

(11) *Número de Publicação:* **PT 89425 B**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 5)

C11D001/14 A

C11B003/10 B

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

(22) <i>Data de depósito:</i> 1989.01.11	(73) <i>Titular(es):</i> SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ, SA. CH-1800 VEVEY VEVEY (SUISSE) CH
(30) <i>Prioridade:</i> 1988.01.12 US 143351	
(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1990.02.08	(72) <i>Inventor(es):</i> RATHINDRA NARAYAN ROYCHOUDHURY US
(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 03/93 1993.03.19	(74) <i>Mandatário(s):</i> JOÃO DE ARANTES E OLIVEIRA RUA DO PATROCÍNIO 94 1350 LISBOA PT
(54) <i>Epígrafe:</i> PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE ESTERES DE ÁCIDO GORDO DE GLICEROL A PARTIR DE MATERIAIS QUE CONTÊM ESTERES	
(57) <i>Resumo:</i>	

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 89 425

REQUERENTE: SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ S.A., suíça,
com sede em Vevey, Suíça

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE ESTERES DE
ÁCIDO GORDO DE GLICEROL A PARTIR DE MA-
TERIAIS QUE CONTÊM ESTERES"

INVENTORES: Rathindra Narayan Roychoudhury

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris
de 20 de Março de 1883.

Estados Unidos da América em 12 de Janeiro de 1988,
sob o No. 07/143,351.



Descrição referente à patente de invenção de Sociéte des Produits Nestlé S.A., suíça, industrial e comercial, com sede em Vevey, Suíça, (inventor: Rathindra Narayan Roychoudhury, residente nos E.U.A.), para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE ESTERES DE ÁCIDO GORDO DE GLICEROL A PARTIR DE MATERIAIS QUE CON
TÊM ESTERES".

D E S C R I Ç Ã O

A presente invenção refere-se ao processo para obtenção de ésteres de glicerol de ácidos gordos a partir de materiais de plantas, animais e marinhos.

É bem conhecido que, materiais muito diversos, contêm ésteres de glicerol de ácidos gordos os quais são constituídos, primariamente, por triglicéridos que são comumente conhecidos como óleos e gorduras. Os óleos caracterizam-se, geralmente, como sendo líquidos à temperatura ambiente enquanto que as gorduras se caracterizam, geralmente, como sendo sólidos ou semi-sólidos à temperatura ambiente.

Vários materiais contendo óleos e gorduras incluem componentes associadas com ésteres de glicerol de ácidos gordos que são vantajosos em vários métodos.



Por exemplo, associados com os ésteres podem ser valiosos ácidos gordos livres tais como ácidos gordos omega-3, que são ácidos gordos altamente insaturados que são de interesse e têm aplicação como agentes terapeuticos e farmacológicos, particularmente no tratamento de estados e doenças cardiovasculares. Os ácidos gordos omega-3 encontram-se em nível elevado no óleo de peixe, mas estes ácidos gordos podem também ser encontrados em materiais tão diversos como feijões comuns, couve-flor, beldroegas, legumes e nozes e sementes.

Vários materiais contendo óleo e gordura com os quais os ácidos gordos omega-3 se associam, contêm, no entanto, apenas pequenas quantidades relativas de ésteres de glicerol de ácidos gordos, isto é, da ordem de menos do que 1% a 3% de ésteres em peso, mas a quantidade de ácidos gordos omega-3 incluídos com os ésteres é relativamente elevada. Embora a obtenção de ácidos gordos omega-3 a partir de tais materiais possa ser de valor, devido às baixas quantidades dos ésteres nestes materiais, não se acredita que a obtenção de ésteres e ácidos gordos omega-3 tenha sido, até aqui, prática ou económica. De modo semelhante, a determinação quantitativa eficiente e exacta das quantidades de óleos e gorduras contidas em várias materiais, pode ser importante, com vista a procedimentos de controle de qualidade, ou para satisfazer exigências de etiquetagem, por exemplo.

Métodos que utilizam a extracção directa de solvente são conhecidos para a determinação quantitativa analítica das quantidades de óleos e gorduras nos materiais que contêm quantidades relativamente baixas dos mesmos. Um tal método é o método de Goldfisch Extractor, que é um método de extracção directa do solvente como descrito na A.O.C.S. Official Method Aa 4-38 (1984). Outro método de extracção directa é conhecido como o método Soxhlet Extraction e é descrito no AOAC Official Methods of Analysis (1984) nas páginas 242-243. Um método adicional, um método gravimétrico, que utiliza um tubo de extracção conhecido como tubo de extracção Mojonnier, compreende a extracção do solvente a partir de uma amostra preparada com álcool e ácido clorídrico e éter, com a extracção do óleo realizada pelo éter de petróleo, como des-

crito no AOAC Official Methods Analysis (1984) na página 160.

