ПЕРЕХРЕСНЕ ПОСИЛАННЯ НА СПОРІДНЕНІ ЗАЯВКИ

Дана заявка стверджує перевагу попередньої заявки на патент США 63/313115, поданої 23 лютого 2022 року, яка включена в даний документ шляхом посилання в усій своїй повноті.

ГАЛУЗЬ ТЕХНІКИ

Даний винахід стосується силоксанових похідних амінокислот та способів їх синтезу, де силоксанові похідні мають поверхнево-активні властивості.

РІВЕНЬ ТЕХНІКИ

Поверхнево-активні речовини (молекули з поверхнево-активними властивостями) є важливим класом молекул із затребуваними характеристиками. Поверхнево-активні речовини можуть бути незарядженими, цвіттер-іонними, катіонними або аніонними. Часто ці сполуки являють собою амфіфільні молекули з нерозчинною у воді гідрофобною "хвостовою" групою та водорозчинною гідрофільною "головною" групою. Ці сполуки можуть адсорбуватися на поверхні контакту, такій як поверхня контакту між двома рідинами, рідиною і газом, або рідиною і твердою речовиною. У випадку стику між водою та олією, гідрофільна головна група простягається у воду, тоді як гідрофобний хвіст простягається в олію. При додаванні у воду гідрофільна головна група простягається у воду, а гідрофобний хвіст простягається у повітря. Наявність поверхнево-активної речовини порушує міжмолекулярну взаємодію між молекулами води, замінюючи її більш слабкими взаємодіями між молекулами води та поверхнево-активною речовиною. Це призводить до зниження поверхневого натягу, а також може служити для стабілізації поверхні розподілу.

При достатньо високих концентраціях поверхнево-активні речовини можуть утворювати агрегати, щоб обмежити вплив гідрофобного хвоста на полярний розчинник. Одним з таких агрегатів є міцела, в якій молекули розташовані у сфері з гідрофобними хвостами всередині сфери та гідрофільними головками зовні для взаємодії з полярним розчинником. Вплив даної сполуки на поверхневий натяг та концентрацію, при якій вона утворює міцели, може служити визначальними характеристиками для поверхнево-активної речовини.

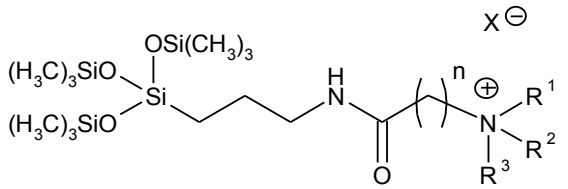
Поверхнево-активні речовини широко застосовуються в комерційних цілях у складах, починаючи від миючих засобів і закінчуючи засобами для догляду за волоссям і косметичними засобами. Сполуки з поверхнево-активними властивостями використовуються, серед іншого, як мило, миючі засоби, мастила, змочувальні засоби, піноутворювальні засоби та засоби, що підсилюють розтікання. Таким чином, існує постійна потреба в ідентифікації та синтезі таких сполук.

Однак виключно за своєю структурою може бути важко передбачити, чи матиме дана сполука поверхнево-активні властивості або необхідні поверхнево-активні властивості, необхідні для кінцевого використання, не кажучи вже про інші важливі характеристики, такі як динаміка адсорбції на поверхні розподілу, досяжний мінімальний поверхневий натяг та/або здатність змочувати гідрофобні та/або олеофобні поверхні, які також є невід'ємною частиною того, чи стане сполука придатною поверхнево-активною речовиною. Деякі амінокислоти та їх похідні, наприклад, є бажаними як будівельні блоки для поверхнево-активних речовин, але вибір того, які амінокислоти використовувати, далекий від інтуїтивного розуміння. Аналогічно, відомо, що деякі силоксани мають поверхнево-активні властивості, але також передбачити, який силоксан буде ефективним, дуже складно. Синтез таких сполук додає ще один аспект складності через відмінності розчинностей, пов'язаних з різними елементами та фрагментами, присутніми в одних і тих же молекулах. Залишається потреба у високоефективних поверхнево-активних речовинах, які можна легко синтезувати в комерційних масштабах за допомогою простих шляхів.

СУТЬ ВИНАХОДУ

У даному винаході представлені силоксанові похідні амінокислот, які мають поверхнево-активні властивості. Амінокислоти можуть зустрічатися у природі або бути синтетичними амінокислотами, або вони можуть бути отримані шляхом реакцій розкриття кільця молекул, таких як лактами, наприклад, капролактам. Амінокислоти можуть бути функціоналізовані різними типами силоксанових груп з утворенням сполук з поверхнево-активними властивостями. Характерно, що ці сполуки можуть мати низькі критичні концентрації міцел (CMC) та/або здатність зменшувати поверхневий натяг рідини.

У даному винаході представлені сполуки формули I, нижче:



Формула I

де R^1 і R^2 можуть бути однаковими або різними і містять щонайменше одну групу, вибрану з групи, що складається з C_1-C_6алкілу, необов'язково C_1-C_6алкіл може містити один або більше атомів кисню, азоту або сірки або груп, які містять щонайменше один з цих атомів, і алкільний ланцюг може бути необов'язково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбонілу, карбоксилу та карбоксилату;

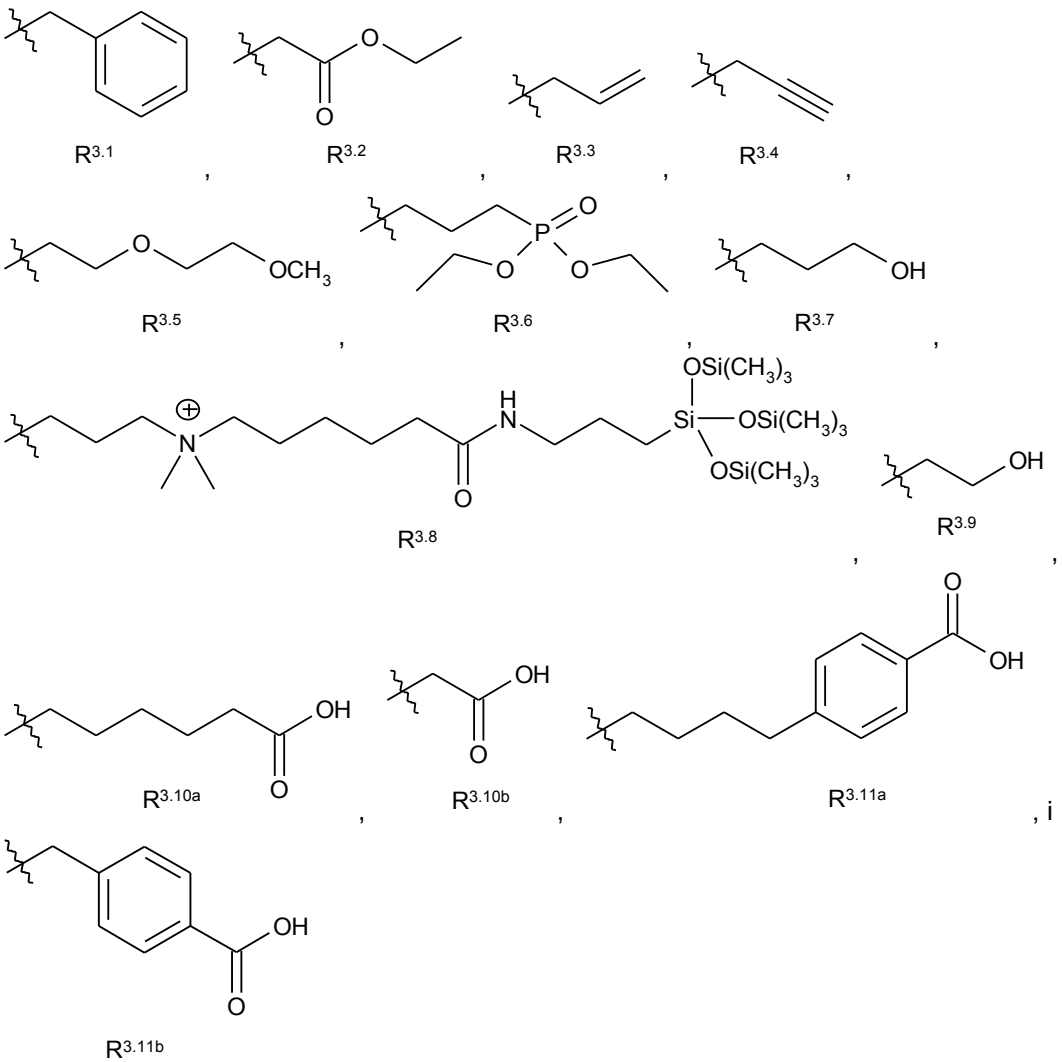
R^3 може бути вибраний із групи, що складається з алкенілу, алкінілу, ефіру, спирту, арилалкілу, алкоксиалкілового ефіру, алкілфосфату, C_3-C_8карбонової кислоти, C_1-C_{10}алкілбензойної кислоти або C_1-C_6лінкера, приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж або іншою;

n може являти собою ціле число від 1 до 12; і

X може бути вибраний із групи, що складається з хлориду, бромиду та йодиду.

Зокрема, R^3 може бути обраний із групи, що складається з C_2-C_{10}алкенілу, C_2-C_{10}алкінілу, C_2-C_{12}ефіру, C_1-C_{10}гідроксилу, бензилу, C_2-C_{12}алкоксиалкілового ефіру, алкілфосфату, C_3-C_8карбонової кислоти, C_1-C_5алкілбензойної кислоти або тривуглецевого лінкера, приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж, як і перша.

Більш конкретно, R^3 може бути обраний з групи, що складається з формул нижче:

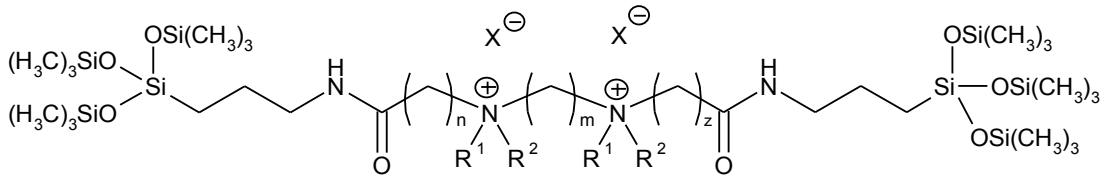


$R^{3.1}$, $R^{3.2}$, $R^{3.3}$, $R^{3.4}$, $R^{3.5}$, $R^{3.6}$, $R^{3.7}$, $R^{3.8}$, $R^{3.9}$, $R^{3.10a}$, $R^{3.10b}$, $R^{3.11a}$, і $R^{3.11b}$.

Додатковими сполуками, передбаченими даним винаходом, є сполуки формули I, де R^1 і R^2 являють собою метил.

Інші сполуки, представлені даним винаходом, являють собою сполуки формули I, де n дорівнює 5.

У даному винаході додатково представлені сполуки формули II, нижче:



Формула II

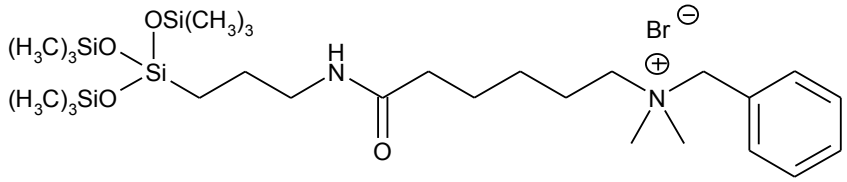
де R^1 і R^2 можуть бути однаковими або різними і містять щонайменше одну групу, вибрану з групи, що складається з C_1-C_6алкілу, необов'язково C_1-C_6алкіл може містити один або більше атомів кисню, азоту або сірки або груп, які містять щонайменше один з цих атомів, і алкільний ланцюг може бути необов'язково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбонілу, карбоксилу та карбоксилату;

n і z можуть бути вибрані незалежно з будь-якого цілого числа від 1 до 12;

m може являти собою будь-яке ціле число від 1 до 12; і

X може бути незалежно вибраний із групи, що складається з хлориду, бромиду та йодиду.

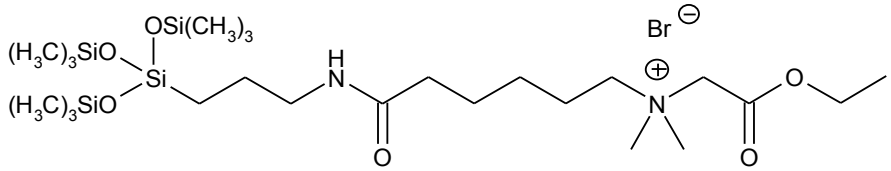
Однією конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 1, є N-бензил-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



Поверхнево-активна речовина 1

.

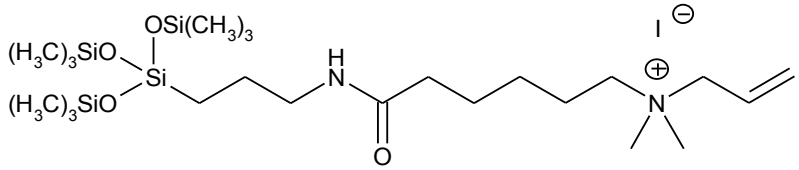
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 2, є N-(2-етокси-2-оксоетил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



Поверхнево-активна речовина 2

.

Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 3, є N-аліл-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:

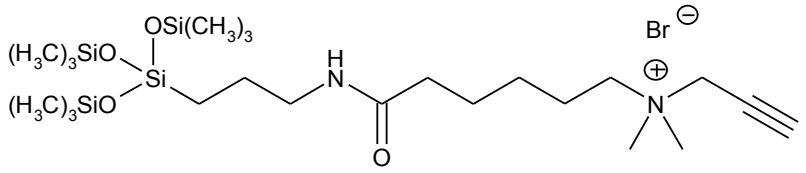


Поверхнево-активна речовина 3

.

