



357 728

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVAS CARBAMOIL-
OXIMAS", a favor de la firma suiza AGRIPAT, S.A., residente
en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedi-
miento para la preparación de nuevas carbamoilóximas.

- Hasta el presente se han conocido, como mate-
rias activas insecticidas, acaricidas y nematocidas, una
5. serie de carbamoiloximas de aldehidos alifáticos y aromá-
ticos. En la patente sudafricana nº 66/6759 se citan, en-
tre otras, carbamoiloximas de 1-ciano-1-alcoxi (respectiva-
mente 1-alquiltio)-alcanalos, como materias activas insec-
ticidas y nematocidas. Pero estos grupos de compuestos son
10. fitotóxicos y muy venenosos para animales de sangre calien-

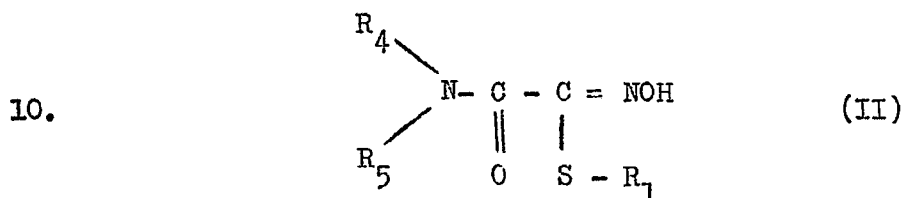


5. quenílico, halogenoalquílico, halógenoalquenílico, alcóxialquílico, alquiltioalquílico, dialquilaminoalquílico, el radical fenílico o bencílico o un radical fenílico o bencílico sustituido mediante halógeno y/o alquilo inferior,
- R_2 significa un radical alquílico inferior,
- R_4 y R_5 significa un radical alquílico o alquenílico inferior, y
- X significa oxígeno o azufre.
10. En la fórmula I, como radicales alquílicos inferiores R_1 , R_2 , R_4 y R_5 , son de comprender los que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, como por ejemplo, los radicales metílico, etílico, N-propílico, isopropílico, N-butílico, butílico secundario, tercibutílico, isobutílico, además
15. de los radicales pentílico y exílico, como radicales alquenílicos inferiores, R_1 , R_4 y R_5 , aquellos con 2 a 4 átomos de carbono, por ejemplo el radical alílico, metilalílico o un radical propenílico. Como radicales halogenoalquílico o halogenoalquenílicos inferiores R_1 pueden entrar en consideración, de preferencia, aquellos con 1 a 4 átomos de carbono, que tienen átomos de cloro y/o bromo como sustituyentes. Un radical alcoxi o alquiltio inferior, como sustituyente de un radical alquílico inferior R_1 es una de tales
20. con 1 a 4 átomos de carbono. Como sustituyentes de un radical fenílico o bencílico R_1 son de citar halógenos, de pre-
- 25.



ferencia cloro y/o bromo, halogenoalquilo, en especial trifluormetilo, alquilo y alcoxi inferior. En las carbamoiloximas ventajosas de la fórmula I, X es oxígeno.

5. Las nuevas carbamoiloximas de la fórmula I se preparan, de acuerdo con la invención, haciendo reaccionar un compuesto de la fórmula II



en la que

15. R_1 , R_4 y R_5 tienen las significaciones indicadas bajo la fórmula I, con un isocianato de la fórmula III



20. en la que

R_2 tiene las significaciones indicadas bajo la fórmula I, eventualmente en presencia de un catalizador.



El compuesto II es un compuesto nuevo.

Las reacciones según la invención, actúan en presencia de catalizadores, como aminas terciarias o compuestos orgánicos de estaño. Es preferible, frente a los participan-

5. tes reaccionales, efectuar las reacciones en presencia de disolventes o diluentes inertes, por ejemplo, en éteres y compuestos etéreos, como éter dietílico, éter propílico, dioxano; cetonas, como acetona, metil-etil-cetona; amidas, como carboxilamidas N,N-alquiladas; así como hidrocarburos
10. halogenados o hidrocarburos alifáticos y aromáticos.

Las nuevas carbamoiloximas se obtienen, según el procedimiento de acuerdo con la invención, en rendimientos desde buenos a muy buenos. Son solubles y estables en los disolventes orgánicos usuales y en agua.

15. Se conoce, que las oximas pueden existir en dos formas estereoisómeras, la forma sin y la forma anti. Las carbamoiloximas de la fórmula I también existen en ambas formas. Según esto, dentro del ámbito de la presente invención, deben incluirse ambas formas estereoisómeras
20. en el concepto de "carbamoiloximas de la fórmula I".

Las materias de partida utilizadas para la reacciones de acuerdo con la invención, son compuestos conocidos y pueden prepararse por procedimientos usuales.

