



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 122017016500-3 B1**



**(22) Data do Depósito:** 04/11/2005

**(45) Data de Concessão:** 12/03/2019

---

**(54) Título:** PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE ÓLEO

**(51) Int.Cl.:** C11B 1/10; C11B 3/02; C11B 3/06; A23D 9/00; A23B 9/22; (...).

**(30) Prioridade Unionista:** 04/11/2004 US 60/625,506; 06/12/2004 US 60/633,914.

**(73) Titular(es):** MONSANTO TECHNOLOGY LLC.

**(72) Inventor(es):** JUAN P. ARHANCET; JERALD D. HEISE; VALLABH MAKADIA.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2005039809 de 04/11/2005

**(87) Publicação PCT:** WO 2006/052664 de 18/05/2006

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 31/07/2017

**(62) Pedido Original do Dividido:** PI0517095-8 - 04/11/2005

**(57) Resumo:** A presente invenção refere-se a processos para preparar composições de óleo, tendo uma alta concentração de ácidos graxos poliinsaturados, e composições de óleo, tendo uma baixa concentração de um ácido -linoléico. Além disso, a presente invenção é dirigida a processos para preparar composições de óleo tendo características vantajosas de estabilidade.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para  
**"PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE ÓLEO".**

[001] Dividido do PI0517095-8, depositado em 04.11.2005.

Antecedentes

[002] A presente invenção refere-se a óleos não animais não hidrogenados ou parcialmente hidrogenados, tendo um baixo nível de ácidos trans-graxose atributos aperfeiçoados de aroma e desempenho, especialmente adequados para aplicações alimentícias, e processos para a preparação deles.

[003] Como os consumidores estão ficando cada vez mais cientes do impacto na saúde da nutrição de lipídios, o consumo de óleos com altos níveis de gorduras insaturadas e poliinsaturadas e baixos níveis de gorduras trans é desejável.

[004] Muitos óleos são hidrogenados quimicamente; a hidrogenação é usada para aperfeiçoar atributos, tal como a estabilidade. Quando um óleo é hidrogenado, o número de insaturações olefínicas nos ácidos graxos é reduzido. No entanto, a hidrogenação pode afetar a estereoquímica das duplas-ligações por movimentação da dupla-ligação para outra posição no ácido graxo ou provocação da isomerização de principalmente as duplas-ligações cis em duplas-ligações trans. A isomerização dos ácidos cis-graxosem ácidos trans-graxos é indesejável, devido aos aspectos de saúde negativos relativo ao consumo de ácidos graxos trans.

[005] Uma aplicação de óleos é para uso durante fritura profunda. As temperaturas de fritura profunda podem fazer com que o óleo seja oxidado e, desse modo, degradam-se mais rápido do que seria a uma temperatura mais baixa. Desse modo, muitos óleos desidrogenados, com altos níveis de gorduras insaturadas ou poliinsaturadas, têm uso limitado em operações de fritura profunda, devido à instabilidade deles;

a fritura profunda é um segmento importante da indústria de processamento de alimentos. Muitos óleos de soja não hidrogenados são instáveis e facilmente oxidados durante cozimento, o que cria, por sua vez, aromas distintos do óleo e compromete as características sensoriais dos alimentos cozidos nesses óleos.

[006] Os ácidos graxos poliinsaturados (PUFAs) podem ser extraídos de fontes naturais ou sintetizados por vários organismos. No entanto, há várias desvantagens associadas com a produção comercial de PUFAs de fontes naturais. As fontes naturais de PUFAs, tais como animais e plantas, tendem a ter composições de óleo altamente heterogêneas. Os óleos obtidos dessas fontes podem requerer uma intensa purificação para a separação de um ou dos PUFAs mais desejados, ou produzir um óleo, que é enriquecido em um ou mais PUFAs. Os óleos de peixe contendo proporções significativas de EPA (ácido eicosapentaenóico) e DHA (ácido docosahexaenóico) podem ter gostos e odores desagradáveis, que os tornariam ingredientes ou suplementos alimentícios indesejáveis. Além do mais, em alguns casos, as cápsulas de óleo de peixe podem conter baixos níveis do componente desejado e reter níveis indesejáveis de outros componentes, incluindo contaminantes.

[007] Os PUFAs são considerados como inúteis para fins nutritivos, farmacêuticos, industriais e outros. Portanto, é de interesse extrair óleos tendo altos níveis de PUFAs de sementes modificadas geneticamente; essas sementes tendo sido modificadas para conter concentrações mais altas de SDA (ácido estearidônico), comparadas com a semente natural correspondente.

#### Sumário da Invenção

[008] A invenção é dirigida a um processo para a preparação de um óleo não animal, compreendendo: degomagem de um óleo bruto não animal para formar um óleo degomado; reação do óleo degomado

com uma solução aquosa ácida para formar uma mistura; neutralização da mistura com uma solução aquosa alcalina para formar um óleo refinado; contato do óleo refinado com um material alvejante, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar o óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[009] Um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar um óleo não animal, compreendendo: degomagem de um óleo bruto para formar um óleo degomado; neutralização do óleo degomado com uma solução aquosa alcalina, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para forma um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0010] Mais um aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar um óleo não animal, compreendendo: degomagem de um óleo bruto para formar um óleo degomado; reação do óleo degomado com uma solução aquosa ácida, na presença de um gás inerte para

minimizar a concentração de oxigênio, para formar uma mistura; neutralização da mistura com uma solução aquosa alcalina, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxos em ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou derivados dos mesmos no óleo não animal.

[0011] Mais um aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: reação de um óleo bruto com uma solução aquosa ácida, a uma temperatura de pelo menos 35°C e na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um óleo degomado; refino do óleo degomado para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxos em ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0012] Mais um aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: contato de um material contendo óleo com um fluido de extração, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para

extrair um óleo bruto do material contendo óleo; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0013] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: quebra e descascamento de sementes integrais, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar partes comestíveis de sementes; contato das partes comestíveis de sementes com um fluido de extração, para extrair um óleo bruto das partes comestíveis de sementes; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0014] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: quebra e descascamento de sementes integrais, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar

cascas de sementes; contato das cascas de sementes com um fluido de extração, para extrair um óleo bruto das cascas de sementes; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxos em ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0015] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: quebra e descascamento de sementes integrais para formar partes comestíveis de sementes; moagem, trituração ou esfoliação das partes comestíveis de sementes, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar partes comestíveis de sementes tendo maior área superficial; contato das partes comestíveis de sementes, tendo maior área superficial, com um fluido de extração, para extrair um óleo bruto das partes comestíveis de sementes; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxos em ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0016] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo

para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: quebra e descascamento de sementes integrais para formar cascas de sementes; moagem, trituração ou esfoliação das cascas de sementes, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar cascas de sementes tendo maior área superficial; contato das cascas de sementes, tendo maior área superficial, com um fluido de extração, para extrair um óleo bruto das cascas de sementes; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

[0017] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo para preparar uma composição de óleo não animal, compreendendo: moagem, trituração ou esfoliação de um material contendo óleo, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um material contendo óleo tendo maior área superficial; contato do material contendo óleo, tendo maior área superficial, com um fluido de extração, para extrair um óleo bruto do material contendo óleo; refino do óleo bruto para formar um óleo refinado; alvejamento do óleo refinado para formar um óleo alvejado, refinado; e desodorização do óleo alvejado, refinado, sob condições de processo que minimizam a oxidação ou minimizam a isomerização de ácidos cis-graxosem ácidos graxos trans, para formar a composição de óleo não animal, ou desodorização do óleo alvejado, refinado para formar o óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo



menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou derivados dos mesmos no óleo não animal.