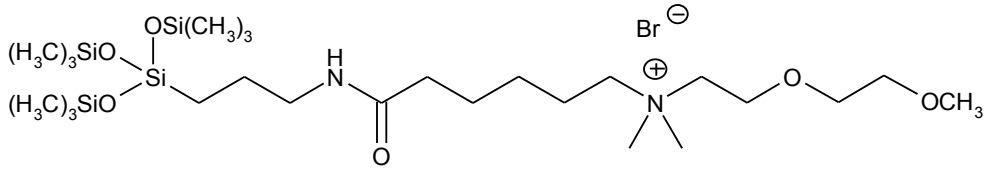
Додатковою конкретною сполукою, представленому в даному винаході і званою в даному

документі як поверхнево-активна речовина 4, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксо-N-(проп-2-ін-1-іл)гексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



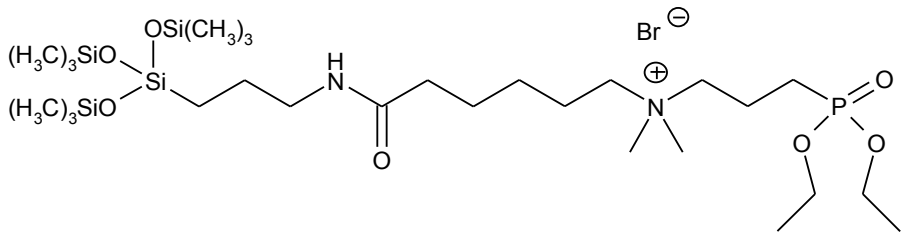
Поверхнево-активна речовина 4

Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 5, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-(2-метоксиетокси)етил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



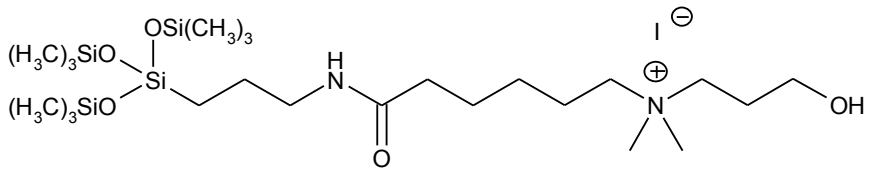
Поверхнево-активна речовина 5

Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 6, є N-(3-(діетоксифосфорил)пропіл)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



Поверхнево-активна речовина 6

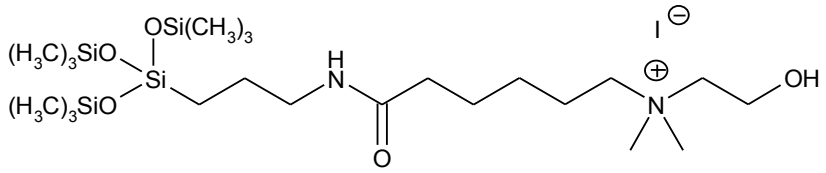
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 7, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(3-гідроксипропіл)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



Поверхнево-активна речовина 7

Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 8, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-

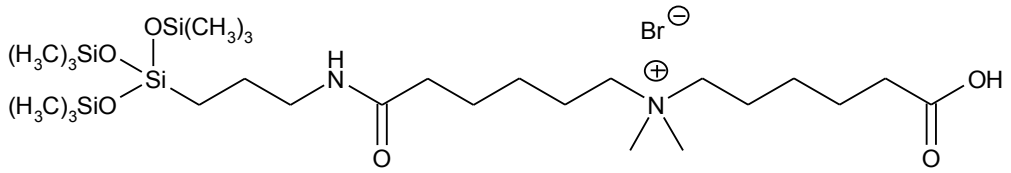
((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-гідроксиетил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійодид, що має таку формулу:



Поверхнево-активна речовина 8

.

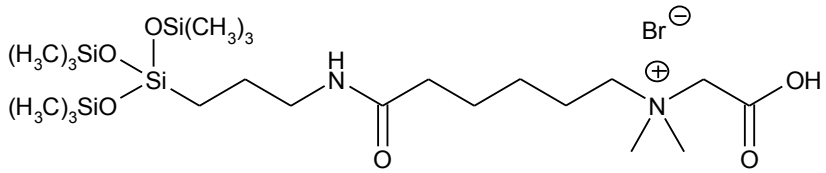
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 9a, є N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



Поверхнево-активна речовина 9a

.

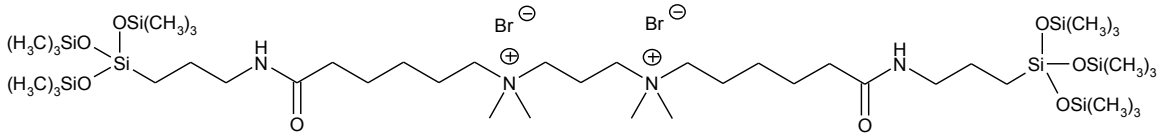
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 9b, є N-(карбоксиметил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



Поверхнево-активна речовина 9b

.

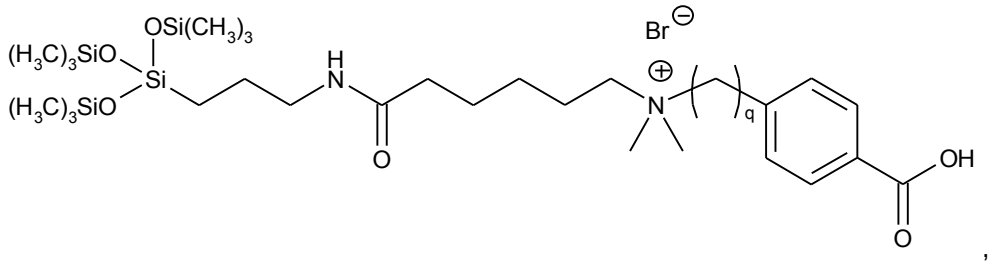
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 10, є N^1,N^3-біс(6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-6-оксогексил)-N^1,N^1,N^3,N^3-тетраметилпропан-1,3-діамінійдибромід, що має формулу:



Поверхнево-активна речовина 10

.

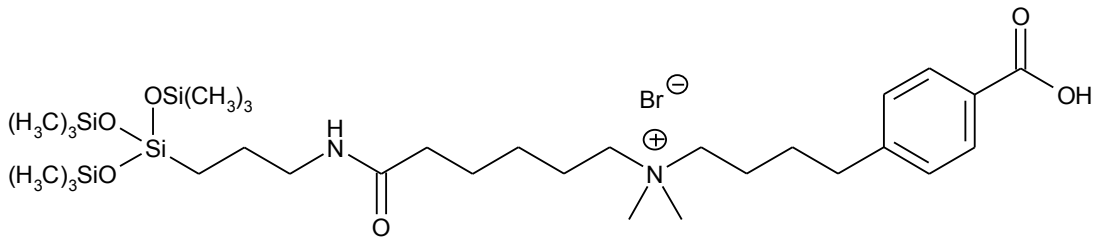
Додаткова група конкретних сполук, представлених в даному винаході і званих в даному документі як поверхнево-активна речовина 11, має загальну формулу:



,

де q може являти собою ціле число від 1 до 10.

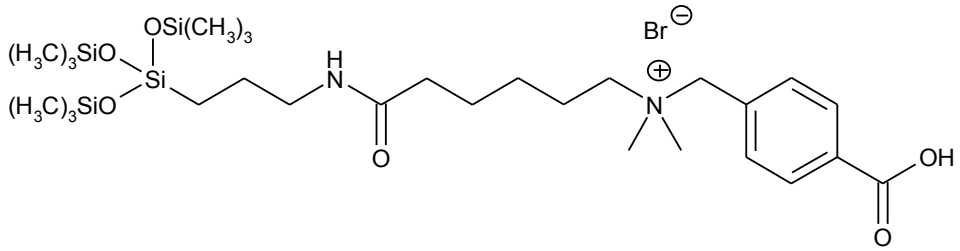
Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 11a, є N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має формулу:



Поверхнево-активна речовина 11a

.

Додатковою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 11b, є N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має формулу:



Поверхнево-активна речовина 11b

.

Вищезазначені та інші характеристики винаходу та спосіб їх досягнення стануть більш очевидними та будуть краще зрозумілими з посиланням на наступний опис варіантів здійснення, взятих у поєднанні з супровідними графічними матеріалами.

КОРОТКИЙ ОПИС ГРАФІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ

На фіг. 1 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 2, як описано в прикладі 2b.

На фіг. 2 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 2, як описано в прикладі 3b.

На фіг. 3 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 3, як описано в прикладі 4b.

На фіг. 4 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 4, як описано в прикладі 5b.

На фіг. 5 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 5, як описано в прикладі 6b.

На фіг. 6 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 6, як описано в прикладі 7b.

На фіг. 7 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної

речовини 7, як описано в прикладі 8b.

На фіг. 8 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 8, як описано в прикладі 9b.

На фіг. 9a показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 9a, як описано в прикладі 11b.

На фіг. 9b показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 9b, як описано в порівняльному прикладі A2.

На фіг. 10 показано графік залежності поверхневого натягу від концентрації поверхнево-активної речовини 10, як описано в прикладі 10b.

Як використовується в даному документі, фраза "в межах будь-якого діапазону, визначеного між будь-якими двома з вищезазначених значень" буквально означає, що будь-який діапазон може бути вибраний з будь-яких двох значень, перерахованих до такої фрази, незалежно від того, чи знаходяться значення в нижній частині переліку або у верхній частині переліку. Наприклад, пара значень може бути вибрана з двох менших значень, двох більших значень або меншого значення та більшого значення.

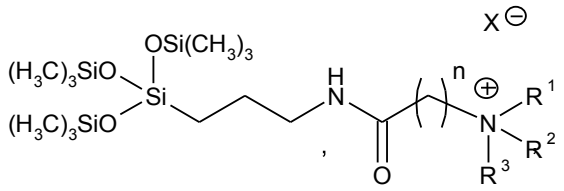
Як використовується в даному документі, слово "алкіл" означає будь-який насичений вуглецевий ланцюг, який може бути прямим або розгалуженим ланцюгом і може бути заміщений в будь-якій точці вуглецевого ланцюга.

Як використовується в даному документі, фраза "поверхнево-активна" означає, що асоційована сполука здатна знижувати поверхневий натяг середовища, в якому вона розчинена, та/або натяг на поверхні розподілу з іншими фазами, і, відповідно, може бути адсорбована на поверхні рідина/пар та/або інших поверхнях розподілу. До такої сполуки можна застосувати термін "поверхнево-активна речовина".

Стосовно термінології неточності, терміни "приблизно" та "близько" можуть використовуватися взаємозамінно для позначення вимірювання, яке включає вказане вимірювання, а також включає будь-які вимірювання, які є досить близькими до вказаного вимірювання. Вимірювання, які є досить близькими до вказаного вимірювання, відхиляються від вказаного вимірювання на досить невелику величину, як це розуміють і легко встановлюють спеціалісти, які мають звичайні навички у відповідних галузях техніки. Такі відхилення можуть бути пов'язані, наприклад, з похибкою вимірювання або незначними коригуваннями, внесеними для оптимізації продуктивності. У випадку, якщо буде визначено, що індивідууми, які мають звичайну кваліфікацію у відповідних галузях техніки, не зможуть легко встановити значення для таких обґрунтовано невеликих відмінностей, терміни "приблизно" та "близько" можна розуміти як такі, що означають плюс або мінус 10 % від вказаного значення.

Даний винахід стосується силоксанових похідних амінокислот. Амінокислоти можуть зустрічатися в природі або бути синтетичними, або вони можуть бути отримані в результаті реакцій розкриття кільця лактамів, таких як капролактам. Було показано, що сполуки за даним винаходом мають поверхнево-активні властивості і можуть бути застосовані, наприклад, як поверхнево-активні речовини та змочувальні засоби. Зокрема, в даному винаході представлені сполуки формули I, показані нижче:

У даному винаході представлені сполуки формули I, нижче:



Формула I

де R^1 і R^2 можуть бути однаковими або різними і містять щонайменше одну групу, вибрану з групи, що складається з C_1-C_6алкілу, необов'язково C_1-C_6алкіл може містити один або більше атомів кисню, азоту або сірки або груп, які містять щонайменше один з цих атомів, і алкільний ланцюг може бути необов'язково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбонілу, карбоксилу та карбоксилату;

R^3 може бути вибраний із групи, що складається з алкенілу, алкінілу, ефіру, спирту, арилалкілу, алкоксиалкілового ефіру, C_3-C_8карбонової кислоти, алкілфосфату або C_1-C_6лінкера, приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж або іншою;

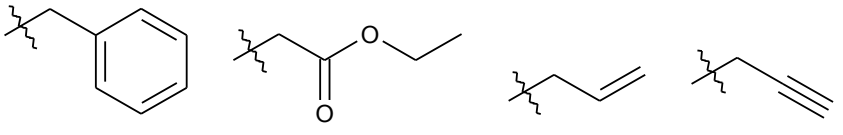
n може являти собою ціле число від 1 до 12; і

X може бути вибраний із групи, що складається з хлориду, бромиду та йодиду.

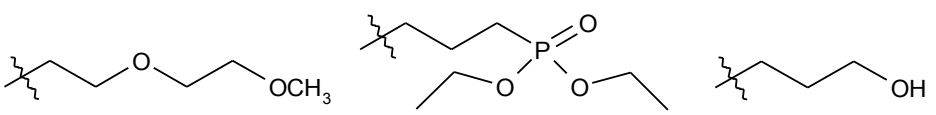
Зокрема, R^3 може являти собою C_2-C_{10}алкеніл, C_2-C_{10}алкініл, C_2-C_{12} складний ефір, C_1-C_{10}гідроксил, бензил, C_2-C_{12}алкоксиалкіловий ефір, алкілфосфат, C_3-C_8карбонову кислоту, C_1-

C_{10}алкілбензойну кислоту або тривуглецевий лінкер, приєднаний до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж.

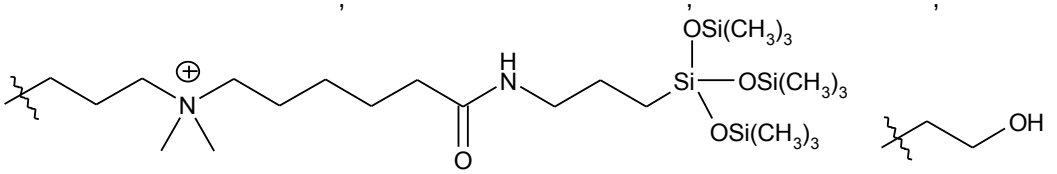
Більш конкретно, R^3 може бути обраний з групи, що складається з формул нижче:



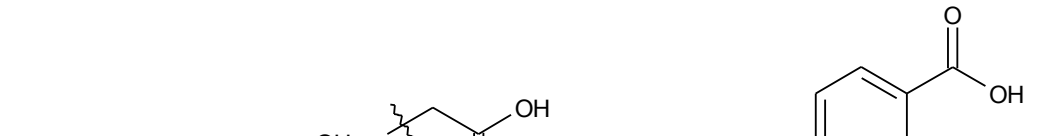
$R^{3.1}$, $R^{3.2}$, $R^{3.3}$, $R^{3.4}$,



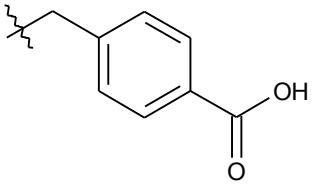
$R^{3.5}$, $R^{3.6}$, $R^{3.7}$,



$R^{3.8}$, $R^{3.9}$,



$R^{3.10a}$, $R^{3.10b}$, $R^{3.11a}$, і



$R^{3.11b}$.