25. Los ejemplos siguientes sirven para aclarar el procedimiento de acuerdo con la invención. Las temperaturas se indican en grados Celsius.



Ejemplo 1

- Una solución de 20 g de 1-metiltio-1-etoxicarbonil-formoxima en una solución de 100 g de dimetilamina en 400 g de metanol se mantiene a 65° bajo atmósfera de nitrógeno durante 16 horas. Tras el enfriado se extrae en vacío la dimetilamina y metanol en exceso. El producto bruto recristaliza en acetato etílico y así se obtiene la 1-metiltio-1-dimetil-carbamoil-formoxima con el punto de fusión 159°.
- 5.

- En forma análoga se obtienen los compuestos de la fórmula II siguientes:
- 10.

- 1 1-metiltio-1-dietilcarbamoil-formoxima
- 2 1-metiltio-1-dialilcarbamoil-formoxima

Ejemplo 2

- 13,5 g de 1-metiltio-dimetilcarbamoil-formoxima se disuelven en 150 cc de dioxano seco, se trata con 0,1 cc de trietilamina y se adiciona 9,1 cc de isocianato metílico. Esta mezcla se mantiene a 40° durante 16 horas. Tras el enfriado se succiona en vacío el dioxano y el residuo recristaliza en acetato etílico. La 1-metiltio-1-dimetil-carbamoil-O-(N-metilcarbamoil)-formoxima así obtenida, tiene el punto de fusión de 89°.
- 15.
- 20.

En la forma descrita en el precedente ejemplo 2, se obtienen las materias activas de la fórmula I relacionadas en la siguiente tabla.



Nr.	X	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Punto fusión (°C)
1	0	metilo	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
2	0	metilo	CH ₃	H	CH ₂ =CH-CH ₂	CH ₂ =CH-CH ₂	

5.

La preparación, según la invención, de agentes antiparasitarios se realiza en forma de por sí conocida, mediante mezcla íntima y molienda de materias activas de la fórmula I con materias de soporte apropiadas, eventualmente con adición de agentes de dispersión o disolventes inertes frente a las materias activas. Las nuevas materias activas pueden prepararse para las siguientes formas de elaboración:

10.

formas de elaboración sólidas: agentes de espolvoreo, agentes de dispersión, granulados (granulados de recubrimiento, granulados de impregnación y granulados homogéneos);

15.

concentrados de materia activa dispersables en agua: polvo rociable (polvo humedecible), pastas, emulsiones,

20.

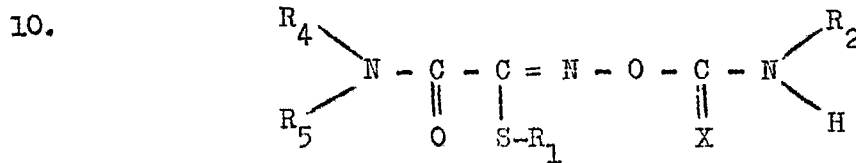
formas de elaboración líquidas: soluciones, aerosoles.



N O T A

Describe el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1.- Procedimiento para la preparación de nuevas carbamoiloximas de la fórmula I

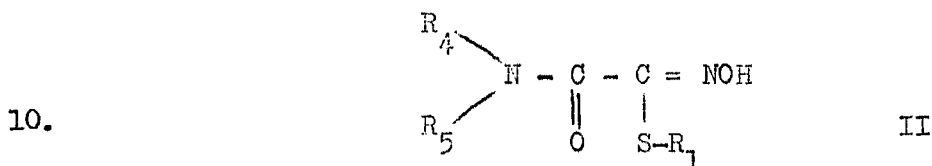


en la que

15. R_1 significa un radical alquílico, alquenílico, halogenoalquílico, halogenoalquenílico, alcoxiálquílico, alquiltioalquílico o dialquilaminoalquílico inferior, el radical fenílico o bencílico o un radical fenílico o bencílico substituido
20. mediante halógeno y/o alquilo inferior,
- R_2 significa un radical alquílico inferior,



5. R_4 y R_5 significan un radical alquílico
o alquonílico inferior, y
 X significa oxígeno o azufre,
caracterizado porque se hace reaccionar eventualmente en
presencia de un catalizador un compuesto de la fórmula II



- en la que
 R_1 , R_4 y R_5 tienen las significaciones indicadas
bajo la fórmula I,
15. con un isocianato de la fórmula III



- en la que
 R_2 tiene las significaciones indicadas bajo la
fórmula I.
20.

2.- Procedimiento para la preparación de nuevas
carbamoiloximas.

25. Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva que consta de 9 páginas foliadas y
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 de Octubre de 1968

P. a.


Firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