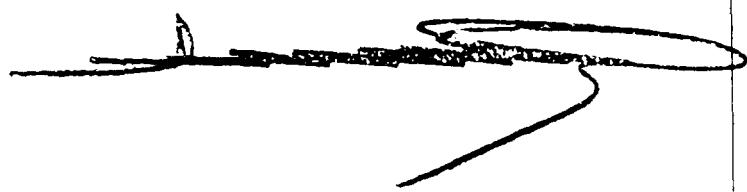
A presente invenção proporciona não só um meio para efectuar determinações analíticas eficientes e exactas das quantidades de óleos e gorduras contidas nos materiais, mas proporciona também um método prático para recuperar óleos e gorduras úteis e componentes associados a partir de uma variedade de materiais.

A presente invenção proporciona assim um processo para obter ésteres de glicerol de ácidos gordos a partir de vários materiais e é particularmente adequado na obtenção daqueles ésteres, a partir de materiais contendo quantidades relativamente pequenas dos mesmos, e caracteriza-se pela libertação de ésteres a partir de materiais, absorção de ésteres libertados com uma substância absorvente inerte e recuperação dos ésteres libertados a partir da substância absorvente inerte.

Para os objectivos da presente descrição e reivindicações, os termos "ésteres de ácido gordo e glicerol", "ésteres de ácido gordo", "ésteres", "óleos" e "gorduras" são entendidos de modo que cada termo inclui os outros.

Tais materiais caracterizam-se como sendo primeiramente constituídos por triglicéridos mas também são considerados por estarem incluídos em alcoóis gordos de cadeia longa e ácidos gordos livres e outros componentes que são reconhecidos, pelos especialistas da química do óleo e gordura, como estando associados com os ésteres, após extracção a partir dos materiais.

A presente invenção caracteriza-se adicionalmente por o processo se efectuar pela adição de água aos materiais contendo éster de ácido gordo e glicerol, incluindo materiais de plantas, animais e marinhos e seus extractos para dissociação e libertação de ésteres e componentes associados a partir de materiais, para a obtenção de um líquido constituído por água e ésteres, absorvendo o líquido com uma substância absorvente inerte, secando a substância absorvente inerte que contém o líquido para remoção da água da substância absorvente inerte e ésteres absorvidos,



extração dos ésteres a partir da substância absorvente inerte com um solvente e remoção do solvente dos ésteres.

Os materiais não solúveis em água que se podem utilizar na prática da presente invenção, incluem materiais carbo-hidrato-proteicos que contêm ésteres de glicerol de ácidos gordos e que são susceptíveis de absorver água. São particularmente desejáveis materiais que contêm, por exemplo, quantidades de outros componentes associados adequados tais como ácidos gordos livres, em particular, ácidos gordos omega-3. Tais materiais incluem legumes, vegetais, e vários materiais marinhos e outros que serão facilmente evidentes para os especialistas. Por exemplo, os feijões comuns contêm aproximadamente 1,25% de óleo; aproximadamente 40 % desse óleo é constituído por ácidos gordos omega-3. Refere-se que aproximadamente 50 % da gordura contida na couve-flor é constituída por ácidos gordos omega-3. A beldroega é um vegetal que tem quantidades significativas de ácidos gordos omega-3 incluídos com os seus ésteres. É, também referido que cerca de 30 % da gordura contida no camarão é constituída por ácidos gordos omega-3.

Os materiais solúveis na água com os quais se pode realizar a presente invenção incluem qualquer material solúvel na água os quais incluem alguns ésteres. Por exemplo, extractos solúveis na água de vários materiais, incluíndo extractos dos materiais anteriores não solúveis na água, materiais tão diversos como café solúvel, chá solúvel e sopa solúvel desidratada, podem ser empregues na realização da presente invenção.

No caso de materiais contendo ésteres não solúveis na água, os ésteres dissociam-se e libertam-se dos materiais por adição de água aos materiais numa quantidade e sob condições suficientes para permitirem que a água passe para dentro e/ou através e seja absorvida pelo material insolúvel na água para expelir os ésteres, a partir do material, para um meio aquoso. No caso de materiais solúveis na água, os ésteres dissociam-se e libertam-se a partir dos materiais, por adição de água, numa quantidade e sob condições suficientes para dissolver os materiais solúveis na água, para formar



uma solução aquosa de materiais solúveis na água. Assim, os ésteres de glicerol dos ácidos gordos contidos nos materiais processados de acordo com a presente invenção deslocam-se ou dissociam-se a partir do material contendo éster pela água e libertam-se num líquido constituído por ésteres e água.