[0018] Mais um outro aspecto da invenção é dirigido a um processo de diminuição de degradação por oxidação de sementes de óleo, ou de partes comestíveis de sementes de óleo, por armazenamento das sementes ou das partes comestíveis na presença de um gás inerte.

#### Breve Descrição dos Desenhos

[0019] A Figura 1 é uma representação esquemática do processo da invenção, representando as etapas do processo, partindo com sementes e produzindo óleo alvejado, refinado e desodorizado.

[0020] A Figura 2 é um gráfico do % de perda de ácido estearidônico (SDA) em função de tempo e temperatura, em um desodorizador em batelada.

[0021] A Figura 3A é um gráfico de valor de peróxido (PV) versus tempo para uma composição de óleo estearidônico (SDA), alvejado a: (i) 110°C com 0,5% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; (ii) 110°C com 1,0% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; (iii) 110°C com 1,5% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; e (iv) 95°C com 3,0% em peso de argila e ácido cítrico adicionados.

[0022] A Figura 3B é um gráfico de valor de anisidina (AV) versus tempo para uma composição de óleo estearidônico (SDA), alvejado a: (i) 110°C com 0,5% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; (ii) 110°C com 1,0% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; (iii) 110°C com 1,5% em peso de argila e ácido cítrico adicionados; e (iv) 95°C com 3,0% em peso de argila e ácido cítrico adicionados.

[0023] A Figura 4 é uma representação esquemática do projeto experimental para adição de ácido cítrico (CA), antes e depois da desodorização, como descrito no Exemplo 47.

[0024] A Figura 5A é um gráfico de AV versus tempo para o experimento de desodorização descrito no Exemplo 47.

[0025] A Figura 5B é um gráfico de PV versus tempo para o experimento de desodorização descrito no Exemplo 47.

Descrição Detalhada

[0026] O processo da presente invenção produz óleos tendo estabilidade aperfeiçoada, em termos de sabor e odor, e baixos níveis de ácidos graxos trans. Certos óleos, preparados usando o processo da invenção, podem ser usados como ingredientes alimentícios, devido aos benefícios para a saúde do consumo de gorduras altamente insaturadas. É conhecido que o consumo de ácidos graxos, tendo quatro ou mais duplas-ligações, é desejável. Devido ao alto nível de insaturação (quatro ou mais duplas-ligações), certos óleos, preparados pela presente invenção, são menos estáveis que os óleos com um nível mais baixo de insaturação (menos que para as duplas-ligações). A estabilidade mais baixa de certos óleos provoca reações de decomposição de ácidos graxos, que formam peróxidos e hidroperóxidos indesejáveis. A decomposição subsequente desses produtos de oxidação pode formar aldeídos e/ou cetonas voláteis e não voláteis. Os componentes não voláteis podem catalisar oxidação adicional dos óleos, e os componentes voláteis podem originar gosto e odor indesejáveis.

[0027] O processo para preparação dos óleos da presente invenção foi desenvolvido por otimização de muitos fatores que afetam a velocidade dos processos de oxidação, incluindo armazenamento e tratamento de sementes, as concentrações de pró-oxidantes (por exemplo, oxigênio, clorofila e metais), a temperatura do sistema, a exposição das partes comestíveis de sementes, ou óleo, à luz, e a concentração de estabilizadores ou antioxidantes presentes naturalmente ou de outro modo. As relações entre esses fatores são complexas. Os aperfeiçoamentos dos processos da presente invenção proporcionam composições de óleo com estabilidade de óleo de

semente aperfeiçoada, caracterizadas por vários métodos analíticos (por exemplo, AV, PV) e características sensórias e de aroma aperfeiçoadas, quando comparadas com os óleos de sementes preparadas por processos convencionais. Desse modo, outro dos vários aspectos da presente invenção é um processo para a preparação das composições de óleos de sementes aqui descritas. O processo de óleo de semente da presente invenção proporciona vantajosamente composições de óleos de sementes com estabilidade incorporada em características sensórias e de aroma.

#### I. Aumento da Estabilidade à Oxidação de Composições de Óleos por Processamento

[0028] As várias composições de óleo preparadas usando o processo da invenção são óleos extraídos de várias fontes. Em várias concretizações, a fonte de óleo é não animal. Vantajosamente, as composições preparadas pelo processo da invenção possuem maior estabilidade do que as composições de óleos conhecidas.

[0029] Geralmente, a estabilidade dos óleos é importante para a determinação dos seus usos. Por exemplo, os óleos com baixas concentrações de ácidos graxos insaturados, resultantes usualmente de hidrogenação parcial, são usados em aplicações de fritura profunda. Tipicamente, esses óleos são parcialmente hidrogenados, devido à estabilidade mais baixa das gorduras insaturadas à instabilidade por oxidação, que pode resultar de altas temperaturas de fritura profunda. No entanto, a hidrogenação de óleos resulta na formação de ácidos graxos trans, que são conhecidos por impactar negativamente a saúde cardiovascular. Desse modo, há interesse na preparação de óleos estáveis, em que o teor de ácido graxo trans é baixo para uso em aplicações de fritura profunda, e várias composições de óleos preparadas pelo processo da invenção são adequadas para tal uso.

[0030] A presente invenção é também dirigida à preparação de

óleos tendo uma alta concentração de ácidos graxos ômega-3, que são conhecidos por proporcionar benefícios de saúde positivos. Em particular, os ácidos graxos ômega-3 são conhecidos por beneficiar a saúde cardiovascular, o desenvolvimento cognitivo, a nutrição de crianças e na prevenção de câncer, reumatóide e de osteoartrite, e doença mental. Atualmente, uma fonte principal de ácidos graxos 3-ômega é óleos de peixe. Os ácidos graxos 3-ômega são mais reativos devido ao maior número (3 ou mais) de duplas-ligações nos ácidos graxos. Desse modo, encontrando-se uma boa fonte de óleos ômega-3, para uso como um ingrediente alimentício (por exemplo, para adição a pão, bolachas, molhos de saladas, maionese, margarinas e pastas, devido ao gosto e ao odor de óleos ômega-3 de óleos de peixe. Conseqüentemente, um aspecto da presente invenção é proporcionar uma fonte de ácidos graxos 3-ômega que tenha as características vantajosas de sabor e odor, para uso como um ingrediente alimentício e/ou um produto com benefícios potenciais para a saúde.

