

34 EN  
322884



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

a favor de Don José de BEASCOA VILET, de nacionalidad mejicana, residente en Barcelona, calle Calvet, 63-65, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACIDO CICLOHEXIL-SULFAMICO Y SUS SALES".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento para la obtención de ácido ciclohexilsulfámico y sus sales en calidades aceptables fisiológicamente.

5. El procedimiento clásico de preparación del ácido ciclohexilsulfámico por sulfomación de la ciclohexilamina mediante tratamiento con el ácido clorosulfónico, presenta el inconveniente de ser una reacción muy activa que hace necesaria la adición lenta de este último reactivo
10. a la vez que el empleo de refrigeración adecuada.

322884

31 EN



5. Con el empleo de la sal amónica del ácido clorosulfónico como agente sulfonante se obtiene una reacción, a la vez que igualmente efectiva, menos vigorosa, con lo que se reduce considerablemente el tiempo de adición.
10. Por reacción pues de clorosulfonato amónico con ciclohexilamina en exceso (la relación en peso entre ambos puede variar desde 1:4 a 1:30), se obtiene ciclohexilsulfamato de ciclohexilamonio con desprendimiento de amoniaco.
15. La ciclohexilamina empleada puede obtenerse con el conocido método de hidrogenación de la anilina bajo presión y con empleo de catalizadores metálicos. El ciclohexilsulfamato de ciclohexilaminio, obtenido, como se ha dicho anteriormente, sin necesidad de ser aislado, se transforma en la sal metálica del ácido ciclohexilsulfámico que interese, mediante tratamiento con solución acuosa del hidróxido correspondiente.
20. De la mezcla resultante se separa por destilación el exceso de ciclohexilamina que puede ser empleado de nuevo como reactivo.
25. El residuo, evaporado casi hasta sequedad, se trata con etanol, con lo que se extrae el ciclohexilsulfamato. La solución alcohólica, ligeramente coloreada, se decolora por calentamiento con carbón activo. Este se separa en caliente y al enfriar cristaliza el ciclohexilsulfamato puro.

322884

31 FNE 19



A continuación, y a título ilustrativo y no limitativo de la presente invención, se presenta el siguiente ejemplo de puesta en práctica del procedimiento objeto de la misma.

5. EJEMPLO.-

Se añaden 14 partes (en peso) de clorosulfonato amónico sobre 300 partes de ciclohexilamina durante 15 minutos en un recipiente dotado de agitación vigorosa. Se calienta la mezcla a reflujo durante media hora, con la temperatura mantenida 130-135°C, desprendiéndose amoníaco procedente de la descomposición del clorosulfonato amónico.

La mezcla se enfría a 100°C, añadiéndose 70 partes de solución acuosa de hidróxido sódico al 20%, separándose el exceso de ciclohexilamina presente en la mezcla por destilación azeotrópica con agua.

El residuo de la destilación se evapora a sequedad en vacío a 50°C, extrayéndose del residuo el ciclohexilsulfamato sódico con 100 partes de etanol.

La solución alcohólica, ligeramente amarillenta, se decolora calentándose a ebullición con 1 parte de carbón activo, filtrándose a continuación éste en caliente.

Del filtrado, al enfriar, cristalizan 17 partes de ciclohexilsulfamato sódico.

De las aguas madre, por concentración, cristalizan otras dos partes de la misma sal.

El ciclohexilsulfamato cálcico puede presentar-

31 ENE



322884

se de manera análoga si en lugar de recoger la mezcla de reacción sobre la solución acuosa de hidróxido sódico se hace sobre 140 partes de agua conteniendo 5 partes de hidróxido cálcico y procediendo a continuación de igual manera que en el método descrito.

5.

Ambas sales poseen sabor extraordinariamente dulce, a la vez que propiedades que las hacen sumamente útiles como edulcorantes artificiales.

10.

El ácido ciclohexilsulfámico puede prepararse con excelente rendimiento, mediante el paso de una solución acuosa de cualquiera de sus sales, obtenidas por los métodos anteriores, a través de una columna resínica intercambiadora iónica de tipo ácido.

15.

Serán independientes del alcance de la presente invención los detalles y características accesorias de los elementos que intervengan en la puesta en práctica de la misma, tales como recipientes y utillaje y, en general, cuanto no altere el espíritu de las siguientes reivindicaciones.

- . -

N O T A

20.

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

1. Procedimiento para la obtención de ácido ciclohexilsulfámico y sus sales, especialmente de calida-

322884

27 FIVE



des fisiológicamente aptas, caracterizado por el hecho de llevar a cabo la reacción de clorosulfonato amónico con ciclohexilamina en exceso y el posterior tratamiento del ciclohexilsulfanato de ciclohexilaminio así formado con el hidróxido del metal cuya sal interese, seguido de extracción y purificación de la misma.

5. 2. Procedimiento para la obtención de ácido ciclohexilsulfámico y sus sales, según la reivindicación anterior, caracterizado por el hecho de transformar las sales obtenidas haciendo pasar soluciones acuosas de éstas a través de columnas de resinas intercambiadoras iónicas.

10. 3. Procedimiento para la obtención de ácido ciclohexilsulfámico y sus sales.

15. La presente memoria descriptiva consta de cinco hojas foliadas escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 31 de enero de 1966

p.a. José de BEASCOA VILET