

EX-I

272861



272861

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España
y todos sus territorios y plazas de so-
beranía, a favor de:

SNIA VISCOSA SOCIETA NAZIONALE INDUSTRIA
APPLICAZIONI VISCOSA S.p.A,

entidad italiana, con domicilio en Via
Cernaia 8, MILAN, Italia, relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
PRODUCTOS DE ACETILACION DEL ALMIDON"

=====

Inventores: Luigi NOTARBARTOLO y Alberto PASIN

Prioridad: Solicitud de patente italiana
nº 20.849/60 del 2 diciembre 1960

272861



30.

El procedimiento según la presente invención

se caracteriza por el hecho de que el almidón es disuelto en formamidas y se añade progresivamente el agente de acetilación, preferentemente un anhídrido de un ácido graso inferior, como acético, propiónico, butírico, monocloro-

35.

acético, preferentemente en cantidades por unidad de tiempo no tan elevadas como para producir la congelación de la solución de almidón, hasta llegar al grado de acetilación deseado, que viene determinado por la cantidad total de agente de acetilación añadido, el cual

40.

en estas condiciones, reacciona estequiométricamente.

La cantidad de solvente empleada es 3 partes por 1 parte en peso de almidón. Preferentemente se actúa en presencia de un catalizador de reacción en particular acetato potásico, en cantidad de 10 partes en peso por 100 partes de almidón. La reacción viene efectuada a la presión ambiente, a temperatura entre 60° y 85° y preferentemente entre 70° y 75°, y dura de 1 a 3 horas y preferentemente de 2 a 3 horas. Preferentemente, también, se emplea formamida anhidra. - - - - -

45.

50.

Se comprendera mejor la invención con el siguiente ejemplo de ejecución no limitativo. - - - - -

55.

Se disuelven 100 gr. de almidón de maíz anhidro (secado a la estufa a 100°C) agitando durante una hora a 70-80°C, en 300 gr. de formamida a la cual se han disuelto previamente 10 gr. de acetato potásico como catalizador de la acetilación. En este momento la masa se presenta perfectamente limpia, lo cual indica que todo el almidón se ha disuelto. El control de la solución de



272861

almidón puede efectuarse, si se desea, al microscopio.

60. Se inicia entonces la adición gota a gota de 160 gr. de anhídrido acético en el intervalo de una hora, manteniendo la temperatura a unos 70°C. - - - - -

65. Después de la adición del anhídrido se agita lentamente durante otras dos horas a unos 70°C a fin de permitir que se complete la acetilación y de dar una cierta maduración a la masa viscosa obtenida. En este momento se vierta la masa en 900 cc. de agua caliente a 60-70°C y de este modo precipita el almidón diacetado bajo la forma de una pasta blanda y plástica que es lavada sucesivamente con agua caliente hasta la desaparición de la acidez. - - - - -

70. Se trata después el producto con agua fría de manera que la pasta se coagule y se endurezca. Se obtienen así 230 gr. de producto húmedo que contiene cerca del 60% de almidón diacetado. Por desecación sucesiva en la estufa a 80°C en el vacío se obtienen 138 gr. de almidón diacetado seco que se presenta bajo la forma de una masa vítrea transparente, que puesta en un molino de bolas después de 4 horas de molturación se transforma en una masa pulverulenta fácilmente soluble en solventes orgánicos como la dimetiltriformamida e insoluble en agua. - - - - -

75. El producto contiene un 47% de ácido acético.-

80. Si se quiere recuperar la formamida, el ácido acético y el acetato potásico usados o que se han formado en la reacción, basta someter el agua de decantación de la primera precipitación y la del segundo lavaje de la pasta a destilación en el vacío de 15 mm Hg; se destila

85.



272861

90. una mezcla de agua y ácido acético, mientras que queda como residuo formamida anhidra con un 10% de acetato potásico, que previa depuración con carbón puede utilizarse para una sucesiva acetilación. - - - - -

95. Se precisa que cuando se habla de "diacetato de almidón" no se pretende designar un producto de grado de acetilación absolutamente fijo, sino solamente un producto cuyo grado medio de acetilación es más próximo a 2 que a 1 ó a 3. En la práctica se han obtenido productos bastante útiles, en particular para su aplicación en la preparación de hilados artificiales, con unos 1,5 a unos 2 grados de acetilación, en los que han sido eterificados una media de 1,5 a 2 oxidrilos de los 3 de cada molécula de almidón. - - - - -

100.

105. Habiendo descrito convenientemente la invención, se hace constar que el objeto de la presente patente es el que se resume en la primera de las reivindicaciones siguientes, ya sea considerada aisladamente, ya sea considerada junto con una o varias de las reivindicaciones restantes en sus combinaciones técnicamente posibles. - - - - -

N O T A

110. Se declaran de novedad y propiedad para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

1. Procedimiento para la preparación de productos de acetilación del almidón, caracterizado por el hecho de

272 861



115. que, para obtener productos de grado de acetilación intermedio, en particular almidón diacetado o productos aproximadamente correspondientes al almidón diacetado, el almidón es disuelto en formamida y tratado progresivamente con un agente de acetilación hasta el grado de acetilación deseada. - - - - -

120.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente de acetilación es un anhídrido de un ácido graso inferior, preferentemente anhídrido acético, propiónico, butírico, monocloroacético. - - -

125. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se añade un catalizador de reacción, en particular acetato potásico. - - - - -

130. 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente de acetilación es añadido a una velocidad no tan elevada como para producir la congelación de la masa de reacción. - - - - -

135. 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la formamida es empleada en la cantidad de 3 partes de peso por 1 parte de almidón. - - - - -

6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la acetilación se realiza a temperaturas de 70°-75°.- - - -

140. 7. "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRODUCTOS DE ACETILACION DEL ALMIDON". - - - - -



272861

Todo ello según se describe y reivindica en
la presente memoria que consta de siete hojas foliadas y
mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 23 NOV.1961

P. A.