[0031] Geralmente, óleos tendo um maior número de funcionalidades olefínicas apresentam maiores taxas de oxidação que óleos tendo um menor número de funcionalidades olefínicas. Os esquemas de reação descrevendo a oxidação de ácidos graxos insaturados (UFAs) incluem reações em cadeia de radicais caracterizadas como reações de iniciação, propagação e terminação. Um exemplo de uma reação de iniciação envolve abstração de um átomo de hidrogênio de um ácido graxo, para produzir um ácido graxo com um radical livre. Os UFAs tendo mais de uma dupla-ligação e tendo um átomo de carbono alílico são mais reativos que ácidos graxos poliinsaturados tendo outras configurações, porque o átomo de hidrogênio alílico é mais facilmente abstraído e o radical alílico é mais estável que outros radicais. Durante a propagação, o UFA com um radical alílico pode reagir com oxigênio molecular para produzir um

composto de peróxido. O composto de peróxido pode reagir com outro UFA, para abstrair um átomo de hidrogênio e produzir outro radical de ácido graxo em uma etapa de propagação. Alternativamente, um radical alílico pode reagir com outro radical para produzir um produto inativo em uma etapa de terminação.

[0032] Os fatores que afetam a oxidação de óleos com um ou mais ácidos graxos poliinsaturados são uma função da concentração de agentes que iniciam a abstração de um átomo de hidrogênio de um UFA, a concentração de oxigênio molecular, a concentração de compostos que reagem com os radicais para formar produtos estáveis (por exemplo, estabilizadores ou outros radicais que resultam em terminação) e várias outras condições reacionais que aumentam ou diminuem as velocidades de reação das reações de oxidação. O oxigênio molecular é uma das espécies mais importantes necessárias para sustentar a produção de compostos de peróxido de UFAs, e os fatores discutidos acima têm relações complexas.

[0033] Geralmente, a relação da concentração de pró-oxidantes, que iniciam a formação de espécies de radicais, para a estabilidade dos óleos altamente insaturados depende do pró-oxidante específico e da reação de iniciação que ocorre. Quando oxigênio molecular é apreendido em uma etapa de propagação do esquema de reação de oxidação total, a relação entre a concentração de oxigênio molecular e a velocidade de oxidação de UFA é aproximadamente linear. No entanto, o oxigênio molecular pode participar em outros tipos de reações no esquema de reação de oxidação total. Por exemplo, um mecanismo de iniciação proposto é a abstração de hidrogênio de um UFA por íons metálicos em teores traços. Além do mais, verificou-se que a luz UV e a temperatura aumentam as taxas de ataque direto por oxigênio nos UFAs. Acredita-se também que os UFAs sejam oxidados pelo peróxido de hidrogênio produzido de decomposição de água catalisada por metal,

ou por reação de proporções traços de oxigênio singlete. Todas essas reações são plausíveis e levam a relações complexas entre os fatores de processamento, estabilidade e qualidade de oxigênio discutidas abaixo.

[0034] Ainda que a relação da concentração de estabilizadores para a taxa de oxidação de UFA dependa do estabilizador específico, essa relação pode ser complicada pela presença de mais de um estabilizador. A adição de estabilizadores múltiplos pode agir para estabilizar cada um deles, e quando isso ocorre, uma combinação de dois ou mais estabilizadores pode ser mais efetiva na terminação de radicais livre que um único estabilizador.

[0035] Apesar da complexidade da oxidação de UFA, a estabilidade das composições contendo UFAs pode ser determinada por medida de certos tipos de compostos produzidos pelas várias reações de oxidação. Por exemplo, o valor de peróxido (PV) é a concentração dos compostos de peróxido no óleo medida em meq/kg. Os compostos de peróxidos são produzidos durante a oxidação de UFAs, quanto mais alto o valor de PV, mais oxidação de UFAs ocorreu. Além do mais, o PV do óleo pode ser minimizado por redução da formação de peróxidos ou por remoção / decomposição dos peróxidos ou hidroperóxidos presentes no óleo. O PV pode ser minimizado por várias técnicas, incluindo, mas não limitado a, protocolos de processamento.

[0036] Outro tipo de medida que é utilizada para determinar a tensão pós-oxidação, que o óleo foi exposto, é referida como o valor de anisidina (AV) do óleo. O AV indica a proporção de oxidação que o óleo experimentou, antes da medida, e é uma medida da concentração dos produtos de oxidação secundários. O AV de um óleo é uma medida da proporção de aldeídos e/ou cetonas não voláteis (basicamente, 2-alquenais) no óleo. Como o AV do óleo mede a concentração de aldeído

e/ou cetona não volátil no óleo (tipicamente, adimensional), é uma medida da sua história de oxidação. Os aldeídos e as cetonas são produzidas da decomposição de espécies de peróxidos ou hidroperóxidos, que são os produtos de oxidação primários da funcionalidade olefínica em um ácido graxo. Os métodos para medir PV ou AV de um óleo são bem conhecidos na técnica e incluem AOCS Cd 8-53 e AOCS Cd 18-90, respectivamente.

[0037] A minimização da proporção de oxidação medida por PV e AV pode ter implicações significativas, quando da determinação da estabilidade a oxidação de um óleo. Por exemplo, peróxidos e hidroperóxidos podem decompor facilmente, para formar aromas distintos e aldeídos e cetonas, que podem agir como catalisadores para a decomposição oxidante adicional do óleo.

[0038] Um método para determinar a estabilidade a oxidação é o índice de estabilidade a oxidação (OSI); um método para medir o OSI é o ACOS Cd 12b-92. O valor para o OSI é o tempo (usualmente em horas), antes da variação de taxa máxima de oxidação (referida geralmente como a fase de propagação da reação de oxidação); esse tempo é usualmente chamado o período de indução. Embora haja muitos fatores que afetam um valor de OSI de óleo, o valor é útil juntamente com as outras medidas para fazer previsões semiquantitativas sobre a estabilidade do óleo.

[0039] Outro método para determinar a estabilidade à oxidação de um óleo é utilizar uma avaliação sensorial padronizada. Geralmente, a avaliação sensorial padronizada determina os atributos de olfato, sabor e tátil e o aroma do óleo e também as características de um produto alimentício contendo o óleo por fritura profunda do alimento no óleo, ou incorporando de outro modo o óleo no alimento. Por exemplo, muitas características do óleo e dos alimentos preparados usando os óleos, ou tendo o óleo como um ingrediente, podem ser avaliadas. Além disso,

elementos de um painel treinados podem selecionar de várias escalas numéricas como taxar a aceitabilidade dos óleos testados na avaliação sensorial. Uma pessoa versada na técnica seria capaz de elaborar uma avaliação sensorial adequada. Os resultados da avaliação sensorial determinam a aceitabilidade do óleo para o uso específico e como tais são uma medida importante de estabilidade de óleo.

[0040] Os indicadores de odor e sabor específicos associados com os óleos incluem aqueles de toucinho defumado, feijão, amargo, suave, queimado, manteiga, papelão, milho, fritura profunda, peixe, fruta, capim, verde, feno, óleo aquecido, casca, óleo hidrogenado, banha de porco, óleo de maceração leve, melão, metálico, mofo, noz, óleo superaquecido, oxidação, sem graça, óleo de parafina, óleo de amendoim, óleo de noz-pecã, petróleo, fenólico, óleo de pinho, plástico, de viveiro de peixes, abóbora, rançoso, óleo recuperado, sabão, azedo, enxofre, casca de semente de girassol, melancia, cera, erva-daninha e madeira. Tipicamente, os óleos contendo mais de quatro duplas-ligações são caracterizados por um odor de peixe ou viveiro de peixes. Uma concretização da presente invenção é produzir óleos contendo mais de quatro duplas-ligações, que são de sabor suave ou de manteiga em sabor e odor, quando da produção. Outra concretização da invenção é ter esses óleos reterendo as suas propriedades sensoriais suaves ou de manteiga, quando armazenados por vários meses.