Додатковими сполуками, передбаченими даним винаходом, є сполуки формули I, де R^1 і R^2 являють собою метил.

Інші сполуки, представлені даним винаходом, являють собою сполуки формули I, де n дорівнює 5.

Як використовується в даному документі, фраза "n може являти собою ціле число від 1 до 12" означає, що n може дорівнювати 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 та/або 12 або знаходитися в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_1-C_6алкіл" означає нерозгалужену або розгалужену алкільну групу, що містить 1, 2, 3, 4, 5 та/або 6 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_1-C_6лінкер" означає нерозгалужений або розгалужений алкільний ланцюг, що містить 1, 2, 3, 4, 5 та/або 6 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_2-C_{10}алкеніл" означає алкенільну групу з нерозгалуженим або розгалуженим ланцюгом, що містить 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 та/або 10 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_2-C_{10}алкініл" означає нерозгалуженим або розгалужену алкінільну групу, що містить 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 та/або 10 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "складний ефір C_2-C_{12}" означає нерозгалужену або розгалужену складноефірну групу, що має загалом 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 та/або 12 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як

кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_2-C_{12}алкокси алкільний ефір" означає нерозгалужену або розгалужену алкоксиалкільну ефірну групу, що має в цілому 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 та/або 12 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_1-C_{10}гідроксил" означає гідроксил, приєднаний до нерозгалуженої або розгалуженої алкільної групи, що містить 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 та/або 10 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "C_3-C_8карбонова кислота" означає карбонову кислотну групу, приєднану до нерозгалуженої або розгалуженої алкільної групи з вмістом 3, 4, 5, 6, 7 та/або 8 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

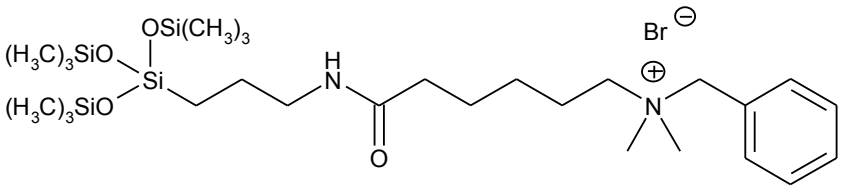
Як використовується в даному документі, фраза "C_1-C_{10}алкілбензойна кислота" означає групу бензойної кислоти, приєднану до нерозгалуженої або розгалуженої алкільної групи, що містить 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 та/або 10 атомів вуглецю, або число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "n і z можуть бути вибрані незалежно з будь-якого цілого числа від 1 до 12" означає, що n і z можуть незалежно дорівнювати 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 та/або 12 або знаходитися в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Як використовується в даному документі, фраза "m може являти собою будь-яке ціле число від 1 до 12" означає, що m може дорівнювати 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 та/або 12 або являти собою число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

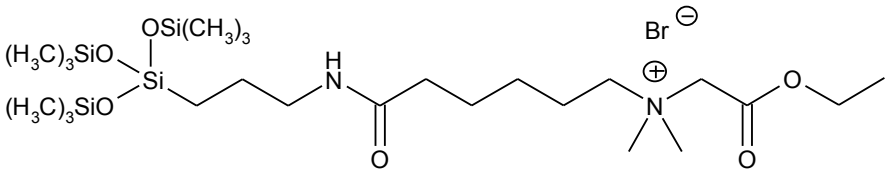
Як використовується в даному документі, фраза "q може являти собою будь-яке ціле число від 1 до 10" означає, що q може дорівнювати 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 та/або 10 або являти собою число в межах будь-якого діапазону, включаючи будь-які два з вищезазначених як кінцеві точки.

Однією конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 1, є N-бензил-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



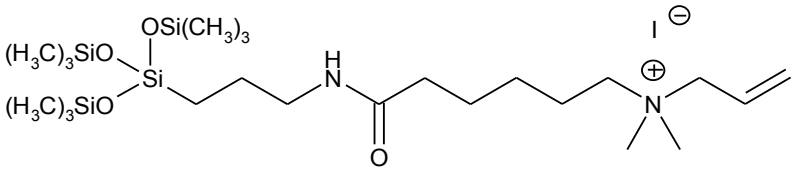
.

Другою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі поверхнево-активною речовиною 2, є N-(2-етокси-2-оксоетил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:

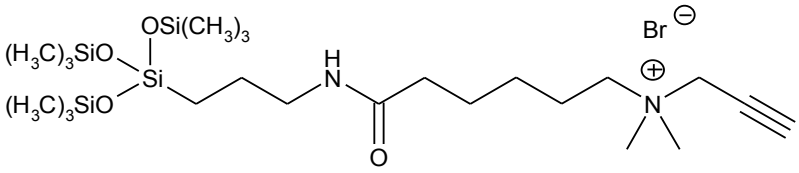


.

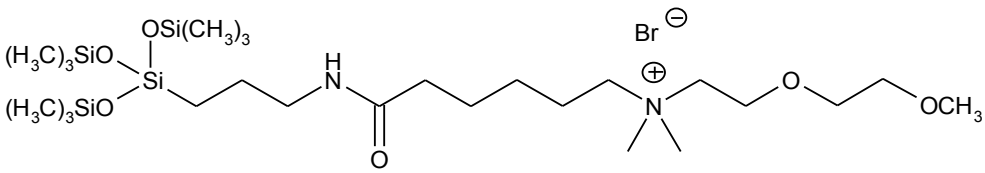
Третьою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 3, є N-аліл-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



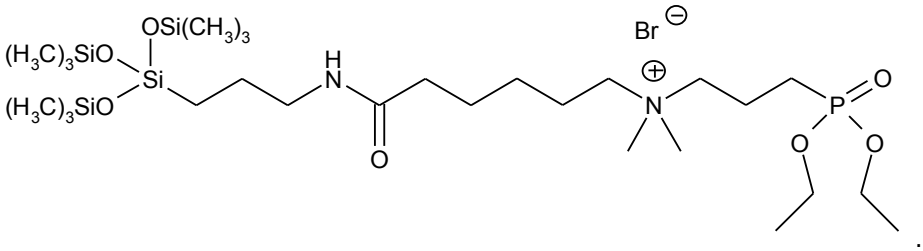
Четвертою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 4, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксо-N-(проп-2-ін-1-іл)гексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



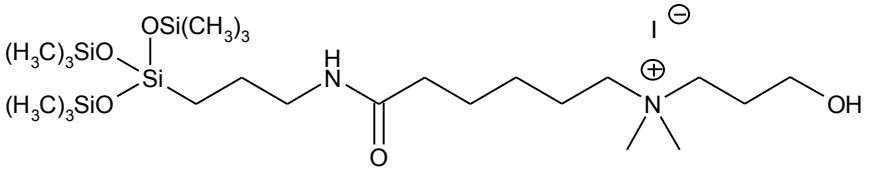
П'ятою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 5, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-(2-метоксиетокси)етил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



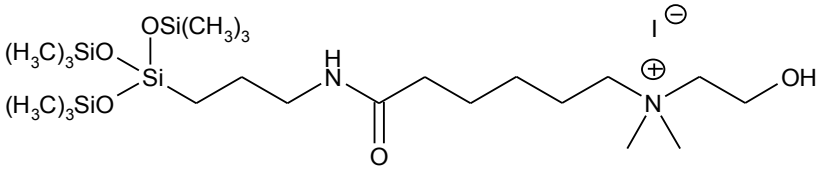
Шостою специфічною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 6, є N-(3-(діетоксифосфорил)пропіл)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



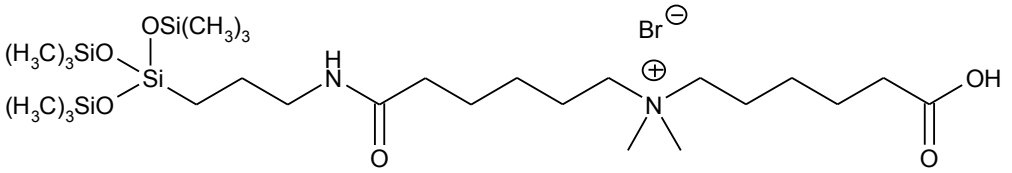
Сьомою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 7, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(3-гідроксипропіл)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



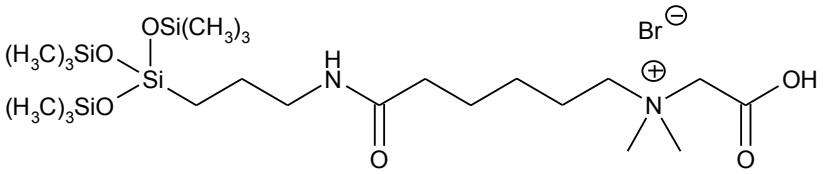
Восьмою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 8, є 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-гідроксиетил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



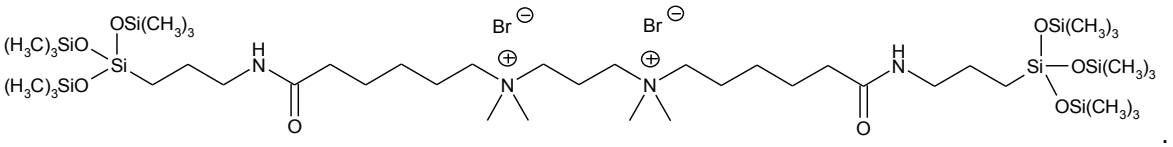
Дев'ятою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 9a, є N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



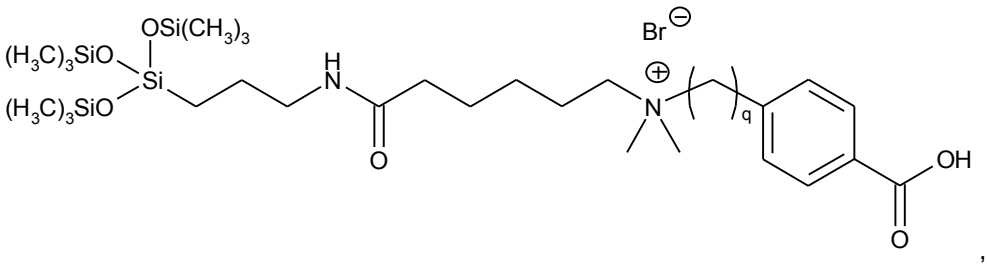
Десятою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 9b, є N-(карбоксиметил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має наступну формулу:



Одинадцятою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 10, являє собою N^1,N^3-біс(6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-6-оксогексил)-N^1,N^1,N^3,N^3-тетраметилпропан-1,3-діамінійдибромід, що має формулу:

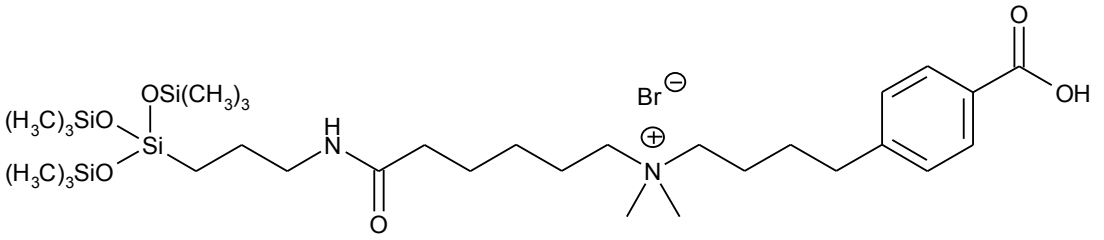


Додаткова група конкретних сполук, представлених в даному винаході і званих в даному документі як поверхнево-активна речовина 11, має загальну формулу:

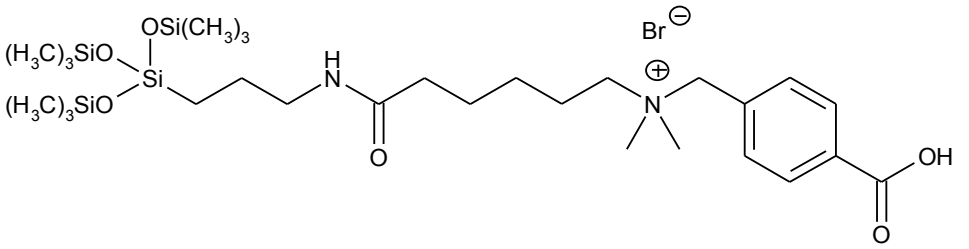


де q може являти собою ціле число від 1 до 10.

Дванадцятою конкретною сполукою, представленою в даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 11a, є N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має формулу:



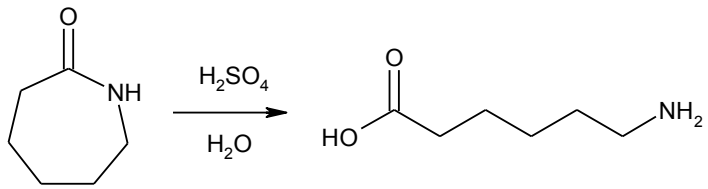
Тринадцятою конкретною сполукою, представленою у даному винаході і званою в даному документі як поверхнево-активна речовина 11b, є N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має формулу:



Ці сполуки можуть бути синтезовані різними способами. Один такий спосіб включає реакцію амінокислоти, такої як N-алкільована або N-ацильована амінокислота, з силоксаном для перетворення С-кінця амінокислоти на потрібне силоксанове похідне. N-кінець амінокислоти може бути додатково алкільований з отриманням, наприклад, четвертинного аміну.

Амінокислота може зустрічатися у природі або бути синтетичною або може бути отримана в результаті реакції розкриття кільця лактаму, такого як капролактам. Реакція розкриття кільця може бути реакцією, каталізованою кислотою або лугом, і приклад реакції, каталізованої кислотою, показаний нижче на схемі 1.

