-alkyl-  
adimetylamóniumbromidy a způsob ich přípra-  
vy. Riešenie sa týka N-[2-(10-undecenoyl-  
amino)etyl]-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromi-  
dov všeobecného vzorca I  $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_8-\text{CO}-$   
 $-\text{NH}-(\text{CH}_2)_2-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{R Br}^-$  (I), kde R značí  
alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 2  
až 14 a spôsob ich prípravy, ktorý spočíva  
v reakcii N,N-dimetylamidoetylaesteru kyseliny  
10-undecénovej s 1-brómalkánom v po-  
lárnom prostredí pri rôznych teplotách  
a počas rôznej reakčnej doby. Takto pripra-  
vené organické amóniové soli vykazujú  
anitimikróbne, ako aj povrchovoaktívne  
vlastnosti a preto sú použiteľné ako deter-  
genty, napr. s dezinfekčným účinkom.

Vynález sa týka N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-alkyl dimetylamóniumbromidov všeobecného vzorca I

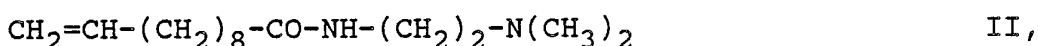


kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 2 až 14 a spôsobu ich prípravy.

Je známe, že organické amóniové soli, ktoré obsahujú vo svojej molekule najmenej jeden dlhý alkylový reťazec, predstavujú skupinu zlúčenín s výraznými biologickými účinkami a s dezinfekčnými vlastnosťami. Preto našli použitie v mnohých odvetviach priemyslu, ako napr. potravinársky, papierenský, textilný, využívajú sa ako inhibítory korózie, pomocné látky vo farmácii, kozmetike, atď.. Používajú sa aj v organickej syntéze, napríklad pri príprave nenasýtených zlúčenín ako medzifázové katalyzátory a pod.. Ich antibakteriálne účinky sa využívajú na dezinfekciu tak v nemocniciach, ako aj v školách, komunálnych zariadeniach a inde.

Organické amóniové soli sa pripravujú rôznymi spôsobmi, z nich najčastejšie reakciou halogenderivátov rôznej štruktúry s príslušnými terciárnymi amínmi za rozličných reakčných podmienok. Vznikajú obvykle produkty variabilnej čistoty a v kolísavom výťažku. Spôsob podľa vynálezu má tú výhodu, že sa reakcia môže uskutočniť v metanole, alebo metylkyanide, za rôznych podmienok teploty a reakčného času, pričom sa získajú produkty vysokej čistoty a vo vysokých výťažkoch. Zlúčeniny podľa vynálezu sú látky nové, doteraz v chemickej literatúre neopísané a zistili sa u nich doteraz neznáme účinky na mikroorganizmy.

Podstatou spôsobu prípravy N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidov všeobecného vzorca I. Podľa vynálezu je, že sa nechá reagovať N,N-dimetylaminoetylamid kyseliny 10-undecénovej všeobecného vzorca II



s 1-brómalkánmi všeobecného vzorca R-Br, kde R značí to isté ako v bode 1, v prostredí suchého metylkyanidu alebo metanole v rozmedzí teplôt 75° až 90 °C počas 18 až 22 hodín.

V príkladoch je uvedený spôsob prípravy podľa vynálezu, ako aj charakterizácia vybraných zlúčenín, uvádza sa ich antimikróbná aktivita zistená dilučným testom priamo v kultivačnom médiu. Účinnosť je uvedená ako minimálna inhibičná koncentrácia (MIC) v µg/ml voči Staphylococcus aureus, Escherichia coli a Candida albicans. Ďalej sú uvedené ich R<sub>F</sub> hodnoty (vyvíjacia sústava 1M HCl-acetón 1:9, detekcia Dragendorfovým činidlom v Muniérovej modifikácii). Príklady ilustrujú, ale neobmedzujú rozsah použitej metódy.

## Príklad 1

K 0,025 mol N,N-dimetylaminoetylamiidu kyseliny 10-undecénovej rozpusteného v 5 ml suchého metylkyanidu za laboratórnej teploty sa pridá 0,025 mol 1-brómhexánu. Reakčná zmes sa zahrieva 18 hodín pri teplote 90 °C. Po ochladení a oddestilovaní rozpúšťadla sa surový produkt, ktorým je N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-hexyldimetylamóniumbromid, prekryštalizuje do konštantnej teploty topenia zo suchého acetónu. Produkt má teplotu topenia 32° až 33 °C; elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 60,20/59,95; H: 10,34/10,42; N: 6,69/6,47; výťažok 85 % teórie;  $R_F$ : 0,28; MIC 9, 200, 70.

## Príklad 2

Pracovný postup je ten istý ako v príklade 1, s tým rozdielom, že do reakcie sa použil 1-brómoktán, rozpúšťadlom bol metylkyanid, reakčný čas 20 hodín, reakčná teplota 85 °C. Produkt N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-dimetyloktetylamóniumbromid mal t.t. 41,5° až 43 °C; elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 61,80/61,29; H: 10,60/10,39; N: 6,27/5,91; výťažok 81 % teórie;  $R_F$ : 0,33; MIC 1, 60, 50.

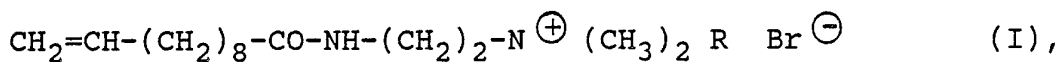
## Príklad 3

Pracovný postup je zhodný s postupom ako v príklade 1, do reakcie sa použil 1-brómdekán, rozpúšťadlom bol metanol, reakčná teplota 75 °C, reakčný čas 22 hodín. Produkt N-[2-(10-undecenoylamino)etyl]-N,N,N-decyldimetylamóniumbromid mal t.t. 83,5° až 84 °C; elementárna analýza % (vypočítané/zistené): C: 63,08/63,60; H: 10,80/11,20; N: 5,89/5,94; výťažok 79 % teórie;  $R_F$ : 0,36; MIC 1, 50, 9.

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

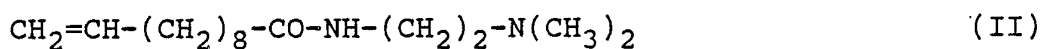
## P A T E N T O V É   N Á R O K Y

1. N-[2-(10-undecenoylamino)ethyl]-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidy všeobecného vzorca I.,



kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 2 až 14.

2. Spôsob prípravy N-[2-(10-undecenoylamino)ethyl]-N,N,N-alkyldimetylamóniumbromidov všeobecného vzorca I podľa bodu 1, vyznašujúci sa tým, že sa nechá reagovať N,N-dimetylaminoetylamid kyseliny 10-undecénovej všeobecného vzorca



s 1-brómalkánmi všeobecného vzorca R-Br, kde R značí to isté ako v bode 1, v prostredí suchého metylkyanidu alebo metanole v rozmedzí teplôt 75° až 90 °C počas 18 až 22 hodín.

---

Konec dokumentu

---