As substâncias absorventes inertes adequadas para a prática da presente invenção, têm, de preferência, uma elevada afinidade para a absorção de ésteres e água mas, mais particularmente, as substâncias absorventes inertes são aquelas substâncias que são insolúveis na água, são inertes aos solventes orgânicos, as que não contêm esteres e as que, particularmente no caso de materiais que contêm éster solúvel na água, têm uma baixa afinidade para sólidos solúveis na água, tal que os sólidos solúveis na água, os quais foram absorvidos com água e ésteres, podem separar-se facilmente a partir da substância absorvente inerte, após a remoção da água e dos ésteres, de forma que a substância possa ser reutilizada. Depois da substância absorvente inerte ter absorvido o líquido, isto é, a água e os ésteres libertados e quaisquer sólidos solúveis na água libertados a partir do material tratado com os ésteres, a secagem da substância absorvente inerte contendo o líquido pode realizar-se, por vários meios convencionais, sob condições tais que, os ésteres não se degradem. A recuperação dos ésteres libertados pode ser efectuada por remoção dos ésteres a partir da substância absorvente inerte seca, tal como por extracção dos ésteres com uma variedade de solventes adequados para a dissolução dos ésteres libertados. A recuperação dos ésteres libertados a partir do solvente pode realizar-se por remoção do solvente dos ésteres por vários meios convencionais. Quando os ácidos gordos ou outros componentes associados se obtêm a partir dos estères recuperados, tal pode ser efectuado por métodos de separação familiares ao especialista.

Estas e outras características e vantagens serão mais evidentes a partir da seguinte Descrição Por menorizada da Invenção e Exemplos que são ilustrativos da presente invenção.



Na prática desta invenção, a água adiciona-se primeiro ao material suportando éster de ácido gordo e glicerol numa quantidade e sob condições suficientes para dissolver um material solúvel na água ou para saturar um material não solúvel na água, de forma que, em cada caso, os ésteres de glicerol de ácidos gordos se dissociem e libertem do material para a água. O líquido resultante contém assim água e ésteres e quaisquer sólidos solúveis na água dissociados e libertados a partir do material. Adiciona-se então a substância absorvente inerte ao líquido contendo éster numa quantidade suficiente para absorver substancialmente todo o líquido. Operando de acordo com a presente invenção verificou-se que os ésteres podem ser recuperados a partir do líquido contendo éster, tendo um excesso de 50% de sólidos solúveis na água baseado no peso do líquido e também a partir do líquido com menos de 1% de sólidos solúveis na água em peso do líquido. Particularmente para procedimentos analíticos realizados de acordo com a presente invenção, deve ter-se o cuidado em seguir os procedimentos analíticos quantitativos aceites para recuperação e absorção, para objectivos práticos, de todo o líquido por meio da substância absorvente inerte.

Quer com materiais solúveis na água ou não solúveis na água, verificou-se, em muitos casos, ser adequado utilizar água quente para a dissociação e libertação dos ésteres a partir do material. Pode utilizar-se, com vantagem, o aquecimento a temperaturas de 100°C e superiores, para a dissociação e libertação dos ésteres a partir do material. Dependendo da qualidade do material, tais temperaturas adequadas podem ser mantidas por um período de tempo curto, tal como de cerca de 30 segundos a um minuto para materiais solúveis na água, e por períodos um pouco mais longos, tais como de cerca de 10 minutos a cerca de uma hora, para materiais não solúveis na água. Pode ser utilizada, com vantagem, a agitação, pelo menos, periodicamente. Pode utilizar-se a pressão para se obterem temperaturas superiores a 100°C, mas devem ser evitadas temperaturas e pressões que possam alterar a composição ou degradar os ésteres .