СХЕМА 1

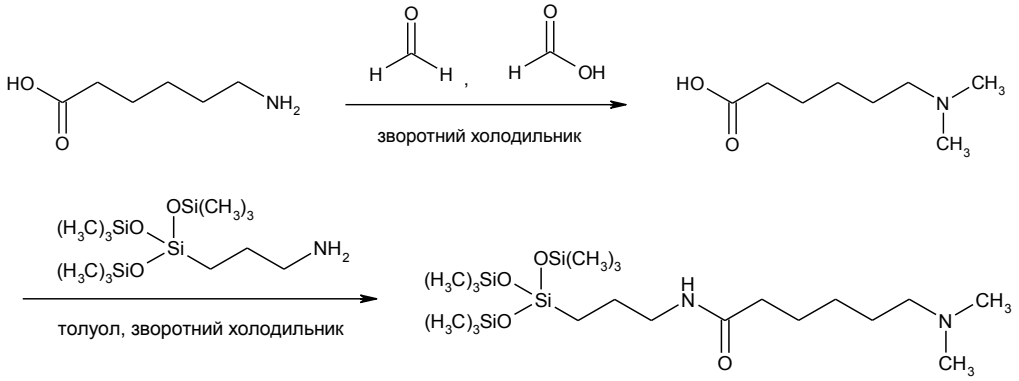


Амінокислота може мати від 1 до 12 атомів вуглецю між N- і С-кінцями, наприклад, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 або 12 атомів вуглецю. Алкільний ланцюг може бути розгалуженим або прямим. Алкільний ланцюг може бути перерваний азотом, киснем або сіркою. Алкільний ланцюг може бути додатково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбоксилу та карбоксилату. N-кінцевий азот може бути ацильованим або алкільованим з однією або більше алкільними групами. Наприклад, амінокислота може являти собою 6- (диметиламіно)гексанову кислоту.

Силоксан може бути заміщений однією або більше алкоксигрупами, такими як метокси, етокси, ізопропокси, третинний бутокси та інші. Силоксан може бути додатково заміщений однією або більше алкільними групами, такими як пропіл, де алкільна група може бути додатково заміщена відповідною функціональною групою, щоб забезпечити зв'язування силоксану з амінокислотою, такою як азот. Наприклад, силоксан може являти собою 3-амінопропілтрис(триметилсилокси)силан.

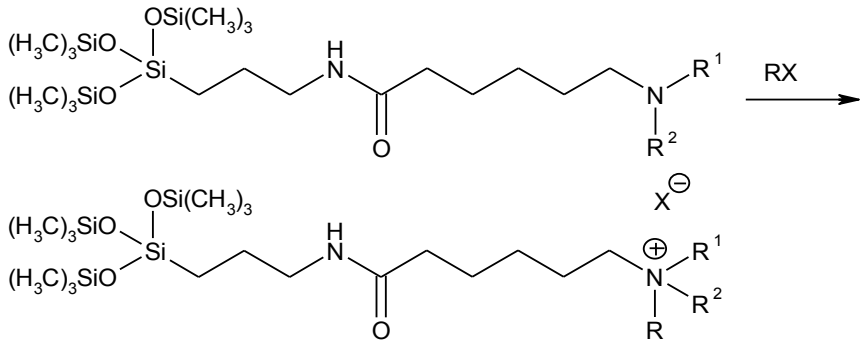
Силоксанове похідне амінокислоти може бути синтезоване, як показано нижче на схемі 2. Як показано, 6-аміногексанова кислота може бути алкільована на N-кінці шляхом обробки формальдегідом у мурашиній кислоті зі зворотнім холодильником з отриманням 6-(диметиламіно)гексанової кислоти. Потім вільну карбонову кислоту з'єднують з 3-амінопропіл(трисметилсилокси)силаном у киплячому толуолі з отриманням потрібного силоксанового похідного.

СХЕМА 2



N-кінцевий азот може бути додатково дериватизований для модифікації або поліпшення розчинності у воді та поверхнево-активних властивостей. Схема синтезу зразка показана нижче на схемі 3, в якій N-кінцевий азот алкілюється з утворенням четвертинного аміну.

СХЕМА 3



Придатні алкілювальні засоби можуть включати, наприклад, бензилбромид, етилбромацетат, алілілйодид, пропаргілбромид, 1-бром-2-(2-метоксиетокси)етан, бромфосфонат, 3-йодпропанол, 3-бромпропанол, 2-йодетанол, 2-брометанол, 6-бромгексанову кислоту, 4-(4-бромбутил)бензойну кислоту та 4-(бромметил)бензойну кислоту. Дві молекули формули I можуть бути зв'язані шляхом обробки N-кінцевого азоту дифункціональним алкілювальним засобом, таким як, наприклад, 1,3-дибромпропан.

Сполуки за даним винаходом демонструють поверхнево-активні властивості. Ці властивості можуть бути виміряні та описані різними способами. Одним способом, за допомогою якого можна описати поверхнево-активні речовини, є критична концентрація міцели (CMC) молекули. CMC можна визначити як концентрацію поверхнево-активної речовини, при якій утворюються міцели, і вище якої вся додаткова поверхнево-активна речовина вбудовується в міцели.

Наприклад, сполуки формули (I) можуть мати критичну концентрацію міцел (CMC) від приблизно 0,0010 ммоль до приблизно 10,0000 ммоль, або від 0,0500 ммоль до приблизно 5,0000 ммоль, або від приблизно 0,0500 ммоль до приблизно 2,0000 ммоль, або від приблизно 0,0600 ммоль до приблизно 1,3600 ммоль, або число в будь-якому діапазоні, визначеному між будь-якими двома з вищезазначених значень як кінцеві точки.

Зі збільшенням концентрації поверхнево-активної речовини поверхневий натяг зменшується. Після того, як поверхня повністю покрита молекулами поверхнево-активної речовини, починають утворюватися міцели. Ця точка представляє CMC, а також мінімальний поверхневий натяг. Подальше додавання поверхнево-активної речовини не впливатиме на поверхневий натяг. Тому CMC можна виміряти, спостерігаючи за зміною поверхневого натягу в залежності від концентрації поверхнево-активної речовини. Одним таким способом вимірювання цього значення є метод змочування пластин Вільгельмі. Пластина Вільгельмі, як правило, являє собою тонку іридієво-платинову пластину, прикріплену до ваг дротом і розміщену перпендикулярно поверхні розділу повітря-рідина. Ваги використовуються для вимірювання сили, що прикладається до пластини шляхом змочування. Потім це значення використовується для розрахунку поверхневого натягу (γ) відповідно до рівняння 1:

Рівняння 1: $\gamma = F/l \cos \theta$

де l дорівнює змоченому периметру (2w+2d, де w і d являють собою товщину і ширину пластини відповідно), а cos θ, кут контакту між рідиною і пластиною, вважається рівним 0 за відсутності існуючого літературного значення.

Іншим параметром, що використовується для оцінки ефективності поверхнево-активних речовин, є

динамічний поверхневий натяг. Динамічний поверхневий натяг являє собою значення поверхневого натягу для певної поверхні або віку поверхні розподілу. У випадку рідин з додаванням поверхнево-активних речовин він може відрізнятися від рівноважного значення. Безпосередньо після отримання поверхні поверхневий натяг дорівнює натягу чистої рідини. Як описано вище, поверхнево-активні речовини зменшують поверхневий натяг; отже, поверхневий натяг знижується до досягнення рівноважного значення. Час, необхідний для досягнення рівноваги, залежить від швидкості дифузії та швидкості адсорбції поверхнево-активної речовини.

Значення плато мінімального поверхневого натягу, яке може бути досягнуто для сполук формули (I), може становити від приблизно 10,00 мН/м до приблизно 28,00 мН/м, або від приблизно 20,00 мН/м до приблизно 25 мН/м, або від приблизно 20,00 мН/м до приблизно 23,00 мН/мм, або число в межах будь-якого діапазону, визначеного між будь-якими двома з вищезазначених значень як кінцеві точки.

Один спосіб, за допомогою якого вимірюється динамічний поверхневий натяг, ґрунтується на тензіометрі тиску бульбашок. Цей пристрій вимірює максимальний внутрішній тиск бульбашки газу, яка утворюється в рідині за допомогою капіляра. Виміряне значення відповідає поверхневому натягу при певному поверхневому віці, часу від початку утворення бульбашок до настання максимуму тиску. Залежність поверхневого натягу від поверхневого віку можна виміряти, змінюючи швидкість, з якою утворюються бульбашки.

Поверхнево-активні сполуки також можуть бути оцінені за їх змочувальною здатністю на твердих підкладках, що вимірюється кутом контакту. Коли крапля рідини контактує з твердою поверхнею в третьому середовищі, такому як повітря, між рідиною, газом і твердою речовиною утворюється трифазна лінія. Кут між вектором одиниці поверхневого натягу, що діє на трифазну лінію і дотичною на краплю рідини, і поверхнею описується як кут контакту. Кут контакту (також відомий як кут змочування) являє собою міру змочуваності твердої речовини рідиною. У разі повного змочування рідина повністю розподіляється по твердому тілу, а кут контакту дорівнює 0°. Змочувальні властивості, як правило, вимірюються для даної сполуки в концентрації 1-10× CMC; однак, це властивість не залежить від концентрації. Таким чином, вимірювання властивостей змочування можуть бути виміряні при концентраціях, які є вищими або нижчими.

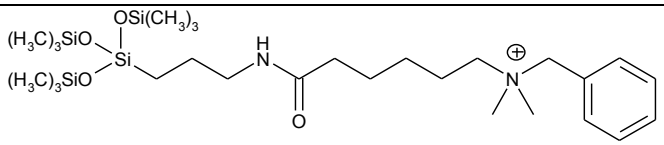
В одному способі для вимірювання кута контакту може використовуватися гоніометр кута оптичного контакту. Цей пристрій використовує цифрову камеру та програмне забезпечення для вилучення кута контакту шляхом аналізу форми контуру сидячої краплі рідини на поверхні.

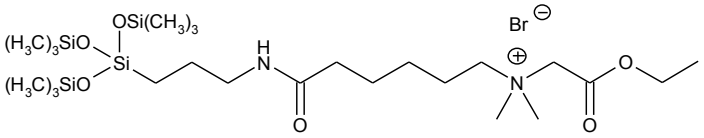
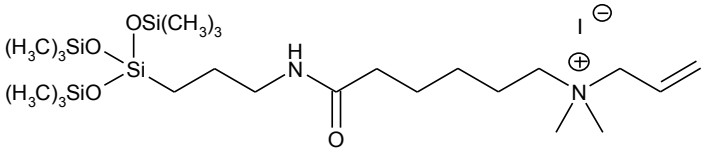
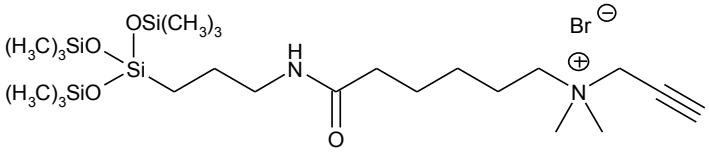
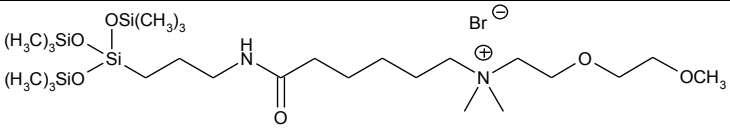
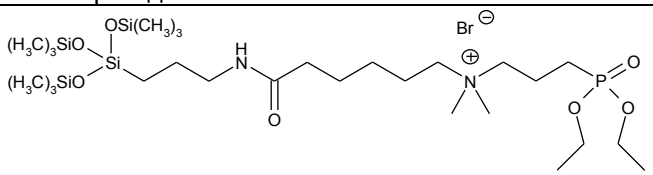
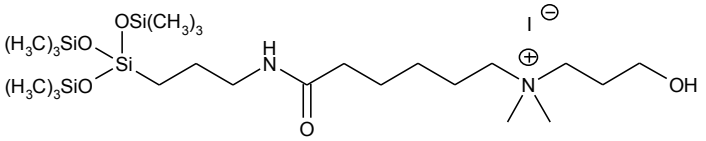
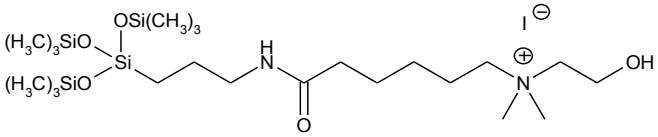
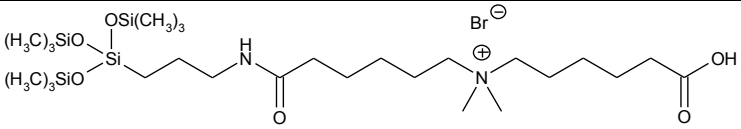
Потенційні варіанти застосування поверхнево-активних сполук за даним винаходом включають склади для застосування в якості шампунів, кондиціонерів для волосся, миючих засобів, сухих розчинів для ополіскування, засобів для очищення підлоги та килимів, миючих засобів для видалення графіті, зволожувальних засобів для захисту рослин, допоміжних речовин для захисту рослин та зволожувальних засобів для аерозольних покриттів.

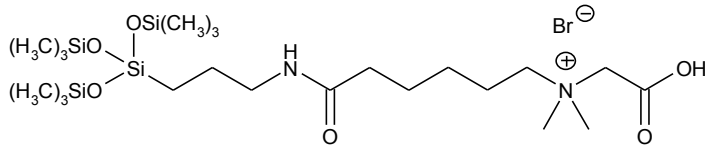
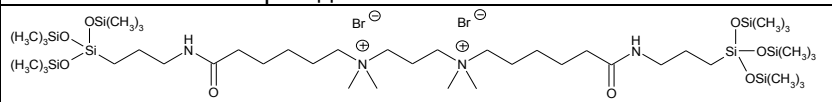
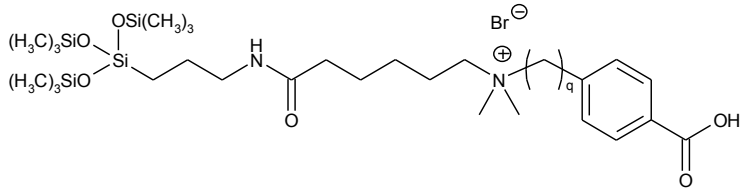
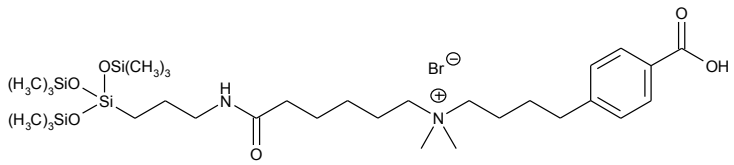
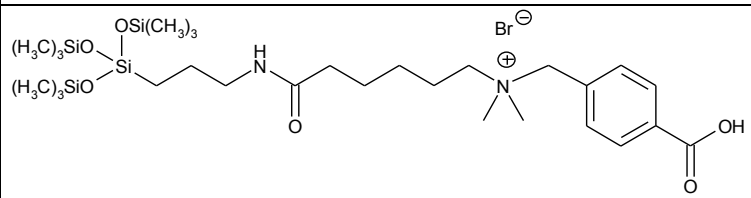
Спеціалісту в даній галузі буде зрозуміло, що невеликі відмінності між сполуками можуть призвести до суттєво різних властивостей поверхнево-активної речовини, так що різні сполуки можуть бути використані з різними субстратами в різних варіантах застосування. Спеціалісту в даній галузі буде додатково зрозуміло, що властивості поверхнево-активної речовини не можуть бути передбачуваними на основі хімічної структури, як додатково продемонстровано нижче. Наприклад, поверхнево-активні речовини 9a та 9b, які відрізняються лише кількістю метиленових груп у R3, демонструють різні властивості поверхнево-активної речовини. Дивно, але поверхнево-активна речовина 9b демонструє відмінну активність, як описано нижче, тоді як поверхнево-активна речовина 9a демонструє нижчі поверхнево-активні властивості.

