

Int. Cl. C07C 143/86

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 VILLET y de Don Jesús BENEYTO PUCHADES, de nacionalidad mejicana y española respectivamente, residentes en Barcelona, calle Calvet nº 63-65, por "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE SALES DEL ACIDO CICLOHEXILSULFAMICO".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de sales del ácido ciclohexilsulfámico.

El conocido proceso de obtención de ácido ciclohexilsulfámico por reacción del ácido clorosulfónico con la ciclohexilamina, ya sea directamente o en el seno de un diluyente, se mejora efectuando dicha reacción en presencia de una ánima más básica que la ciclohexilamina, tal como la dimetilaniilina.

Dicho método presenta el peligro de que la sulfonación puede efectuarse tanto en la ciclohexilamina como en

POOR
QUALITY

la otra amina, en presencia de la cual efectuamos la reacción. Con ello se obtendría una mezcla de productos, disminuyendo el rendimiento de los reactivos y dificultando la obtención de un producto final puro, dada la similitud de propiedades.

5.

Este peligro se evita si la amina a añadir es una amina terciaria, con lo que la sulfonación está impedida en ella y transcurre íntegramente en la ciclohexilamina. Por esta razón se elige la dimetilanilina.

10.

Con ello, en lugar de obtener como en el método clásico el ciclohexilsulfamato de ciclohexilamonio, obtenemos el ciclohexilsulfamato de dimetilanilina, el cual al ser insoluble en el medio reaccionante, precipita.

15.

Se separa el ciclohexilsulfamato de dimetilanilina por filtración, siendo tratado a continuación con una solución acuosa de un hidróxido metálico más básico que la dimetilanilina, con lo que ésta es desplazada obteniéndose la sal metálica correspondiente que queda en solución, a la vez que la dimetilanilina queda insoluble pudiéndose separar por

20.

destilación.

El residuo acuoso se evapora casi hasta sequedad, extrayéndose a continuación el ciclohexilsulfamato metálico con alcohol etílico del 80 %, del que separa por cristalización.

25.

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

E J E M P L O

- En una mezcla fría, mantenida entre 0 y 5°, de 24,5 partes de dimetilanilina y 50 partes de tetracloruro de carbono, (todas las partes en peso), se hacen gotear 11,5 partes de ácido clorosulfónico. A continuación, sobre la mezcla resultante, se hacen gotear 10 partes de ciclohexilamina con agitación moderada, la cual se mantiene durante una media hora una vez la ciclohexilamina ha sido totalmente añadida.
- 5.
10. De la mezcla anterior se separa por precipitación el ciclohexilsulfamato de dimetilanilina junto con el cloruro de la misma amina, ambos productos de la anterior reacción, los cuales son filtrados en frío. Resultan unas 10 partes de ciclohexilsulfamato de dimetilanilina.
15. Los productos sólidos procedentes de la filtración anterior se introducen en un recipiente junto con -40- partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 20 % en peso, calentándose entre 60 y 80°C, hasta que todo el sólido se haya disuelto y toda la dimetilanilina se haya separado por ser insoluble en medio fuertemente básico.
20. A continuación la mezcla anterior se somete a destilación hasta que toda la dimetilanilina se haya separado. Dicha dimetilanilina puede ser tratada de nuevo.
25. El residuo acuoso de la destilación anterior, conteniendo ciclohexilsulfamato de sodio, cloruro sódico e hidróxido sódico, es llevado a sequedad, y del residuo se extrae por dos veces el ciclohexilsulfamato sódico con alcohol etílico del 80 % calentado a 60°C. El cloruro y el

hidróxido sódicos permanecen insolubles en el alcohol del que separan por filtración en caliente.

5. La solución alcohólica anterior se enfría entre 0 y 5°C cristalizando el ciclohexilsulfamato de sodio, del cual se recojen unas 16,5 partes.

10. Serán independientes del alcance de la presente invención los detalles y características accesorias de los productos reaccionantes, aparatos y recipientes empleados y, en general, cuanto no altere el espíritu de las siguientes reivindicaciones.

- . -

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

15. 1. Procedimiento para la fabricación de sales del ácido ciclohexilsulfámico, caracterizado esencialmente por el hecho de hacer reaccionar el ácido clorosulfónico con ciclohexilamina en presencia de una amina terciaria más básica que la ciclohexilamina, y por tratar el producto resultante con el hidróxido del metal cuya sal interesa, que se extrae y purifica.

20. 2. Procedimiento para la fabricación de sales del ácido ciclohexilsulfámico, según la reivindicación anterior, caracterizado porque dicha amina terciaria es la dimetilaminilina.

3. Procedimiento para la fabricación de sales del ácido ciclohexilsulfónico.

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

Barcelona, 1º de Marzo de 1966.

José de NEASCOA VILET
Jesús BENEXYO MICHANES

p.a.

The text "p.a." is located to the left of a circular stamp. The stamp contains two handwritten signatures. The first signature is a cursive script, and the second is a more stylized signature. The stamp is partially overlapping the typed names above it.