## II. Processo de Sementes de Óleos

[0041] O processo de sementes de óleos da presente invenção é usado vantajosamente para preparar óleos tendo características de estabilidade aperfeiçoadas. O processo da presente invenção é aplicável a óleos, que se beneficiam de maior estabilidade. Por exemplo, muitas composições de óleos, tendo níveis moderados a altos de UFAs podem ser preparados usando o processo da presente invenção. Em uma concretização, o processo da presente invenção é usado para



processar sementes contendo pelo menos um ácido graxo poliinsaturado, tendo quatro ou mais duplas-ligações carbono - carbono, ou um derivado dele, em uma proporção de pelo menos cerca de 0,4% em peso, com base no peso total de ácidos graxos. Em outra concretização, o processo da presente invenção é usado para processar sementes tendo um teor de ácido  $\alpha$ -linoléico (ALA) de até cerca de 3% em peso, com base em um peso total de ácidos graxos. Como descrito acima, a estabilidade dos óleos da presente invenção é determinada por medidas analíticas de PV, AV, OSI, bem como dados sensoriais compreendendo sabor e odor. A descrição do processo de sementes de óleo da presente invenção é dividido em duas seções. A primeira seção descreve as etapas de processo padrões usadas no processamento de óleos de sementes convencional. A segunda seção descreve as modificações do processo da presente invenção. Aqueles versados na técnica vão entender que os aperfeiçoamentos do processo da invenção podem ser combinados com as etapas de processo padrões apresentadas a seguir.

#### A. Etapas de Processo

[0042] Geralmente, as seguintes etapas são usadas para processar óleos de sementes: preparação, quebra e descascamento, condicionamento, moagem, esfoliação ou compressão, extração, degomagem, refino, alvejamento e desodorização. Cada uma dessas etapas vai ser discutida em mais detalhes abaixo. A discussão detalha o processo em cada uma das etapas usadas atualmente em aplicação comercial. Uma pessoa versada na técnica vai saber que etapas podem ser combinadas, usadas em uma ordem diferente ou de outro modo modificadas.

[0043] Com referência agora à Figura 1, a etapa de preparação 1 inclui o processo de limpeza inicial, que remove pedras, sujeira, galhos, vermes e outros fragmentos coletados durante colheita e

armazenamento das sementes. Matéria estranha como descrita acima pode afetar a qualidade do óleo de semente final, pelo fato de que contém compostos que afetam negativamente a sua estabilidade química.

[0044] Após a etapa de preparação, as sementes limpas 2 são quebradas e descascadas. A quebra e o descascamento podem ser feitos de vários modos, que são bem conhecidos na técnica. Por exemplo, as sementes podem ser quebradas e descascadas por uso de um quebrador / descascador 3, que quebra mecanicamente as cascas externas e, desse modo, expõe a parte comestível da semente interna. Após quebra, as cascas podem ser separadas das partes comestíveis de sementes pelo descascador. Em um aspecto, o descascador pode separar as cascas das partes comestíveis de sementes, devido à diferença de densidade entre as cascas e as sementes; as cascas são menos densas que as partes comestíveis de sementes. Por exemplo, as cascas e as partes comestíveis de sementes 4 podem ser alimentadas a um aspirador 5, no qual a aspiração separa as cascas das partes comestíveis de sementes quebradas. O descascamento reduz o teor de fibra bruta, enquanto aumenta a concentração de proteína das partes comestíveis de sementes extraídas. Opcionalmente, após o descascamento, as cascas 6 podem ser alimentadas a uma peneira 7, para separar as cascas 8 dos finos 9 gerados na quebra das sementes. Após recuperação, os finos 9 podem ser adicionados de volta às partes comestíveis de sementes 10, antes de condicionamento.

[0045] Assim que as sementes forem quebradas e descascadas, as partes comestíveis de sementes 10 são condicionadas no condicionador 11, para tornar as partes comestíveis de sementes flexíveis, antes de processamento posterior. Além do mais, o condicionamento rompe os corpos de óleo. O processamento posterior,

em termos de esfoliação, moagem ou outra técnica de trituração, é facilitado pelo fato de ter-se partes comestíveis de sementes flexíveis nesse estágio. Geralmente, as partes comestíveis de sementes têm a umidade eliminada ou adicionada em um condicionador 11, para atingir um nível de umidade de 6 - 7% em peso. Se a umidade for eliminada, esse processo é chamado torração, e se umidade é adicionada, esse processo é chamado cozimento. Tipicamente, as partes comestíveis de sementes são aquecidas a 80 - 90°C com vapor 12, que é seco ou úmido, dependendo da indicação de ajuste do teor de umidade das partes comestíveis de sementes.

[0046] As partes comestíveis de sementes condicionadas 13 são depois moídas a um tamanho de partícula desejado ou esfoliado a uma área superficial desejada em um moinho ou esfoliador 14. A esfoliação ou moagem é feita para aumentar a área superficial das partes comestíveis de sementes e também romper os corpos de óleo, facilitando, desse modo, uma extração mais eficiente. Muitas técnicas de moagem são adequadas e bem conhecidas no ramo. As considerações quando da seleção de um processo de moagem e um tamanho de partícula para a semente moída são eventuais, mas não limitadas ao teor de óleo na semente e da eficiência desejada da extração das partes comestíveis de sementes ou da semente. Quando da esfoliação das partes comestíveis de sementes, as lâminas são tipicamente de cerca de 0,1 a cerca de 0,5 mm de espessura; de cerca de 0,1 a cerca de 0,35 mm de espessura; de cerca de 0,3 a cerca de 0,5 mm de espessura; ou de cerca de 0,2 a cerca de 0,2 mm de espessura.

[0047] Opcionalmente, após as partes comestíveis de sementes serem moídas, podem ser comprimidas. Tipicamente, as partes comestíveis de sementes são comprimidas quando o teor de óleo das partes comestíveis de sementes é superior a cerca de 30% em peso

das sementes. No entanto, sementes com teores de óleo mais baixos ou mais altos podem ser comprimidas. As partes comestíveis de sementes 15 podem ser comprimidas, por exemplo, em uma prensa hidráulica ou uma rosca mecânica (não mostrada). Quando comprimidas, o óleo nas partes comestíveis de sementes é comprimido por uma tela, coletado e filtrado. O óleo coletado é o primeiro óleo da compressão. As partes comestíveis de sementes após a compressão são chamadas de bolo de sementes; o bolo de sementes contém óleo e podem ser submetidas à extração por solvente.