Наступні необмежувальні варіанти здійснення представлені для демонстрації різних властивостей різних поверхнево-активних речовин. У таблиці 1 нижче короткі назви поверхнево-активних речовин корелюють з відповідними хімічними структурами.

Таблиця 1

Поверхнево-активна речовина	Формула і назва
Поверхнево-активна речовина 1	 N-бензил-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід

Поверхнево-активна речовина 2	 N-(2-етокси-2-оксоетил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 3	 N-аліл-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійодид
Поверхнево-активна речовина 4	 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксо-N-(проп-2-ін-1-іл)гексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 5	 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3- ((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-(2-метоксиетокси)етил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 6	 N-(3-(діетоксифосфорил)пропіл)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 7	 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(3-гідроксипропіл)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійодид
Поверхнево-активна речовина 8	 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-гідроксиетил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійодид
Поверхнево-активна речовина 9а	 N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід

Поверхнево-активна речовина 9b	 N-(карбоксиметил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 10	 N^1,N^3-біс(6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-6-оксогексил)-N^1,N^1,N^3,N^3-тетраметилпропан-1,3-діамінійдибромід
Поверхнево-активна речовина 11	
Поверхнево-активна речовина 11a	 N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід
Поверхнево-активна речовина 11b	 N-(4-карбоксибензил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід

Ці сполуки можуть бути ефективними як поверхнево-активні засоби, придатні для змочувальних або піноутворювальних засобів, диспергаторів, емульгаторів та миючих засобів, серед інших варіантів застосувань.

Кількість сполук, описаних у даному документі, що застосовують у складі, може становити приблизно 0,001 мас. %, приблизно 0,05 мас. %, приблизно 0,1 мас. %, приблизно 0,5 мас. %, приблизно 1 мас. %, приблизно 2 мас. % або приблизно 5 мас. %, або приблизно 8 мас. %, приблизно 10 мас. %, приблизно 15 мас. %, приблизно 20 мас. % або приблизно 25 мас. %, або число в межах будь-якого діапазону, визначеного між будь-якими двома з вищезазначених значень.

ПРИКЛАДИ

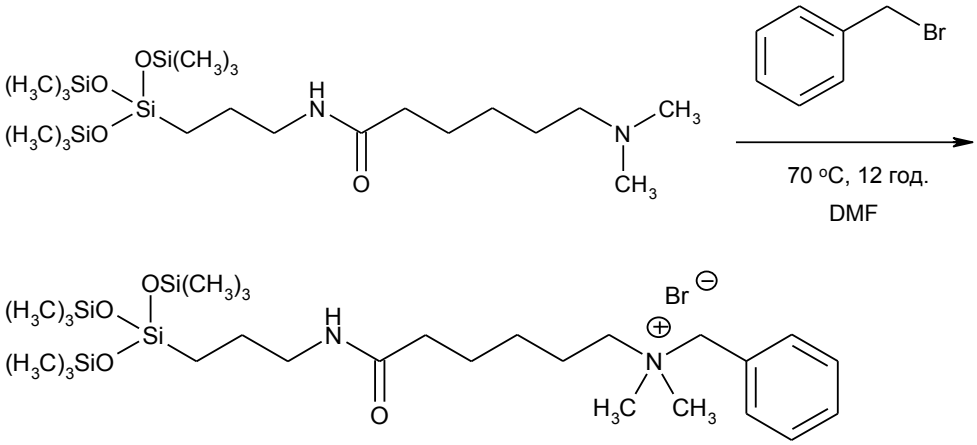
Спектроскопію ядерного магнітного резонансу (ЯМР) проводили на спектрометрі Bruker з частотою 500 МГц. Критичну концентрацію міцел (CMC) визначали методом змачування пластин Вільгельмі при 23 °C за допомогою тензіометра (DCAT 11, DataPhysics Instruments GmbH), оснащеного Pt-Ir пластиною. Динамічний поверхневий натяг визначали за допомогою тензіометра тиску бульбашок (Krüss BP100, Krüss GmbH), при 23 °C. Кут контакту визначали за допомогою гоніометра кута оптичного контакту (OCA 15 Pro, DataPhysics GmbH), оснащеного цифровою камерою.

Приклад 1. Синтез 6-(диметиламіно)-N-(3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)гексанаміду

6-(диметиламіно)гексанову кислоту (2,00 г, 12,56 ммоль, 1 еквівалент) розчиняли в толуолі (50 мл) у круглодонній киплячій колбі об'ємом 100 мл, оснащеній пасткою Діна-Старка, потім додавали 3-амінопропілтрис(триметилсилокси)силан (5,48 мл, 13,81 ммоль, 1,1 екв.). Реакційну судину нагрівали, і реакційну суміш кип'ятили зі зворотним холодильником протягом 24 годин до тих пір, поки в пробірці

Діна-Старка більше не відділялася вода. Розчинник видаляли під вакуумом з отриманням потрібного силоксанового похідного у вигляді олії жовтого кольору з виходом 94 %. ^{1}H ЯМР (500 МГц, DMSO) δ: 0,09 (s, 27H), 0,28-0,31 (m, 2H), 1,12-1,26 (m, 2H), 1,27-1,30 (m, 4H), 1,38-1,41 (m, 2H), 1,94 (t, J=7,3 Гц, 2H), 2,00 (s, 6H), 2,06-2,03 (m, 2H), 2,89 (dd, J=12,9, 6,8 Гц, 2H).

Приклад 2a. Синтез N-бензил-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3- ((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 1)

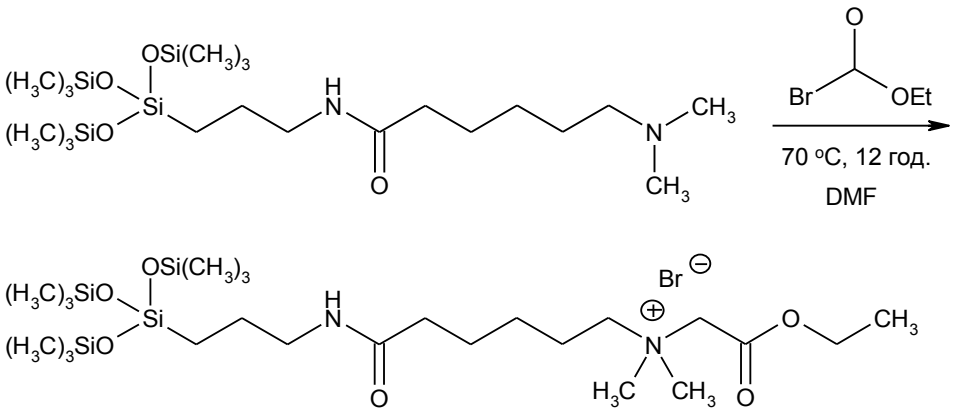


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (15 мл). Додавали бензилбромід (518 мг, 3,03 ммоль) і суміш нагрівали до 70 °C протягом 12 годин. Розчинник видаляли під вакуумом, а неочищений продукт двічі промивали ацетоном для видалення надлишку бензилбромиду та отримання поверхнево-активної речовини 1 у вигляді твердої речовини жовтого кольору (1,1 г).

Приклад 2b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 1

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 1. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 9,883 ммоль при значенні pH 8. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило близько 20,67 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 1.

Приклад 3a. Синтез N-(2-етокси-2-оксоетил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 2)



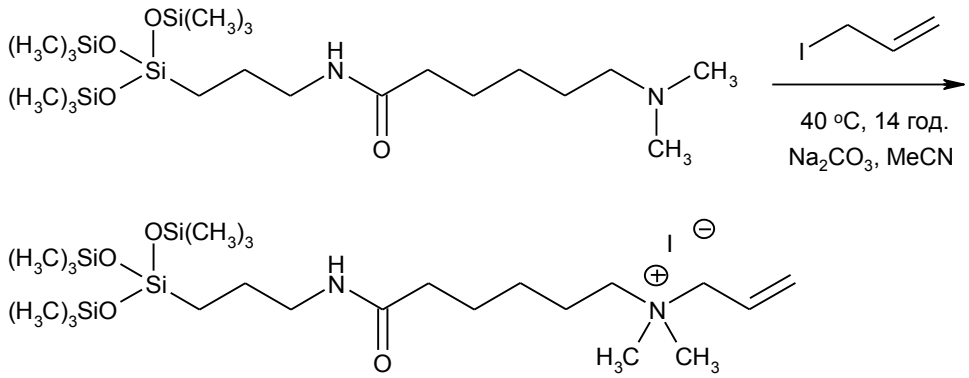
Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1 г, 2,02 ммоль), розчиняли в DMF (15 мл) і додавали етилбромацетат (0,25 мл, 2,4 ммоль). Суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли під вакуумом, а неочищений продукт двічі промивали гексаном з отриманням поверхнево-активної речовини 2 у вигляді рідини коричневого кольору (900 мг).

Приклад 3b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 2

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 2. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,2171 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна

речовина, становило приблизно 20,36 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 2.

Приклад 4a. Синтез N-аліл-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодиду (поверхнево-активна речовина 3)

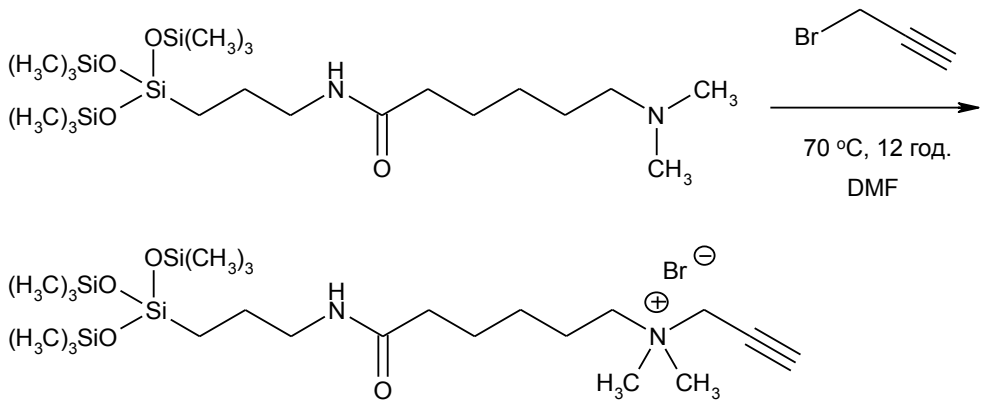


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), додавали до ацетонітрилу (10 мл), а потім карбонату натрію (0,26 г), а потім алілілійодиду (674 мг). Реакцію суміш кип'ятили зі зворотнім холодильником протягом 14 годин при 40 °C. Залишковий карбонат натрію видаляли фільтрацією і фільтрат концентрували. Неочищений продукт двічі промивали гексаном для видалення надлишку алілйодиду з отриманням поверхнево-активної речовини 3 у вигляді рідини коричневого кольору (850 мг).

Приклад 4b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 3

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 3. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 1,3599 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,67 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 3.

Приклад 5a. Синтез 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксо-N-(проп-2-ін-1-іл)гексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 4)

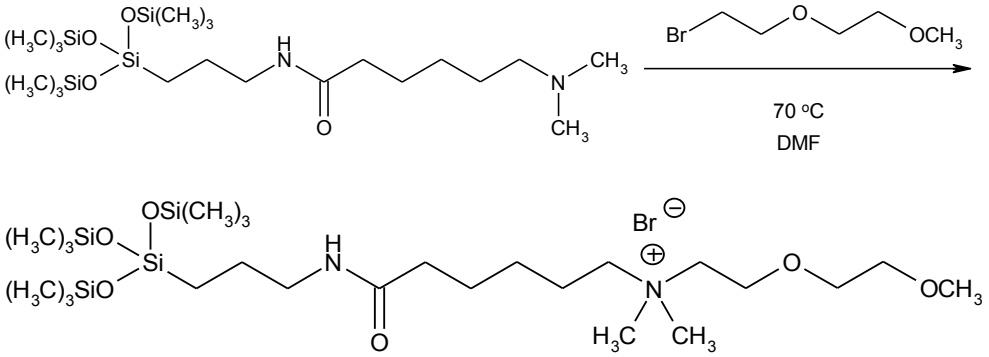


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (15 мл). Додавали пропаргілбромід (674 мг, 2,4 ммоль) і суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли під вакуумом, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 4 у вигляді рідини коричневого кольору (850 мг).

Приклад 5b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 4

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 4. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,2419 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,54 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 4.

Приклад 6a. Синтез 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-(2-метоксиетокси)етил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 5)

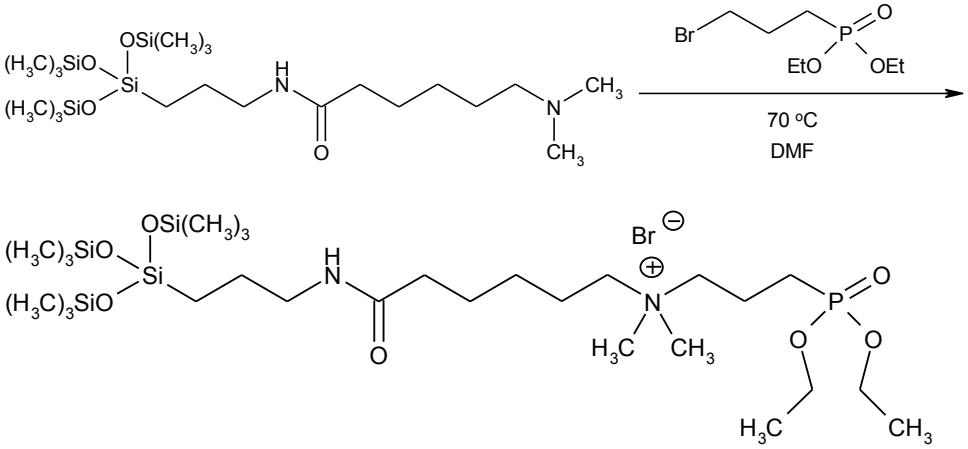


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (15 мл). Додавали1-бром-2-(2-метоксиетокси)етан (2,4 ммоль) і суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли під вакуумом, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 5 у вигляді рідини коричневого кольору (800 мг).