Como os especialistas podem verificar,

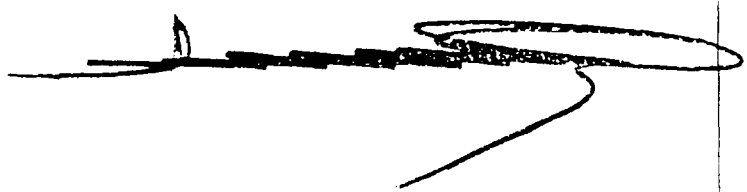


pode ser feita diferenciação entre ésteres de ácido gordo "livre", os quais estão facilmente disponíveis para dissociação e libertação a partir de um material, e ésteres de ácido gordo que estão "ligados" ao material, o último dos quais necessita de mais energia para dissociação e libertação, a partir do material, do que os anteriores. Esta diferença é de particular importância no contexto da precisão e desvio das determinações analíticas quantitativas que podem ser realizados depois de se efectuar o método de libertação do éster da presente invenção. Para procedimentos não analíticos, no entanto, se os ésteres ou seus componentes são procurados para utilização posterior, um especialista pode fazer rapidamente as determinações, com base na economia e eficiência, do valor e de qual a extensão de libertação dos ésteres ligados se deseja, bem como a via de manipulação das condições utilizadas.

No caso da realização de determinações quantitativas, verificou-se que muitos resultados exactos ocorrem com líquidos contendo ésteres com concentrações de sólidos inferiores a cerca de 15% de sólidos em peso com base no peso do líquido e, de preferência, de cerca de 5% a cerca de 15% de sólidos por peso do líquido. Por exemplo, no caso do café solúvel, para uma concentração de sólidos de cerca de 40% a cerca de 45% em peso, a temperaturas de cerca de 100°C, o óleo livre liberta-se prontamente, mas o óleo ligado não se liberta numa extensão apreciável a partir de sólidos solúveis na água. Como a concentração de sólidos se reduz sob tais condições de temperatura, liberta-se mais óleo ligado.

Para concentrações de sólidos de cerca de 15% a cerca de 5% em peso, todo o óleo ligado é substancialmente libertado, dos sólidos solúveis na água para o líquido contendo o éster.

Como para os materiais não solúveis na água contendo ésteres de glicerol dos ácidos gordos, como notado anteriormente, os materiais devem ser, de absorver água para a dissociação e libertação dos ésteres. Para ajudar à libertação dos ésteres a partir destes materiais, em adição ao aquecimento e agitação, os materiais podem, com vantagem, ser triturados para permitir uma libertação eficiente do



éster.

A quantidade de substância absorvente inerte que é suficiente para absorver o líquido que contém o éster, o qual inclui água, os ésteres libertados e quaisquer materiais solúveis na água libertados, pode depender do seu poder absorvente e densidade, por exemplo. Geralmente, a substância absorvente inerte utiliza-se numa quantidade em peso de cerca de 20% a cerca de 75% do peso do líquido a ser absorvido e de preferência de cerca de 35% a cerca de 60% e mais preferencialmente de 45% a cerca de 55% em peso do peso do líquido a ser absorvido.

Para fins práticos, a quantidade da substância absorvente inerte pode, mais facilmente, ser determinada por equivalência com o peso da água adicionada ao material a partir do qual os ésteres vão ser libertados. No caso de materiais não solúveis na água, o peso da água absorvida pelo material deve ser tida em consideração, naturalmente, para a determinação da quantidade do material absorvente inerte a ser utilizado. Particularmente nos métodos analíticos, para uma recuperação mais eficiente dos ésteres e para minimizar o desvio dos resultados, uma proporção elevada entre a substância absorvente inerte e o líquido, em peso, deve ser evitada, porque a quantidade relativa da quantidade disponível de éster em comparação com o volume total de absorção da substância absorvente inerte tende a originar um maior desvio dos resultados para, amostras semelhantes.

A absorção do líquido pode ser efectuada simplesmente pela adição e mistura da substância absorvente inerte com o líquido. É vantajoso utilizar-se, pelo menos, uma agitação periódica do líquido e da substância absorvente inerte, para transferir o líquido para a substância absorvente inerte.

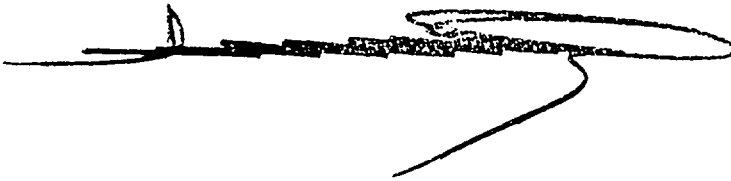
Embora se possa utilizar o aquecimento até 100°C ou acima, quando da absorção do líquido contendo o éster, a absorção pode realizar-se eficazmente a qualquer temperatura para a qual o éster permaneça fluído, e de preferência, quaisquer substâncias solúveis na água permaneçam na solução.