[0048] Após moagem, esfoliação ou compressão opcional, o óleo pode ser extraído das partes comestíveis de sementes moídas ou esfoliadas 15, ou do bolo de sementes por contato delas com um solvente 16 em um extrator 17. De preferência, n-hexano ou iso-hexano é usado como o solvente no processo de extração. Essa extração pode ser conduzida de vários modos, que são bem conhecidos na técnica. Por exemplo, a extração pode ser um processo em batelada ou contínuo e é, desejavelmente, um processo em contracorrente contínuo. Em um processo em contracorrente contínuo, o contato do solvente com as partes comestíveis de sementes lixivia o óleo para o solvente, proporcionando, crescentemente, mais bolos (isto é, solvente - óleo), enquanto que o resíduo (isto é, solvente - sólidos) é contactado com os bolos de concentração decrescente. Após a extração, o solvente é removido do bolo 18 de uma maneira conhecida na técnica. Por exemplo, destilação, evaporação rotativa ou um evaporador de filme ascendente e um removedor de vapor, ou qualquer outro removedor de solvente adequado 19, pode ser usado para remoção do solvente 20. Após remoção do solvente, o óleo bruto 21 é usualmente aquecido a cerca de 95°C e cerca de 7.997,4 MPa (60 mm Hg). A parte comestível de semente desprovida de óleo 22, saindo do extrator 17, pode ser posteriormente processada e usada como uma fonte de proteína.

[0049] O óleo bruto 21 contém fosfatídeos hidratáveis e não hidratáveis. Consequentemente, o óleo bruto 21 é tratado em um degomador 23, para remover os fosfatídeos hidratáveis, por adição de água 24 e aquecimento a aproximadamente 65°C, por aproximadamente 30 - 60 minutos, dependendo da concentração de fosfatídeo. Opcionalmente, após aquecimento com água, a mistura de óleo bruto e água 25 pode ser centrifugada na centrífuga 26, para separar o óleo bruto degomado 27 do vapor de água 28 contendo os fosfatídeos hidratáveis. Opcionalmente, ácido fosfórico pode ser adicionado ao óleo bruto degomado 27, para converter os fosfatídeos não hidratáveis em fosfatídeos hidratáveis. O ácido fosfórico forma complexos metálicos, o que diminui a concentração de íons metálicos ligados aos fosfatídeos (os fosfatídeos complexados com metais são não hidratáveis) e, desse modo, converte fosfatídeos não hidratáveis em fosfatídeos hidratáveis. Geralmente, se ácido fosfórico for adicionado na etapa de degomagem, cerca de 1% em peso a cerca de 5% em peso; de preferência, cerca de 1% em peso a cerca de 2% em peso; particularmente, cerca de 1,5% em peso a cerca de 2% em peso é usado.

[0050] Além do mais, o óleo bruto degomado 27 contém ácidos graxos livre (FFAs), que podem ser removidos por uma etapa de refino químico (por exemplo, cáustico). Quando os FFAs reagem com substâncias básicas (por exemplo, cáusticas), formam sabões que podem ser extraídos em solução aquosa. Desse modo, o óleo bruto degomado 27 é aquecido a cerca de 27°C em um refinador cáustico 29, e hidróxido de sódio ou outra substância cáustica 30 é adicionado com agitação e deixado reagir por aproximadamente 30 minutos. Isso é seguido por interrupção da agitação enquanto continuando o aquecimento, e alimentação da mistura cáustica 31 a uma centrífuga 32, para remover a camada aquosa 33 do óleo neutralizado 34. O óleo

34 é tratado para remover sabões por lavagem com água do óleo, até que a camada aquosa atinja um pH neutro (não mostrado), ou por tratamento do óleo neutralizado 34 com sílica ou agente de troca iônica 35, para formar um óleo refinado quimicamente 36. O óleo 36 é seco a cerca de 95°C e cerca de 13.330 MPa (100 mm Hg).

[0051] Alternativamente, em vez de remover os FFAs do óleo por refino químico, os FFAs podem ser removidos por refino físico. Por exemplo, o óleo pode ser refinado fisicamente durante a desodorização. Quando o refino físico é conduzido, os FFAs são removidos do óleo por destilação a vácuo, conduzida à baixa pressão e a uma temperatura relativamente mais alta. Geralmente, os FFAs têm pesos moleculares mais baixos do que os triglicerídeos e, desse modo, os FFAs têm, geralmente, pontos de ebulição mais baixos e podem ser separados de triglicerídeos, com base nessa diferença de ponto de ebulição.

[0052] Tipicamente, quando da condução de refino físico em vez de refino químico, as condições de processamento de óleo são modificadas para obtenção de especificações de produtos finais similares. Por exemplo, quando uma solução aquosa ácida é usada na etapa de degomagem, uma concentração mais alta de ácido (por exemplo, até cerca de 100% de maior concentração, de preferência, cerca de 50% a cerca de 100% de maior concentração) pode ser necessária, devido à maior concentração de fosfatídeos não hidratáveis, que poderia ser removida de outro modo em uma etapa de refino químico. Além disso, uma maior proporção de material alvejante (por exemplo, até cerca de 100% de maior proporção, de preferência, cerca de 50 a cerca de 100% de maior proporção) é usada.

[0053] O óleo bruto degomado 27 ou o óleo refinado quimicamente 36 é submetido a um processo de adsorção 37 (por exemplo, alvejado), para remover as espécies de corpos coloridos e de pró-oxidantes, tais como peróxidos, produtos de oxidação, fosfatídeos, ceratinóides,

cloropilóides, metais e sabões remanescentes, formados na etapa de refino cáustico ou em outras etapas de processo. O processo de alvejamento 37 compreende resfriamento do óleo degomado 27 ou do óleo refinado quimicamente 36, sob vácuo, e adição de um material alvejante 38 adequado, para remover as espécies referidas acima (por exemplo, terra neutra - denominada comumente argila natural ou terra Fuller, terra ativada por ácido, carvão ativado, argilas e silicatos ativados) e um auxiliar de filtração. A mistura é aquecida a cerca de 90 - 110°C, e o material alvejante é contatado com o óleo degomado 27 ou óleo refinado quimicamente 36, por cerca de 5 - 15 minutos. A proporção de material alvejante usada é de cerca de 0,1% em peso a cerca de 2% em peso; de preferência, de cerca de 0,3% em peso a cerca de 1,5% em peso; particularmente, de cerca de 0,5% em peso a cerca de 1% em peso. Esse nível de argila alvejante equilibra os interesses rivais de adsorção dos corpos coloridos no óleo, para obter uma cor do óleo aceitável, enquanto não adsorvendo compostos que podem proporcionar estabilidade à oxidação agregada ao óleo. Após aquecimento, o óleo alvejado ou o óleo alvejado, refinado 39 é filtrado e desodorizado.

[0054] O óleo alvejado ou o óleo alvejado, refinado 39 é alimentado a um desodorizador 40, para remover compostos com fortes odores e aromas, bem como os ácidos graxos livres remanescentes. A cor do óleo pode ser reduzida ainda mais por alvejamento térmico a temperaturas elevadas. A desodorização pode ser conduzida por várias técnicas, incluindo unidades de desodorização em batelada e contínuas, tais como reatores de tanques agitados em batelada, evaporadores de filme cadente, e evaporadores de filme removido. Geralmente, as condições de desodorização são executadas em torno de 160 a cerca de 270°C e de cerca de 0,1 a cerca de 1,4 kPa. As condições de desodorização podem usar gases portadores 41, para a

remoção de compostos voláteis (por exemplo, vapor, nitrogênio, argônio ou qualquer outro gás que não diminua a estabilidade ou qualidade do óleo). O tempo de desodorização pode variar de milissegundos a horas. Em uma concretização, o tempo de desodorização é inferior a cerca de 10, 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 ou 1.000 milissegundos. Em outra concretização, o tempo de desodorização é inferior a cerca de 160 minutos, de preferência, inferior a cerca de 130 minutos, particularmente, inferior a cerca de 60 minutos, e, especialmente, inferior a cerca de 30 minutos. O óleo é depois resfriado e filtrado, resultando em óleo desodorizado, alvejado, refinado (RDB) 42.