Приклад 6b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 5

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 5. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,4622 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,40 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 5.

Приклад 7a. Синтез N-(3-(діетоксифосфорил)пропіл)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 6)



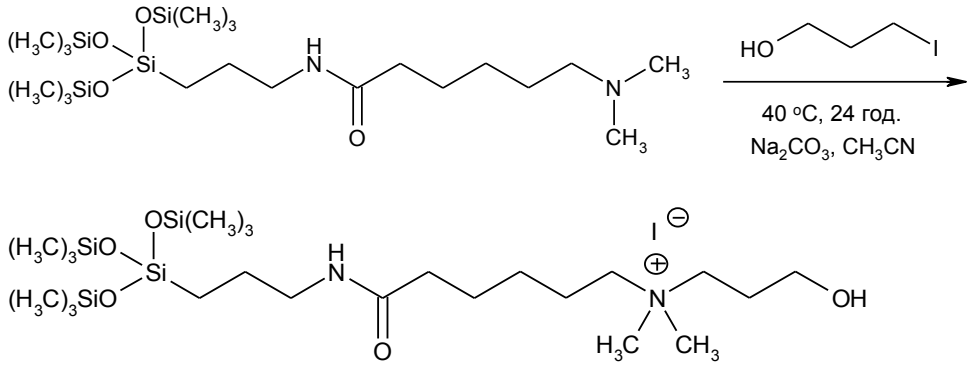
Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (20 мл). Додавали бромофосфонат (4,04 ммоль) і суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли під вакуумом, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 6 у вигляді рідини коричневого кольору (900 мг).

Приклад 7b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 6

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 6. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,3989 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,48 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 6.

Приклад 8a. Синтез 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(3-гідроксипропіл)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодиду (поверхнево-активна

речовина 7)

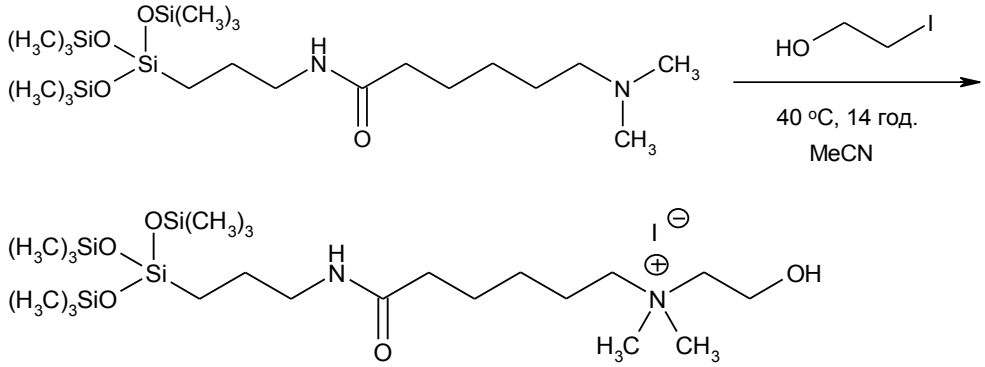


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в ацетонітрилі (10 мл). Додавали карбонат натрію (0,26 г), а потім 3-йодпропанол (674 мг). Суміш перемішували протягом 24 годин при 40 °C. Залишкову основу видаляли фільтрацією і фільтрат концентрували. Неочищений продукт двічі промивали гексанами для видалення надлишку йодопропанолу з отриманням поверхнево-активної речовини 7 у вигляді рідини коричневого кольору (780 мг).

Приклад 8b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 7

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 7. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,4568 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,61 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 7.

Приклад 9a. Синтез 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-гідроксиетил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійодиду (поверхнево-активна речовина 8)

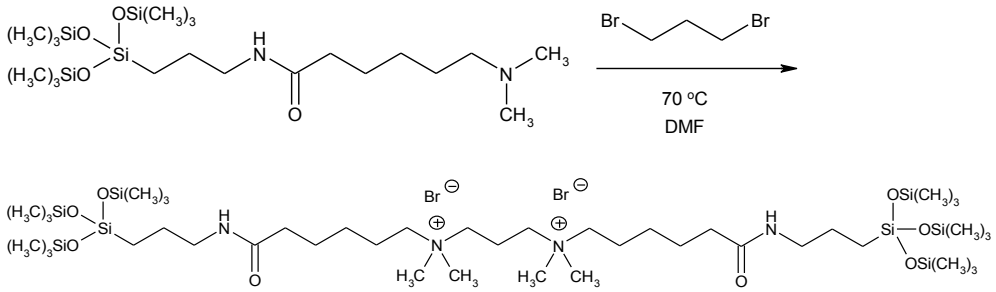


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в ацетонітрилі (10 мл). Додавали 2-йодетанол (4,04 ммоль) і суміш перемішували протягом 14 годин при 40 °C. Розчинник видаляли, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 8 (910 мг).

Приклад 9b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 8

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 8. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,9986 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,41 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має виключну активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 8.

Приклад 10a. Синтез N^1,N^3-біс(6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3- ((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-6-оксогексил)-N^1,N^1,N^3,N^3-тетраметилпропан-1,3-діамінійдибромід (поверхнево-активна речовина 10)

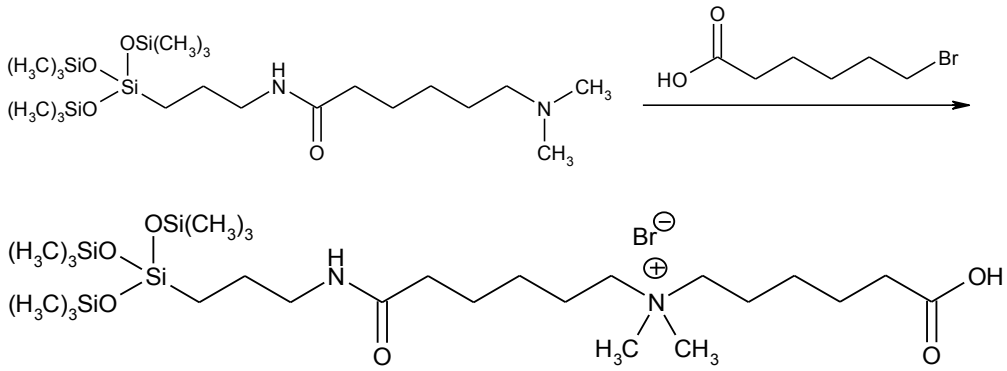


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (20 мл). Додавали 1,2-дибромпропан (1 ммоль) і суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 10 у вигляді рідини коричневого кольору (900 мг).

Приклад 10b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 10

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 10. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,0631 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 22,12 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 10.

Приклад 11a. Синтез N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 9a)

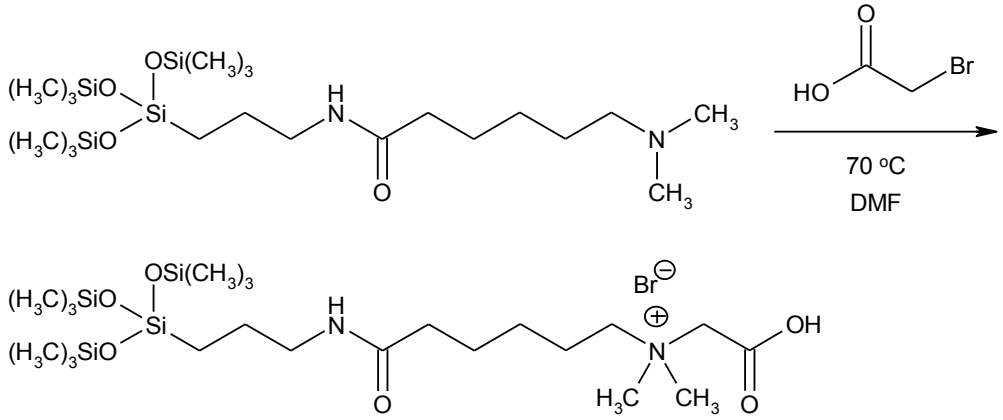


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (15 мл) і додавали 6-бромгексанову кислоту (2,02 ммоль). Суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C, після чого розчинник видаляли під вакуумом. Неочищений продукт двічі промивали гексаном з отриманням N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду у вигляді липкої рідини коричневого кольору (650 мг).

Приклад 11b. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 9a

Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 9a. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 0,2237 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 20,52 мН/м, що вказує на те, що поверхнево-активна речовина має активність на поверхні розподілу. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 9a.

Порівняльний приклад A1. Синтез N-(карбоксиметил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 9b)

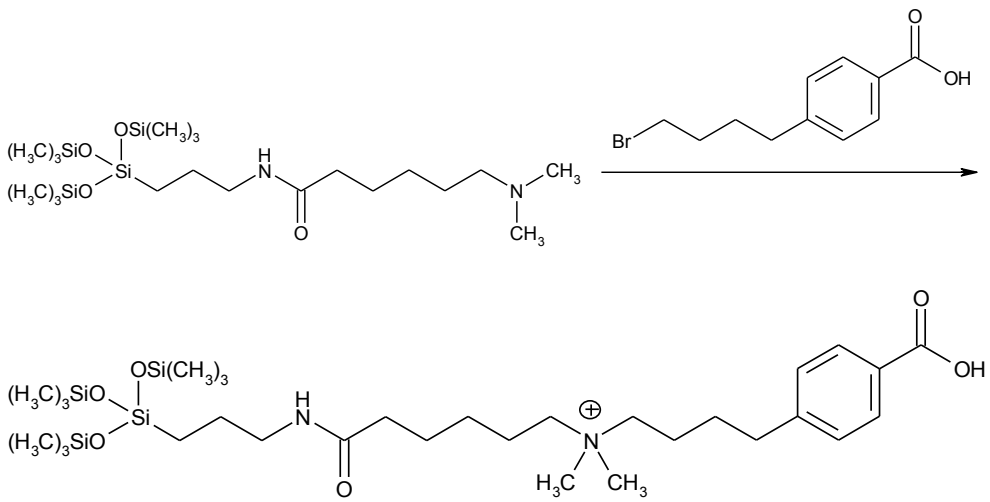


Силоксанове похідне, описане у прикладі 1 (1,00 г, 2,02 ммоль), розчиняли в диметилформаміді (DMF) (15 мл). Додавали бромуоцтову кислоту (2,02 ммоль) і суміш перемішували протягом 12 годин при 70 °C. Розчинник видаляли, а неочищений продукт двічі промивали гексанами з отриманням поверхнево-активної речовини 9b у вигляді рідини коричневого кольору (700 мг).

Порівняльний приклад A2. Визначення фізичних властивостей поверхнево-активної речовини 9b

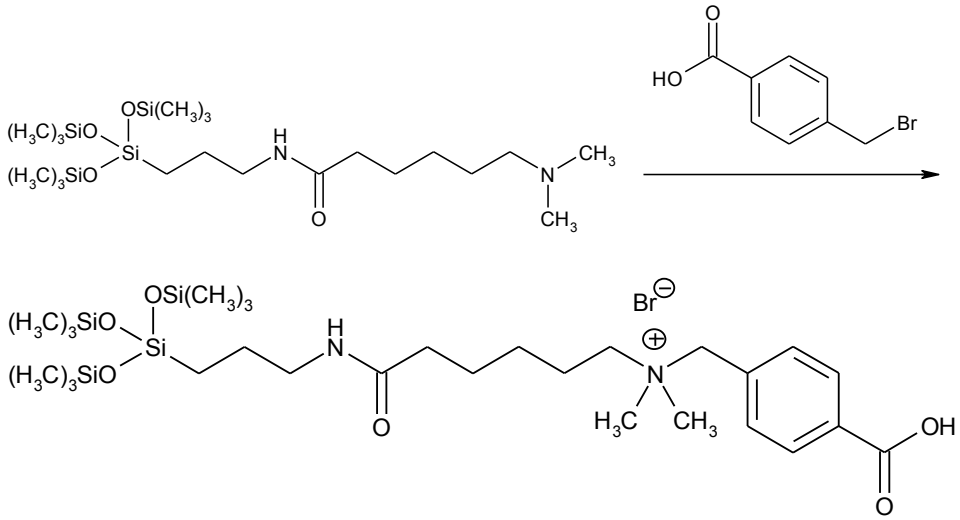
Вимірювали критичну концентрацію міцел (CMC) для поверхнево-активної речовини 9b. Зі зміни поверхневого натягу з концентрацією у воді було визначено, що CMC становить приблизно 17,28 ммоль. Значення плато мінімального поверхневого натягу, якого може досягти ця поверхнево-активна речовина, становило приблизно 29,16 мН/м. Ці результати наведені як поверхневий натяг у порівнянні з концентрацією на фіг. 9. Результати показують складність прогнозування активності поверхнево-активної речовини на основі хімічної структури; поверхнево-активна речовина 9a, яка відрізняється лише кількістю метиленових груп у карбоновій кислоті, демонструє відмінну активність.

Приклад 12. Синтез N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 11a)



До силоксанового похідного, описаного у прикладі 1, додають 4-(4-бромбутил)бензойну кислоту з отриманням N-(4-(4-карбоксифеніл)бутил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду.

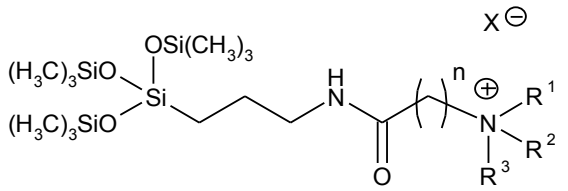
Приклад 13. Синтез N-(4-карбоксибензил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду (поверхнево-активна речовина 11b)



До силоксанового похідного, описаного у прикладі 1, додають 4-(бромметил)бензойну кислоту з отриманням N-(4-карбоксибензил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійброміду.