Também, de preferência, a etapa de absorção, realiza-se a uma temperatura para a qual o líquido não esteja na forma de uma emulsão, visto que, a obtenção, de pelo menos alguma fase de separação do líquido tem sido referida como sendo vantajosa para a absorção do líquido pela substância absorvente inerte. Geralmente, particularmente quando se utiliza o aquecimento para ajustar a libertação dos ésteres, o líquido contendo o éster, no caso da libertação a partir de um material solúvel na água, e o líquido e o material não solúvel na água de onde os ésteres derivam, no caso da libertação a partir de materiais não solúveis na água, arrefecem-se antes do passo de absorção, e geralmente, o arrefecimento pode realizar-se até à temperatura ambiente.

As substâncias, como previamente definidas, que podem, com vantagem, utilizar-se como substâncias absorventes inertes, incluem a terra diatomáceas, a terra de Fuller ou argila bentonítica, fibras de celulose tais como FIBRACELL de Johns Manville, celulose microcristalina tal como AVICEL de Johns Manville, fibra de celulose de madeira, tais como SOLKA-FLOC de Grefco, Rocha vulcanica como PERELITE de Grefco, fibras de algodão e, de preferência, celite, e outros materiais absorventes que são evidentes para os especialistas.

Quando da secagem, isto é, da remoção da água da substância absorvente inerte que suporta o líquido, podem utilizar-se vários métodos, sendo preferenciais a secagem por vácuo ou secagem por congelamento. O critério principal para a secagem é que o éster não se degrade e, é preferencial, durante a secagem um ambiente inerte.

Depois da secagem, por remoção da água da substância absorvente inerte e dos ésteres absorvidos, os ésteres podem ser extraídos a partir da substância absorvente inerte por um solvente adequado, de preferência um solvente orgânico que tenha uma afinidade baixa para quaisquer sólidos solúveis na água que se incluem na substância com os ésteres. Os solventes de hidrocarbonetos de cadeia longa, tais como hidrocarbonetos C_5 a C_7 sós ou em combinação, são preferenciais. O éter de petróleo e o hexano são mais preferenciais. Os hidrocarbonetos C_8 e superiores podem ser operáveis mas são



menos desejáveis porque são necessárias temperaturas mais elevadas para a remoção de tais solventes dos ésteres recuperados por evaporação, por exemplo, correndo-se assim o risco de degradação dos ésteres. Também uma variedade de outros solventes, facilmente evidentes para os especialistas, embora menos preferenciais, são adequados e incluem cloreto de metileno e clorofórmio, por exemplo. Se os ésteres recuperados são para serem utilizados em aplicações alimentares ou farmacêuticas, o solvente deve ser alimentar ou farmacêuticamente aceitável.

Depois da extração, os ésteres separam-se então do solvente por remoção do solvente por vários meios conhecidos dos especialistas, como por evaporação ou destilação, por exemplo.

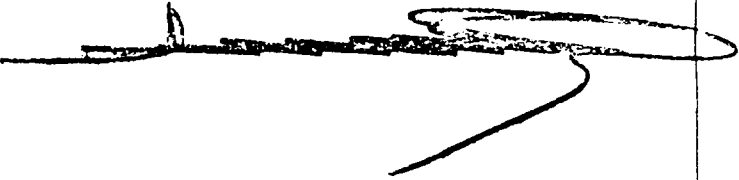
Depois da extração dos ésteres, os sólidos solúveis na água, absorvidos com os ésteres libertados e a água, pela substância absorvente inerte, podem ser removidos da substância absorvente inerte por lavagem ou inundação dos sólidos a partir da substância absorvente inerte para regeneração da substância para utilização posterior.

No caso dos métodos analíticos, a quantidade de ésteres pode ser quantificada por medições com vários métodos, incluindo os procedimentos de Goldfish e Soxhlet anteriormente mencionados, por eliminação, obviamente, da característica de extração directa desses métodos. No caso em que os ésteres se extraem para se obterem outros componentes associados com os ésteres, tais como ácidos gordos livres, podem ser aplicados procedimentos adicionais conhecidos dos especialistas para extração ou derivação dos mesmos, tais como fraccionamento, destilação ou cromatografia, por exemplo.

Estas e outras características e vantagens do presente método de libertação do éster podem tornar-se mais evidentes a partir dos seguintes Exemplos que são ilustrativos desta invenção. As partes e percentagens são em peso excepto se indicado de outro modo.

EXEMPLO 1

Preparou-se um pó de café solúvel. Moeu-se



uma amostra de 15g, com um almofariz e pilão, completa e uniformemente.