[0055] Além do mais, quando refino físico em vez de químico é usado, uma maior proporção de FFAs é removida durante a etapa de desodorização, e as condições do desodorizador são modificadas para aumentar a temperatura e o tempo de retenção e diminuir a pressão do desodorizador. Por exemplo, a temperatura é aumentada por cerca de 25°C; óleos podem ser desodorizados a temperaturas variando de cerca de 165°C a cerca de 300°C. Em particular, óleos podem ser desodorizados a temperaturas variando de cerca de 250°C a cerca de 280°C, ou de cerca de 175°C a cerca de 205°C. Além disso, o tempo de retenção do óleo no desodorizador é aumentado por até cerca de 100%. Por exemplo, o tempo de retenção varia de menos de cerca de 1, 5, 10, 30, 60, 90, 100, 110, 120, 130, 150, 180, 210 ou 240 minutos. Adicionalmente, a pressão do desodorizador pode ser reduzida a menos de cerca de  $3 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$ , 0,01, 0,02, 0,03, 0,04, 0,05, 0,06, 0,07, 0,08, 0,09 ou 0,1 kPa. A etapa de desodorização resulta no óleo desodorizado, alvejado, refinado (RDB) 42.

[0056] Opcionalmente, os óleos RDB podem ser estabilizados por hidrogenação parcial e/ou por adição de estabilizadores. A hidrogenação parcial estabiliza um óleo por redução do número de



duplas-ligações nos ácidos graxos contidos no óleo e, desse modo, redução da reatividade química do óleo. No entanto, a hidrogenação parcial não aumenta a concentração de ácidos trans-graxos indesejáveis. Os estabilizadores agem geralmente para interceptar os radicais livres formados durante a oxidação. A interceptação dos radicais livres pelos estabilizadores, que ficam radicais livres mais estáveis ou são rearranjados para ficarem moléculas estáveis, retarda a oxidação do óleo, devido à menor concentração de tempo de retenção altamente reativos, que podem oxidar mais unidades de ácidos graxos.

#### B. Parâmetros de Modificação dos Processos

[0057] O processo de semente de óleo da presente invenção foi aperfeiçoado em relação ao processo de semente de óleo padrão mencionado acima em várias áreas. Particularmente, o foco dos aperfeiçoamentos é reduzir a concentração de produtos reacionais indesejáveis, por ajuste das condições de processo para minimizar a produção deles em vez de removê-los do óleo RDB, após processamento. O aperfeiçoamento das condições de processamento para o processo de semente de óleo é um problema multifatorial, os fatores apresentados abaixo foram considerados no desenvolvimento do processo da presente invenção.

##### 1. Sementes de Alta Qualidade

[0058] A qualidade das sementes de partida é importante para o processamento dos óleos de sementes. As sementes de qualidade são aquelas que têm os fragmentos estranhos (por exemplo, pedras, galhos, vermes, insetos, aranhas, traças, etc.) removidos e são maduras e não quebradas. As sementes verdes podem ser um problema para o processamento, devido ao alto teor de clorofila. A clorofila pode ser um pró-oxidante e auxiliar na degradação dos ácidos graxos no óleo, que não ocorreria de outro modo em sementes maduras com concentrações

de clorofila mais baixas. Um modo de reduzir a concentração de clorofila é armazenar as sementes por cerca de 30 a cerca de 60 dias após a colheita, antes do processamento. De preferência, as sementes armazenadas iriam experimentar um congelamento rígido. No entanto, o tempo de armazenamento mais longo pode afetar a concentração de produtos reacionais de oxidação, que pode iniciar uma reação em cadeia e aumentar os produtos de oxidação com o tempo. Uma pessoa versada na técnica pode otimizar o armazenamento de sementes para os atributos desejados.

[0059] Outra característica das sementes de alta qualidade é que elas são não quebradas. As sementes intactas ajudam a minimizar a oxidação de ácidos graxos dentro da semente. As sementes quebradas são especialmente um problema pelo fato de que o oxigênio molecular é diretamente exposto à semente interna contendo o óleo desejado. Geralmente, as sementes intactas são mais importantes para as sementes que contêm ácidos graxos insaturados com duplas-ligações múltiplas, que são mais instáveis em relação à oxidação. Conseqüentemente, a condição mais desejável é colher as sementes no pico da maturidade e processá-las quando as variáveis mencionadas acima são otimizadas adequadamente. Se armazenadas, as condições ótimas de armazenamento são temperaturas relativamente baixas (por exemplo, menos de cerca de 20 a cerca de 25°C) e baixa exposição a oxigênio. Como as sementes geram dióxido de carbono, um silo fechado, sem ventilação, pode proporcionar condições de armazenamento aceitáveis.

[0060] Opcionalmente, as sementes não quebradas podem ser separadas das sementes quebradas por uso de uma etapa de peneiramento, antes da quebra, que separa as sementes de acordo com o tamanho. A regularidade da forma das sementes, em que as sementes não quebradas têm uma forma mais regular e as sementes quebradas

têm uma forma mais irregular, facilita a separação.

[0061] Outras características de sementes de alta qualidade são o teor de umidade e a concentração de ácidos graxos. Tipicamente, as sojas colhidas têm, após secagem, um teor de umidade de cerca de 6 a cerca de 15% em peso. No entanto, de preferência, as sementes têm um teor de umidade de cerca de 6 a cerca de 8% em peso, particularmente, o teor de umidade é cerca de 6 a cerca de 7% em peso, especialmente, o teor de umidade é cerca de 6 a cerca de 6,5% em peso. Além do mais, por exemplo, as sojas têm uma concentração de ácidos graxos livres de cerca de 0,05 a cerca de 0,45% em peso. Outras sementes e fontes de óleo têm um teor de umidade e um teor de ácidos graxos livres ótimos variáveis. Geralmente, a concentração de ácidos graxos livres aumenta com a idade das sementes. Além disso, os ácidos graxos livres têm uma maior taxa de oxidação que os ácidos graxos contidos em triglicerídeos, e sementes com menos ácidos graxos livres são submetidas à menos hidrólise após secagem. A menor taxa de oxidação e a menor hidrólise, resultantes dos teores mais baixos de ácidos graxos livre, produzem menores proporções de aldeídos e/ou cetonas não voláteis. Além do mais, os ácidos graxos livres podem baixar a temperatura do ponto de fumo. No entanto, de preferência, as sojas têm uma concentração de ácidos graxos livres de até cerca de 0,25% em peso, particularmente, uma concentração de ácidos graxos livres de até cerca de 0,16% em peso, especialmente, uma concentração de ácidos graxos livres de até cerca de 0,05% em peso.