АСПЕКТИ

В аспекті 1 представлено сполуку формули I:

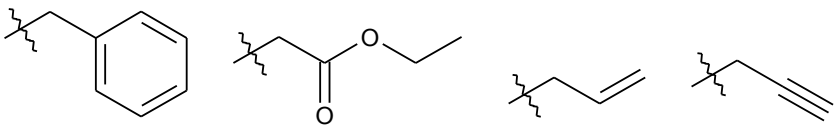


Формула I

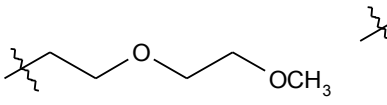
де R^1 і R^2 є однаковими або різними і містять щонайменше одну групу, вибрану з групи, що складається з C_1-C_6алкілу, необов'язково C_1-C_6алкіл може містити один або більше атомів кисню, азоту або сірки або груп, які містять щонайменше один із цих атомів, і алкільний ланцюг може бути необов'язково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбонілу, карбоксилу та карбоксилату; R^3 вибраний з групи, що складається з алкенілу, алкінілу, ефіру, спирту, арилалкілового ефіру, алкілфосфату, C_3-C_8карбонової кислоти, C_1-C_{10}алкілбензойної кислоти та лінкера C_1-C_6,приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж або іншою; n являє собою ціле число від 1 до 12; і X вибраний із групи, що складається з хлориду, бромиду та йоду.

В аспекті 2 представлено сполуку за аспектом 1, де R^3 вибраний із групи, що складається з C_2-C_{10}алкенілу, C_2-C_{10}алкінілу, C_2-C_{12} складного ефіру, C_1-C_{10}гідроксилу, бензилу, C_2-C_{12}алкоксиалкілового ефіру, алкілфосфату, C_3-C_8карбонової кислоти, C_1-C_{10}алкілбензойної кислоти та тривуглецевого лінкера, приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж, як і перша молекула.

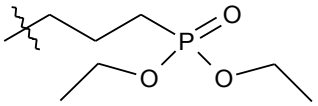
В аспекті 3 представлено сполуку або за аспектом 1, або аспектом 2, де R^3 вибраний із формул, що складаються з:



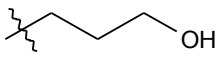
$R^{3.1}$, $R^{3.2}$, $R^{3.3}$, $R^{3.4}$,



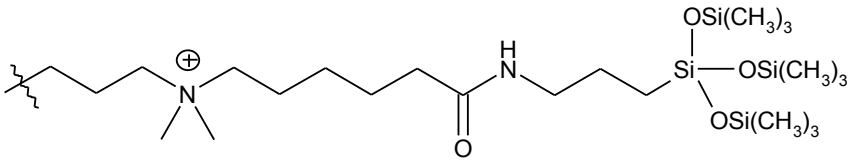
$R^{3.5}$



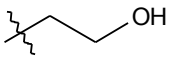
$R^{3.6}$



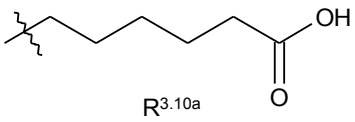
$R^{3.7}$



$R^{3.8}$



$R^{3.9}$



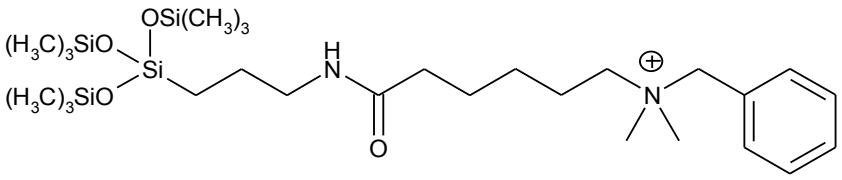
$R^{3.10a}$

.

В аспекті 4 представлено сполуку за будь-яким із аспектів 1-3, де R^1 і R^2 являє собою метил.

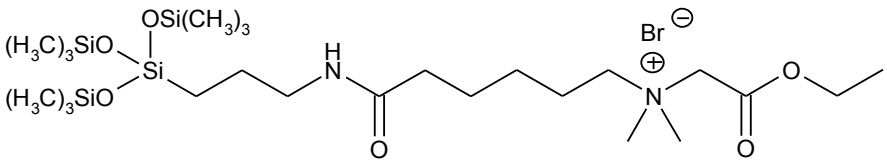
В аспекті 5 представлено сполуку за будь-яким із аспектів 1-4, де n дорівнює 5.

В аспекті 6 представлено сполуку за будь-яким із аспектів 1-5, де сполука являє собою N-бензил-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



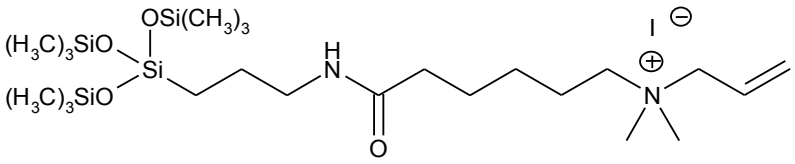
.

В аспекті 7 представлено сполуку за будь-яким із аспектів 1-5, де сполука являє собою N-(2-етокси-2-оксоетил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



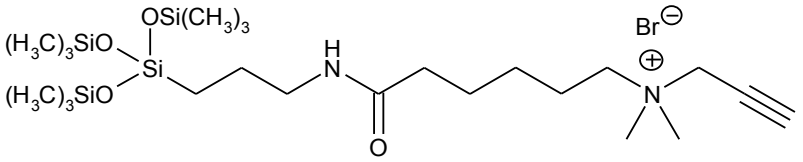
.

В аспекті 8 представлено сполуку за будь-яким із аспектів 1-5, де сполука являє собою N-аліл-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:

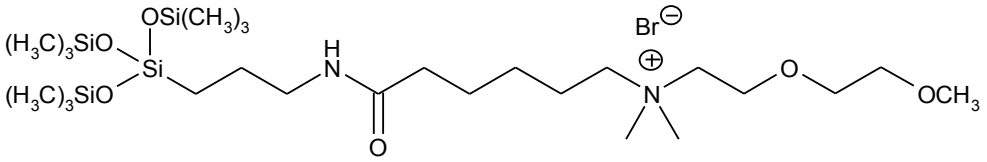


.

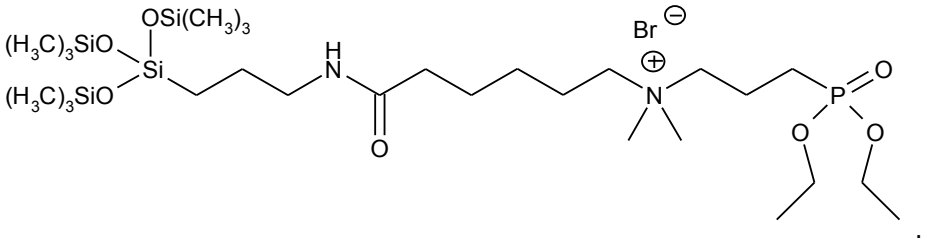
В аспекті 9 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксо-N-(проп-2-ін-1-іл)гексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



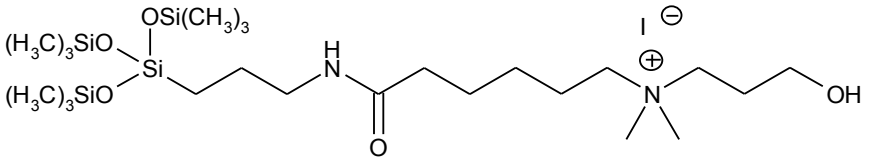
В аспекті 10 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-(2-метоксиетокси)етил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



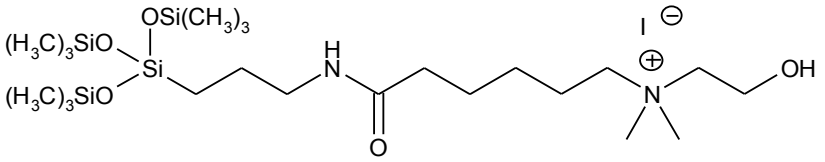
В аспекті 11 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою N-(3-(діетоксифосфорил)пропіл)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



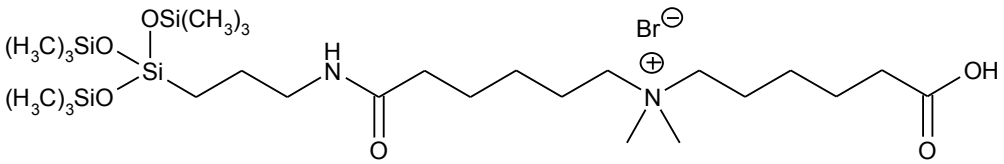
В аспекті 12 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(3-гідроксипропіл)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



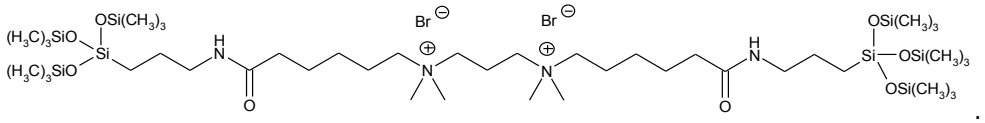
В аспекті 13 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою 6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N-(2-гідроксиетил)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амініййодид, що має таку формулу:



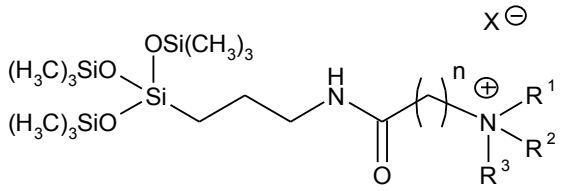
В аспекті 14 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою N-(5-карбоксипентил)-6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-N,N-диметил-6-оксогексан-1-амінійбромід, що має таку формулу:



В аспекті 15 представлено сполуку за будь-яким з аспектів 1-5, де сполука являє собою N^1,N^3-біс(6-((3-(1,1,1,5,5,5-гексаметил-3-((триметилсиліл)окси)трисилоксан-3-іл)пропіл)аміно)-6-оксогексил)-N^1,N^1,N^3,N^3-тетраметилпропан-1,3-діамінй дибромід, що має формулу:



В аспекті 16 представлено спосіб синтезу сполуки формули I



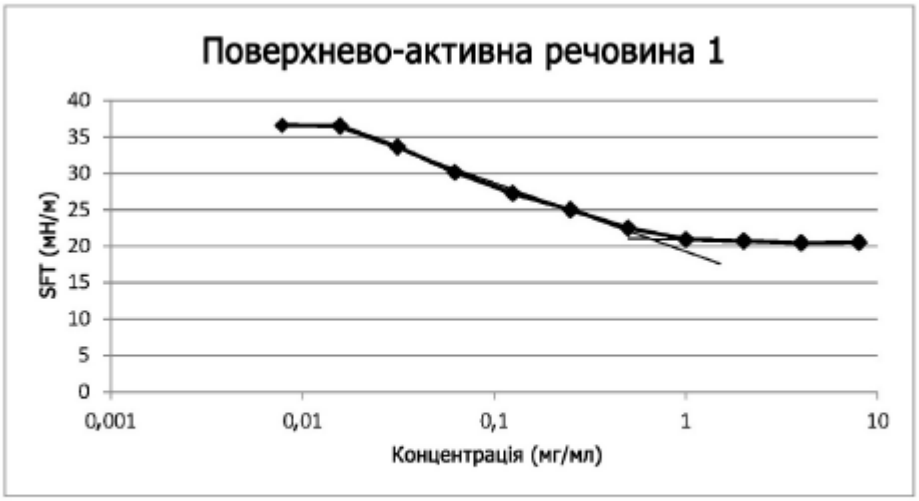
Формула I

де R^1 і R^2 є однаковими або різними і містять щонайменше одну групу, вибрану з групи, що складається з C_1-C_6алкілу, необов'язково C_1-C_6алкіл може містити один або більше атомів кисню, азоту або сірки або груп, які містять щонайменше один з цих атомів, і алкільний ланцюг може бути необов'язково заміщений одним або більше замісниками, вибраними з групи, що складається з гідроксилу, аміно, амідо, сульфонілу, сульфонату, карбонілу, карбоксилу та карбоксилату; R^3 вибраний із групи, що складається з алкенілу, алкінілу, ефіру, спирту, арилалкілу, алкоксиалкілового ефіру, алкілфосфату, C_3-C_8карбонової кислоти, C_1-C_{10}алкілбензойної кислоти та лінкера C_1-C_6,приєднаного до другої молекули формули I, де друга молекула є такою ж або іншою; n являє собою ціле число від 1 до 12; і X вибраний із групи, що складається з хлориду, бромиду та йодиду, при цьому спосіб включає: стадію розкриття кільця для розкриття лактамного кільця з отриманням амінокислоти, що має N-кінець та C-кінець; першу стадію алкілірування для алкілювання N-кінця з отриманням третинного аміну; стадію зв'язування для реакції C-кінця з 3-амінопропілтрис(триметилсилокси)силаном з отриманням силоксанового похідного; і другу стадію алкілювання для алкілювання N-кінця з отриманням четвертинного аміну формули I.

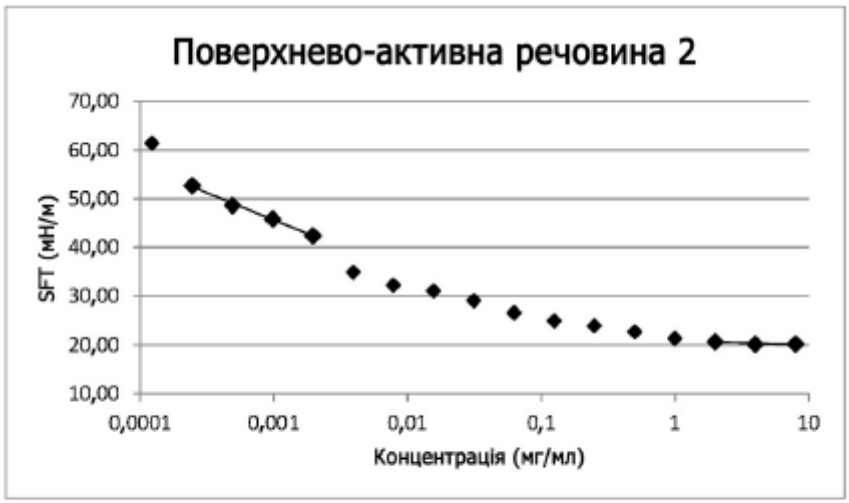
В аспекті 17 представлений спосіб за аспектом 16, де лактам являє собою капролактам.

В аспекті 18 представлений спосіб за аспектом 16 або аспектом 17, де на першій стадії алкілювання третинний амін являє собою 6-(диметиламіно)гексанову кислоту.