Mediu-se uma amostra de 2g e colocou-se num copo de 150 ml com uma espátula que se deixa posteriormente no copo. Preparou-se uma solução de sólidos de café solúvel para adição de 12 ml de água desionizada em ebulição à amostra, no copo com agitação pela espátula, para dissolver os sólidos de café. Aqueceu-se a solução até se iniciar a ebulição, evitando que transborde. Retirou-se o copo da fonte quente, e adicionou-se 6g de celite (Johns Manville 545 graus e misturou-se com a solução até a mistura ficar uniforme. Depois da celite ter absorvido a água e o óleo, secou-se a mistura de celite no copo num forno de vácuo a 100°C durante 2 horas.

Depois da secagem, a mistura seca retirou-se do copo por raspagem com a espátula e moeu-se num tamanho moderadamente pequeno. Colocou-se a mistura moída num tubo de metal de extracção WHATMAN com o comprimento de 80 mm e um diâmetro interno e externo de 22 mm e 24 mm, respectivamente.

Furou-se o tubo metálico para depositar a amostra e colocou-se uma rolha de lã de vidro no topo do tubo para ajudar na distribuição dos solventes. Lavou-se o copo da amostra com 10 ml de éter de petróleo (P.E. 35°C a 60°C) e verteu-se o líquido de lavagem dentro do tubo.

Utilizando o equipamento de extracção Goldfish como no A.O.C.S. Official Method Aa 4-38, adicionou-se 50 ml de éter de petróleo ao copo e fez-se o refluxo do solvente no copo, condensou-se e deitou-se gota a gota no tubo metálico durante o período de uma hora. Removeu-se o tubo e evaporou-se o éter de petróleo.

Determinou-se o peso da amostra, e após correcção para o resíduo do éter de petróleo, determinou-se a quantidade de óleo no pó de café solúvel como sendo 0,17%.

EXEMPLO II

~~CONFIDENTIAL~~

Seguiu-se o procedimento do Exemplo I mas adicionou-se óleo de café a uma amostra de 15g de café so lúvel do Exemplo I a um nível estimado de 1%, e adicionou-se óleo de café a uma segunda amostra a um nível estimado de 1,5%. Depois de seguir os procedimentos do Exemplo I, reali- zaram-se testes durante um período de 10 a 13 dias para deter minar a reprodutibilidade dos resultados, que se demonstraram como se segue:

Óleo Estimado = 1.17%
(1 % Aplicado + 0.17%
em pó solúvel)

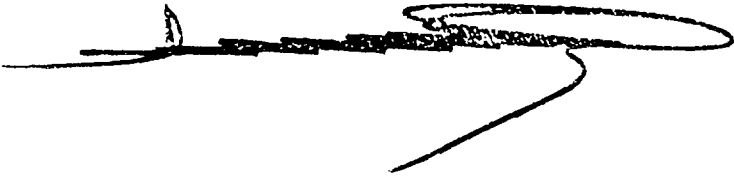
Óleo Estimado = 1.67%
(1,5% Aplicado + 0.17%
em pó solúvel)

<u>Análise</u>	<u>Percentagem</u> <u>Óleo</u>	<u>Análise</u>	<u>Percentagem</u> <u>Óleo</u>
1	1.32%	1	1.55%
2	1.32%	2	1.65%
3	1.33%	3	1.74%
4	1.26%	4	1.66%
5	1.27%	5	1.58%
6	1.28%	6	1.63%
<u>% Média de óleo</u>	1.30%		1.63%
<u>Desvio</u>			
<u>Padrão</u>	<u>±</u> 0.027	<u>±</u>	0.060
<u>Coefficiente de</u>			
<u>Variação</u>	2.12%		3.70%

EXEMPLO I DE COMPARAÇÃO

O procedimento do método de libertação do éster da presente invenção, comparou-se com o procedimento de extração directa do solvente de Goldfish, referido anteriormente.

Os dados a seguir são de 6 determinações individuais.