[0062] Outra característica das sementes de alta qualidade é o teor de fósforo das sementes. Tipicamente, o teor de fósforo de sojas é cerca de 500 ppm a cerca de 800 ppm. A grande parte desse teor de fósforo é de fosfatídeos hidratáveis e não hidratáveis. A concentração mais baixa de fósforo provoca, geralmente, melhor processamento de semente de óleo em todas as etapas, devido às concentrações mais

baixas dos fosfatídeos (isto é, gomas). Em particular, as sementes de óleos com baixo teor de fósforo são melhor degomadas que as sementes de óleos com maior teor de fósforo. Além do mais, um maior teor de fósforo no óleo contribui para a degradação de cor durante aquecimento, tal como durante desodorização, para produzir o óleo RDB ou durante a fritura profunda com o óleo RDB.

## 2. Minimizar Exposição a Oxigênio

[0063] Como discutido acima, a exposição da semente e do óleo, durante processamento e armazenamento, a oxigênio pode afetar a estabilidade do óleo. Por exemplo, uma vez que a semente é quebrada, o oxigênio pode reagir com os PUFA's contido na partes comestível da semente. Em particular, após a área superficial da parte comestível da semente ser aumentada (por exemplo, por esfoliação ou moagem), prefere-se minimizar a exposição a oxigênio, durante o processamento do óleo. No entanto, aquelas pessoas versadas na técnica vão entender que a minimização da exposição a oxigênio pode ocorrer independentemente em cada uma das etapas de processamento de sementes de óleos. A exposição a oxigênio pode ser minimizada por substituição, de uma parte pequena a grande, do espaço aéreo dos recipientes ou de outro equipamento de processamento com um gás inerte. Além do mais, a exposição a oxigênio pode ser minimizada por purga dos recipientes, ou outro equipamento de processamento, de solventes e reagentes que contatam o óleo com um gás inerte. O gás inerte pode ser nitrogênio, hélio, neônio, argônio, criptônio, xenônio, dióxido de carbono, monóxido de carbono, cianeto de hidrogênio ou misturas das mesmas. A minimização da exposição a oxigênio pode ser também feita por aplicação de um vácuo, ou vácuo parcial, independentemente em cada uma das etapas de processamento de sementes de óleos.

[0064] As sementes de óleos podem ser armazenadas em um meio

ambiente, no qual a temperatura, a umidade e a exposição a oxigênio são controladas. Isso pode ser obtido por contato das sementes com um gás inerte, vácuo aplicado ou por uso de acondicionamento, que impede ou minimiza a exposição a ar ou umidade ambiente.

[0065] Por exemplo, durante a etapa de extração, o recipiente de extração pode ser purgado com um gás inerte, e/ou o fluido de extração pode ser purgado com um gás inerte. Além disso, em uma concretização, o fluido de extração e o gás inerte podem ser os mesmos (por exemplo, dióxido de carbono supercrítico). Além disso, o fluido de extração é selecionado de modo que a densidade do fluido de extração seja suficiente para extrair pelo menos 50% em peso do óleo bruto do material contendo óleo.

[0066] Em uma concretização de processo, a semente é tratada com monóxido de carbono, antes de quebra e descascamento. Esse tratamento minimiza o oxigênio que é adsorvido na semente. Além do mais, sem querer-se estar ligado à teoria, acredita-se que, particularmente, o tratamento com monóxido de carbono desloca o oxigênio associado com metais, que são co-fatores para as enzimas contidas na semente, que poderiam suportar ou promover a oxidação. Por deslocamento do oxigênio com monóxido de carbono, que, dependendo do metal, pode ter uma maior afinidade de ligação que o oxigênio, as enzimas não podem catalisar ativamente a degradação dos ácidos graxos contidos na semente. O tratamento da semente com monóxido de carbono ou nitrogênio é conduzido por um período de tempo suficiente, para trocar uma proporção substancial de oxigênio por monóxido de carbono ou nitrogênio. Por exemplo, em um caso, a semente foi tratada com monóxido de carbono por várias horas até uns poucos dias. Devido à pequena área superficial da semente, a taxa de troca de monóxido de carbono ou nitrogênio por oxigênio é limitada.

[0067] Portanto, a presente invenção é também dirigida a um

processo de aumento da estabilidade à oxidação de sementes de óleos, antes que as sementes sejam processadas em um óleo, o processo compreendendo a redução da temperatura das sementes, para retardar a oxidação ou armazenamento das sementes na presença de um gás inerte, capaz de complexar pelo menos um metal de transição nas sementes; em uma concretização, o gás inerte compreende monóxido de carbono. Esse processo pode ser usado para sementes de óleos, que compreendem 2% em peso em ácido graxo insaturado tendo duas ou mais duplas-ligações carbono - carbono; particularmente, quando a semente de óleo é de canola, soja, milho, colza, algodão, amendoim, girassol, azeitona, coco, grão de palma ou palma; mais particularmente, de canola, soja ou milho; especialmente, de soja.

[0068] Em outra concretização, as sementes ou partes comestíveis de sementes são tratadas com um gás inerte, tal como monóxido de carbono ou nitrogênio, após quebra e descascamento, para minimizar ainda mais a adsorção de oxigênio.

[0069] Em uma concretização, as sementes ou partes comestíveis de sementes são tratadas com um gás inerte (por exemplo, monóxido de carbono ou nitrogênio), após moagem, trituração e/ou esfoliação.

[0070] Adicionalmente, o material alvejante pode ser desoxigenado por processos que retêm uma proporção suficiente de água na terra de alvejamento, de modo que tenha características de molhamento aceitáveis. Além disso, o processo de desoxigenação mantém a estrutura tridimensional do material alvejante, de modo que tenha propriedades de adsorção aceitáveis. Essa desoxigenação do material alvejante pode ser importante, devido às temperaturas relativamente altas da etapa de alvejamento, na qual uma pequena proporção de oxigênio adsorvido pode afetar as taxas de oxidação.

[0071] Além do mais, o óleo pode ser tratado com monóxido de carbono (CO) para substituir uma parte ou uma proporção substancial

do ar no espaço aéreo do recipiente. O tratamento com CO desloca o oxigênio molecular complexado com íons metálicos. Além disso, com um excesso de CO no recipiente (por exemplo, purga com CO), o CO complexado com o íon metálico age como um removedor de oxigênio.

[0072] A quantidade de gás inerte ou vácuo aplicado, necessário para minimizar a concentração de oxigênio, varia amplamente com ambas a concentração e a identidade dos UFAs contidos na parte comestível de semente. Uma vez que o limiar de odor e sabor pode variar de abaixo de cerca de 0,1 ppb a acima de cerca de 100 ppm, dependendo da substância volátil provocando o sabor ou odor estranho, que é uma concentração minimizada de oxigênio para uma combinação de substância volátil e substrato volátil (isto é, UFA), pode não ser uma concentração minimizada de oxigênio para outra dessa combinação. No entanto, o oxigênio total presente no meio ambiente de processo, no qual o substrato reside, não deve exceder o limiar necessário, para satisfazer os requisitos de estabilidade, sabor e/ou odor do produto.

[0073] O nível mínimo de concentração de oxigênio também pode ser afetado por reações alternadas para oxigênio livre, particularmente a baixas concentrações de oxigênio. Sob tais situações, as enzimas presentes na mistura reacional podem catalisar diferentes reações dessas, que produzem as substâncias voláteis, que proporcionam sabor e odor estranhos, e, por conseguinte, essas enzimas podem ser inibidas, desnaturadas e desativadas. As enzimas gastas são incapazes de catalisar as reações indesejáveis a qualquer grau significativo, se oxigênio suficiente estiver disponível.