В аспекті 19 представлений спосіб за будь-яким з аспектів 16-18, де на другій стадії алкілювання N-кінцевий кінець алкілюють алкілювальним засобом, вибраним із групи, що складається з бензилброміду, етилбромацетату, алілйодиду, пропаргілбромиду, 1-бром-2-(2-метоксиетокси)етану, бромфосфонату, 3-йодпропанолу, 3-бромпропанолу, 2-йодетанолу, 2-брометанолу, 6-бромгексанової кислоти та 1,3-дибромпропану.


Поверхнево-активна речовина 1
40
35
30
25
20
15
10
5
0
SFT (мН/м)
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

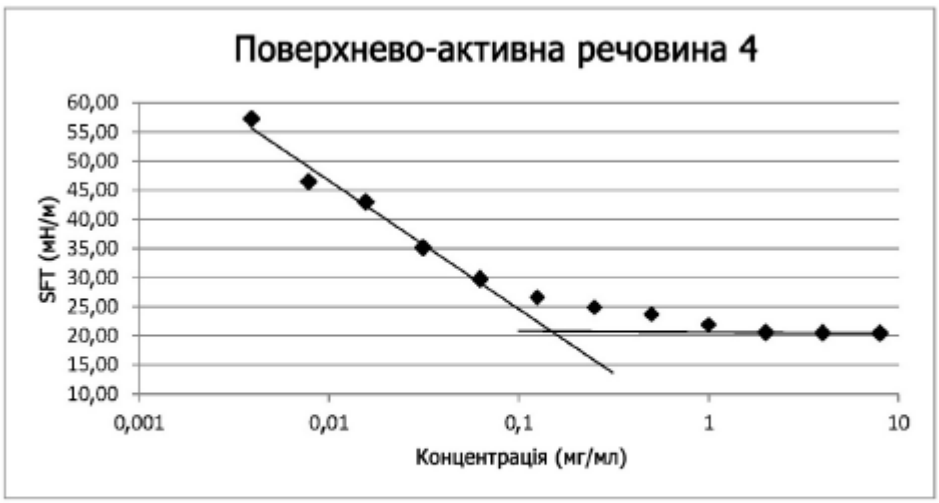
Фіг. 1


Поверхнево-активна речовина 2
70,00
60,00
50,00
40,00
30,00
20,00
10,00
SFT (мН/м)
0,0001
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

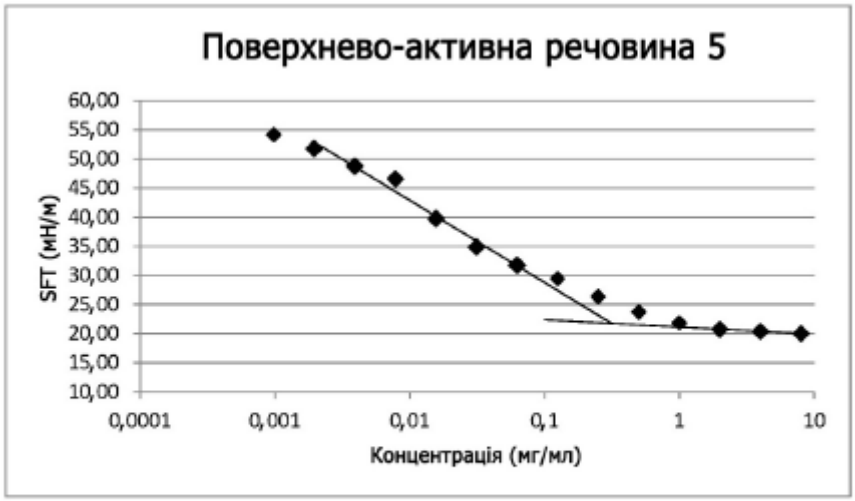
Фіг. 2

Поверхнево-активна речовина 3
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

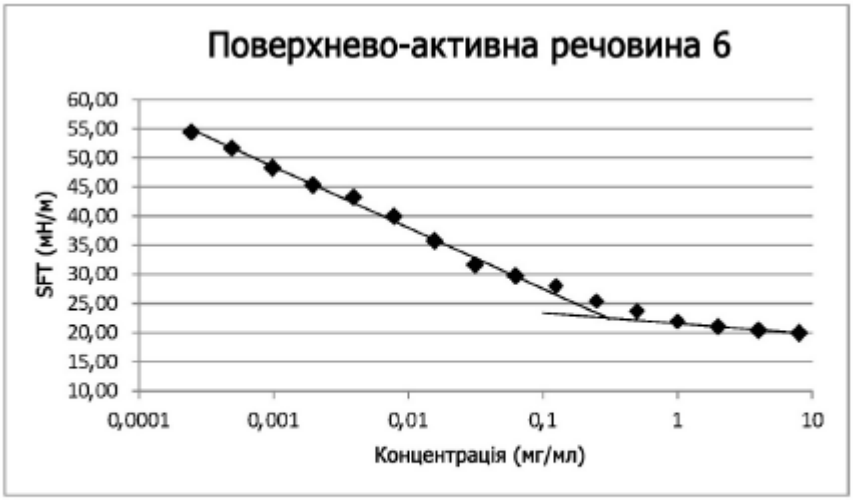
Фіг. 3


Поверхнево-активна речовина 4
60,00
55,00
50,00
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

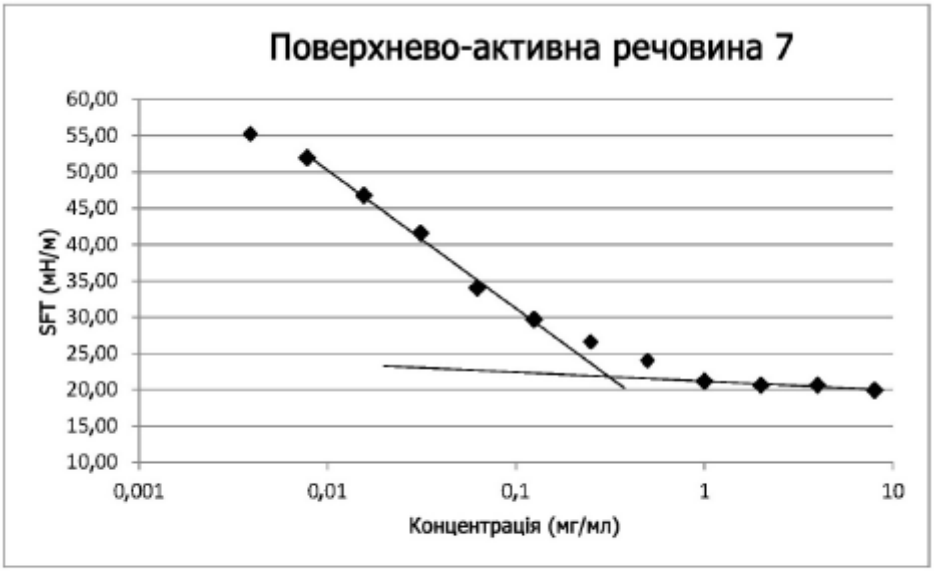
Фіг. 4


Поверхнево-активна речовина 5
60,00
55,00
50,00
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,0001
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

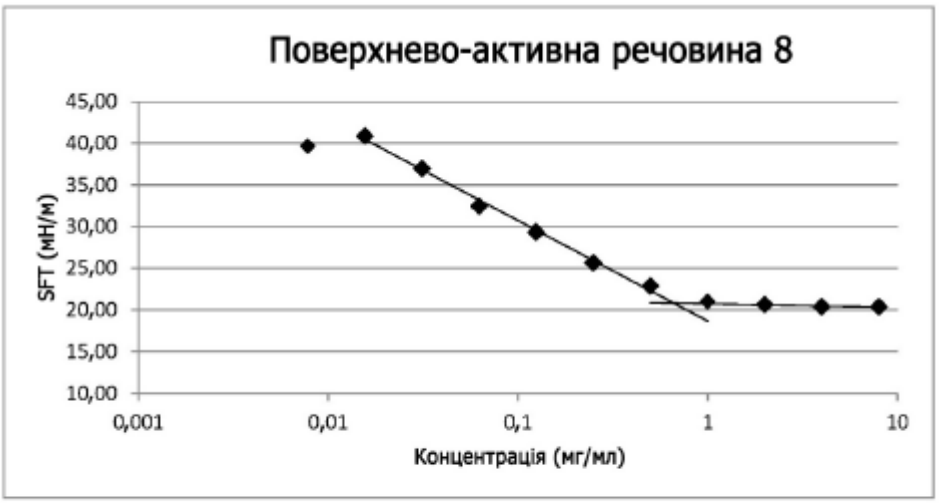
Фіг. 5


Поверхнево-активна речовина 6
60,00
55,00
50,00
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,0001
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

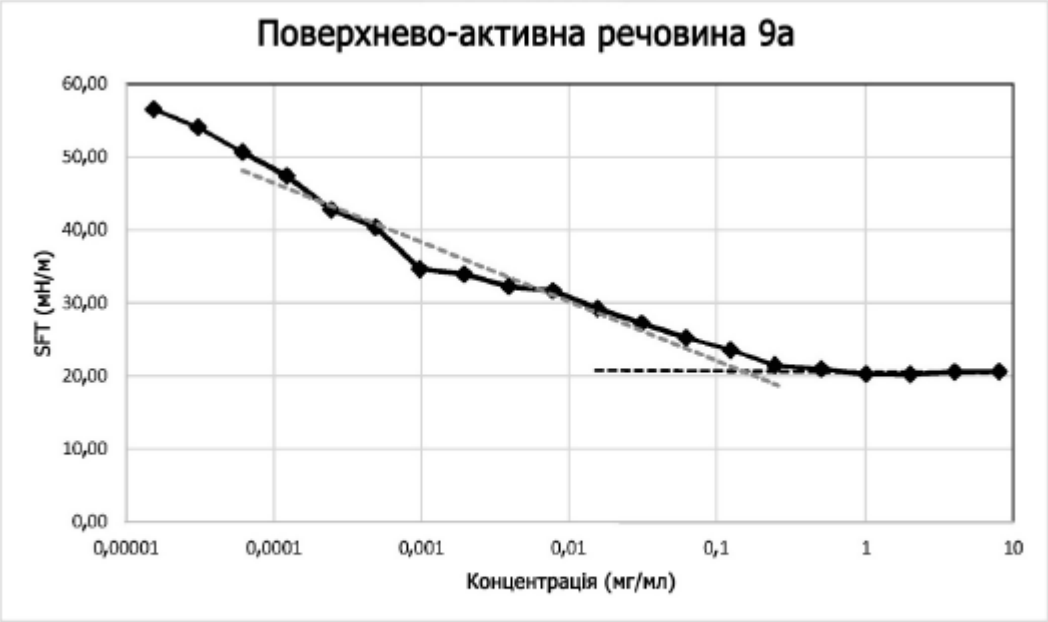
Фіг. 6


Поверхнево-активна речовина 7
60,00
55,00
50,00
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

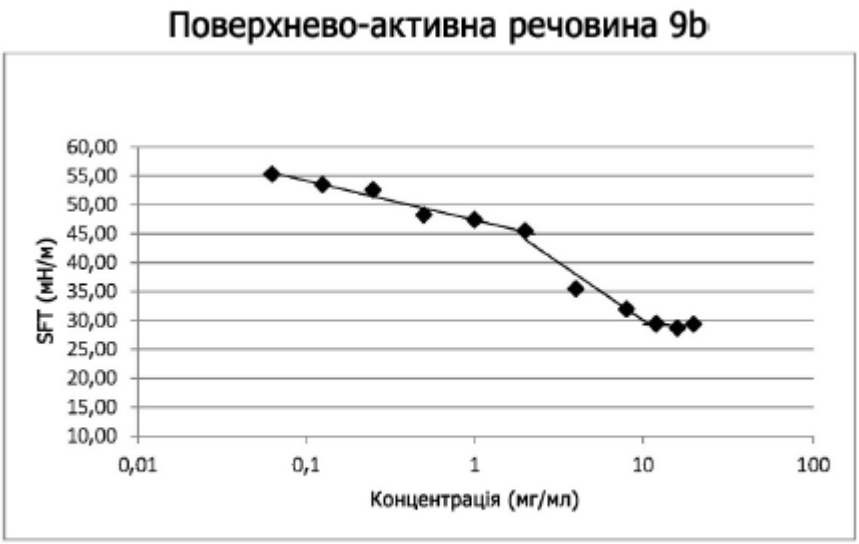
Фіг. 7


Поверхнево-активна речовина 8
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

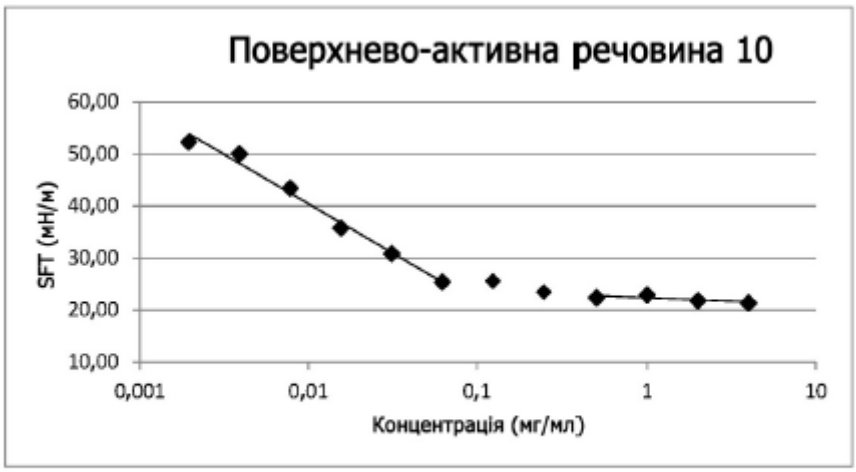
Фіг. 8


Поверхнево-активна речовина 9a
60,00
50,00
40,00
30,00
20,00
10,00
0,00
SFT (мН/м)
0,00001
0,0001
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

Фіг. 9a


Поверхнево-активна речовина 9b
60,00
55,00
50,00
45,00
40,00
35,00
30,00
25,00
20,00
15,00
10,00
SFT (мН/м)
0,01
0,1
1
10
100
Концентрація (мг/мл)

Фіг. 9b


Поверхнево-активна речовина 10
60,00
50,00
40,00
30,00
20,00
10,00
SFT (мН/м)
0,001
0,01
0,1
1
10
Концентрація (мг/мл)

Фіг. 10