	<u>Método de libertação do éster</u>		<u>Procedimento de Goldfish</u>	
	Valor	Coeficiente	Valor	Coeficiente
	Médio de	de	Médio	de
	<u>Óleo %</u>	<u>Variação</u>	<u>Óleo %</u>	<u>Variação</u>
Pó do				
<u>Exemplo I</u>	0.170 %	5.71 %	0.030 %	13.33 %
Amostra com				
Óleo				
Estimado				
a <u>0.27 %</u>	0.358 %	3.52 %	0.152 %	13.95 %
Amostra com				
Óleo				
Estimado				
a <u>1.67 %</u>	1.633 %	3.70 %	1.19 %	9.35 %

Isto demonstra que o procedimento de Goldfish extrai 27 % menos óleo da amostra 3, 57 % menos óleo da amostra 2 e 82 % menos óleo da amostra 1, quando comparado com o presente método de libertação do éster. Pelo método de libertação do éster da presente invenção, obtém-se muito mais óleo, pela determinação analítica, particularmente para concentrações de óleo muito baixas, do que pelo procedimento de Goldfish, e por isso, como um método analítico, o presente método de libertação do éster, proporciona uma sensibilidade melhorada e proporciona um menor desvio dos resultados quando comparado com o procedimento de Goldfish.

EXEMPLO II DE COMPARAÇÃO

A amostra 2 do Exemplo de Comparação I, anterior, com um teor estimado de óleo de 0.27 %, foi absorvida pela celite de acordo com o método de libertação do éster da presente invenção, mas depois determinou-se a quantidade de óleo na amostra pelo procedimento tradicional de Goldfish e pelo método tradicional de Soxhlet. Realizou-se uma experiência utilizando o método do Soxhlet e a percentagem de óleo era de 0,349 %.

Realizaram-se 6 experiências utilizando o método de Goldfisch.

<u>Amostra de</u> <u>Goldfisch</u>	<u>Percentagem de</u> <u>Óleo Encontrado</u>
1	.379%
2	.359%
3	.366%
4	.349%
5	.367%
6	.339%
<u>Média</u>	.358%
<u>Desvio Padrão</u>	<u>±</u> .013
<u>Coeficiente de Variação</u>	3.52%

Isto demonstra, juntamente com o Exemplo I de comparação, que a utilização do método de libertação do éster da presente invenção, de adição de água para dissociação e libertação dos ésteres a partir de materiais e absorção do líquido com uma substância absorvente inerte e extração de ésteres para determinação analítica, como anteriormente descrito, é o factor crítico para a obtenção de resultados analíticos consistentes.

EXEMPLO III

Moeram-se 50g de feijões secos Pinto num pó fino. Pesaram-se 12g de feijões dentro dum copo de 250ml. Adicionaram-se 80ml de água ao copo e misturaram-se completamente com os feijões. Aqueceu-se a mistura num banho de vapor durante 1 hora com agitação todos os 7 a 8 minutos. Arrefeceu-se então a amostra à temperatura ambiente ($\sim 21^{\circ}\text{C}$). Adicionou-se 40g de celite e misturou-se com a amostra. Secou-se a amostra misturada com a celite num forno de vácuo a 100°C até secar. Moeu-se a amostra seca com um almofariz e um pilão e extraíu-se numa unidade de extração Goldfisch com um éter de petróleo.



A gordura total libertada, dissociada, obtida e determinada é 0,1255 que é 1,05 % em peso da amostra inicial de 12g.

EXEMPLO III DE COMPARAÇÃO

Extraíram-se directamente 12g de feijões Pinto moídos do Exemplo III numa unidade de extração Goldfisch seguindo o procedimento Goldfisch. A quantidade de gordura total determinada por este procedimento é 0,1031 g o que é 0,86 % em peso da amostra inicial de 12g. Obtém-se aproximadamente 22% mais de gordura utilizando o método de libertação do éster da presente invenção, quando comparado com a extração directa pelo procedimento de Goldfisch.

EXEMPLO IV

Descascou-se e lavou-se uma larga quantidade de camarão fresco cru. Não é feita referência para recuperar qualquer gordura das cascas.

Amoleceram-se 54g de camarão cru descascado e lavado num misturador WARING com 30g de água. Transferiu-se esta amostra para um copo de 250 ml numa forma quantitativa. Ferveu-se a amostra numa placa quente durante uma hora, com agitação magnética. A amostra aquecida e misturada arrefeceu-se a temperatura ambiente ($\sim 21^{\circ}\text{C}$) e misturaram-se 25g de celite completamente com a amostra. Secou-se a mistura da celite com a amostra num forno de vácuo a 100°C . Moeu-se a amostra seca com um almofariz e pilão e extraíu-se numa unidade de extração Goldfisch com éter de petróleo durante 1 1/2 h.

A gordura total extraída é 0,1091 g que é 0,202 % em peso da amostra inicial.

EXEMPLO IV DE COMPARAÇÃO

Amoleceram-se 34g de camarão cru descascado e lavado, do exemplo IV, secaram-se num forno de vácuo e

extraíram-se pelo método de Goldfisch com éter de petróleo também durante 1 1/2 h. A gordura total extraída é de 0,0208 g que é 0,0612% em peso da amostra inicial.

Obteve-se mais de 3 vezes a quantidade de gordura a partir do camarão pelo presente método de libertação do éster quando comparada com a extração directa pelo método de Goldfisch.

Como se torna claro para os especialistas, podem ser feitas variações e modificações à presente invenção sem se afastarem do espírito e âmbito desta invenção como definido pelas reivindicações seguintes.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

- 1ª -

Processo para a preparação de ésteres de ácido gordo de glicerol a partir de materiais que contêm ésteres caracterizado por:

adicionar-se água a materiais que contêm ésteres para dissociação e libertação de ésteres de materiais num líquido que compreende água e os ésteres;

absorver-se o líquido com uma substância de absorção inerte;

secar-se a substância de absorção inerte contendo o lí-

quido para remoção da água;

extraírem-se os ésteres a partir da substância de absorção inerte seca ou um solvente; e

remover-se o solvente dos ésteres extraídos.

- 2a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por os materiais que contêm ésteres serem solúveis em água e por adicionar-se água em quantidade e em condições suficientes para dissolver os materiais para libertação dos ésteres e para se obter o líquido.

- 3a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por os materiais que contêm o éster não serem solúveis em água e por adicionar-se água em quantidade e condições suficientes para expelir os ésteres dos materiais para libertação dos ésteres num meio aquoso para se obter o líquido.

- 4a -

Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por adicionalmente se aquecer a água e os materiais que contêm o éster e por se agitar pelo menos periodicamente para libertação dos ésteres no líquido.

- 5a -

Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por adicionalmente se arrefecer o líquido para proporcionar pelo menos alguma separação de fases de água e ésteres antes de se adicionar a substância de absorção inerte ao líquido para absorção do líquido.

- 6a -

Processo de acordo com as reivindicações 2 ou 3, caracterizado por adicionar-se a substância de absorção inerte numa quantidade compreendida entre 35 e 75% em peso

- 17 -

aproximadamente baseada sobre o peso do líquido.

- 7a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o solvente ser um solvente seleccionado do grupo que consiste em hidrocarbonetos de C_5 a C_7 e suas combinações incluindo éter. de petróleo e por a substância de absorção inerte ser seleccionada do grupo que consiste em terras de diatomáceas, terras de Fuller, argila de beutonite, fibras de celulose, celulose microcristalina, fibras celulósicas de madeira, rochas vulcânicas, fibras de algodão e celite.

- 8a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por adicionalmente se medir a quantidade de ésteres a partir dos quais se remove o solvente.

- 9a -

Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o líquido ter um conteúdo de sólidos inferior a 15% de sólidos aproximadamente e por se adicionar a substância de absorção inerte numa quantidade compreendida entre 45 e 55% em peso aproximadamente baseada no peso do líquido.

- 10a -

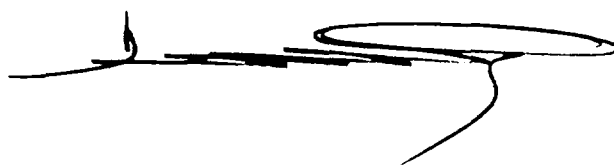
Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por os ácidos gordos 3 omega estarem associados aos ésteres dos materiais que contêm éster e por adicionalmente se proporcionar ácidos gordos 3 omega a partir dos ésteres após remoção do solvente.

A requerente declara que o primeiro pedido desta patente foi apresentado nos Estados Unidos da América

em 12 de Janeiro de 1988, sob o Nº. de série 07/143,351.

Lisboa, 11 de Janeiro de 1989.

ASSINTE PESSOAL DE JOSE MARIA DE SOUSA

A handwritten signature in black ink, consisting of a series of loops and a long horizontal stroke.



R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE ÉSTERES DE ÁCIDO GORDO DE GLICEROL A PARTIR DE MATERIAIS QUE CONTÊM ÉSTERES"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de ésteres de ácido gordo de glicerol a partir de materiais que contêm ésteres que compreende:

adicionar-se água a materiais que contêm ésteres para dissociação e libertação de ésteres de materiais num líquido que compreende água e os ésteres;

absorver-se o líquido com uma substância de absorção inerte;

secar-se a substância de absorção inerte contendo o líquido para remoção da água;

extraírem-se os ésteres a partir da substância de absorção inerte seca com um solvente; e

remover-se o solvente dos ésteres extraídos.

.
. .
.