[0074] Por conseguinte, a concentração de oxigênio deve ser minimizada a um nível suficiente para obter características desejadas do produto, tais como estabilidade, sabor e odor, medidas por, por exemplo, valor de peróxido, índice de estabilidade de óleo, ou determinações de painéis sensoriais. Está bem dentro do âmbito de uma

pessoa versada na técnica determinar os níveis de oxigênio mínimos adequados, necessários para satisfazer aquelas características de produto desejadas.

[0075] Qualquer uma ou mais etapas do processo descritas na seção II podem ser conduzidas na presença de um gás inerte, para minimizar a concentração de oxigênio. Por exemplo, qualquer duas, quaisquer três, quaisquer quatro, quaisquer cinco ou mais etapas do processo da presente invenção podem ser conduzidas na presença de um gás inerte. Em uma concretização, de preferência, o processo é conduzido sob condições nas quais o óleo bruto tem um valor de peróxido de 0 meq/kg.

### 3. Concentração de Metais

[0076] A concentração de metais pode afetar a estabilidade do óleo, durante processamento e armazenamento. Como discutido acima, metais são propostos como catalisadores para a oxidação de UFAs no óleo; os produtos da oxidação de UFAs diminuem a estabilidade do óleo. A concentração de metais pode afetar a taxa de oxidação de UFAs por ordens de grandeza, embora, o metal, o estado de oxidação e a complexação do metal específicos sejam fatores importantes na determinação da eficiência dos catalisadores metálicos. Devido ao seu efeito na taxa de oxidação, prefere-se minimizar a concentração de metais no óleo, em particular, a concentração de metais de transição. Os metais de transição exemplificativos, que podem afetar a taxa de oxidação são ferro, cromo, molibdênio, zinco, níquel, cobre, manganês, tungstênio e assemelhados.

[0077] Há vários fatores que podem aumentar a concentração de metais de transição. Por exemplo, o material de construção dos recipientes de processo pode lixiviar metais no óleo, durante o processamento. Conseqüentemente, prefere-se atualmente que os recipientes de processo sejam construídos de materiais que minimizem



a proporção de metais lixiviados no óleo. Desse modo, materiais de construção adequados são aço inoxidável 316, que pode ou não ter sido tratado para proporcionar resistência a ácido, Hastaloy B, Hastaloy C, recipientes revestidos com vidro e assemelhados. De preferência, todos os recipientes de processo são construídos de materiais, que vão reduzir o contato das partes comestíveis de sementes, flocos ou óleo nas fontes metálicas. Em particular, a minimização do contato do óleo com os metais, durante as etapas do processo ocorre em temperaturas superiores a cerca de 25°C, é desejável.

[0078] Outra fonte de metais de transição pode ser os reagentes, tais como hidróxido de sódio e ácido fosfórico aquosos. Para minimizar o aumento na taxa de oxidação, o uso de reagentes, nos quais a concentração de metais é minimizada, é preferido.

[0079] Para reduzir o efeito catalítico dos metais de transição no óleo, monóxido de carbono ou outros agentes complexantes são adicionados ao óleo. Monóxido de carbono e agentes complexantes amarram os sítios de ligação ativos nos átomos metálicos. Desse modo, prefere-se que esses agentes sejam adicionados a um nível no qual substancialmente todos os sítios ativos no metais são complexados e diminuem a velocidade de uma reação de oxidação. Os agentes complexantes exemplificativos são ácido fosfórico, ácido etilenodiaminotetracético (EDTA), ácido nitrilotriacético (NTA), ácido cítrico, ácido málico, lecitinas, e seus derivados (por exemplo, sais ou ésteres deles). A proporção de agente complexante necessária para complexar substancialmente todos os íons metálicos depende do coeficiente de ligação do agente complexante com o metal específico. No entanto, uma regra geral é que o agente complexante é adicionado a uma concentração de cerca de 10 a cerca de 100 vezes a concentração dos metais de transição, que são complexados.

[0080] Os agentes complexantes podem ser adicionados em

qualquer ponto no processo, no qual a atividade catalítica dos metais precisa ser reduzida. Por exemplo, em uma concretização atualmente preferida, um agente complexante é adicionado durante o processo de degomagem, para complexar metais e converter fosfatídeos não hidratáveis em fosfatídeos hidratáveis, que vão depois reagir com água na etapa de degomagem. Além do mais, durante a etapa de refino cáustico, os metais são removidos do óleo por complexação com íons de hidróxido e, desse modo, distribuindo-se na fase aquosa, que é separada do óleo. Também, os metais são removidos do óleo, durante a etapa de alvejamento, por ficarem adsorvidos no material adsorvente. De preferência, as concentrações de metais para cada metal, analisadas no óleo RDB, são abaixo de cerca de 0,01, 0,02, 0,03, 0,04, 0,05, 0,06, 0,07, 0,08, 0,09 ou 1,0 ppm.

[0081] Além dos metais como promotores de oxidação, há vários outros iniciadores de radicais e de não radicais de reações de oxidação. Os iniciadores de radicais exemplificativos de processos de oxidação são superóxido, radical hidroxila, radical hidroperoxila, radical de lipídio, radical de peroxila de lipídio, radical de alcóxila de lipídio, dióxido de nitrogênio, óxido nítrico, radical tiíla, radical de proteína e suas combinações. Vários iniciadores de não radicais de processos de oxidação são peróxido de hidrogênio, oxigênio singleto, ozônio, hidroperóxido de lipídio, complexos de ferro - oxigênio, hipoclorito e suas combinações.

#### 4. Minimizar Exposição a Calor

[0082] Um aumento na temperatura do óleo, durante processamento ou armazenamento, aumenta a taxa de oxidação, a taxa de isomerização, a taxa de oligomerização e a taxa de degradação geral, e, desse modo, diminui a estabilidade do óleo. Como descrito acima, para cada 10°C de aumento em temperatura, a taxa de oxidação dobra. Portanto, prefere-se atualmente baixar a temperatura do óleo,

durante processamento ou armazenamento, quando possível. Outra abordagem é diminuir o tempo no qual o óleo é submetido a uma temperatura mais alta, se uma temperatura mais alta for necessária. Uma temperatura mais alta pode ser necessária quando uma transformação requer uma temperatura mais alta por razões químicas ou físicas (por exemplo, uma reação necessária se passa a uma velocidade razoável ou uma impureza pode ser removida em um período de tempo razoável, a uma temperatura mais alta).

[0083] A minimização da isomerização de ácidos graxos insaturados (UFAs), especialmente a isomerização de ácidos cis-graxos naturais a ácidos graxos trans, ou ácidos graxos conjugados, é importante porque os ácidos trans-graxos têm uma estrutura que confere a eles características físicas indesejáveis. Essas características físicas indesejáveis propiciam aos ácidos trans-graxos impactos negativos à saúde, e, desse modo, é preferido minimizar a isomerização dos ácidos cis-graxos em ácidos graxos trans.

[0084] Durante certas etapas, uma temperatura mínima é necessária para permitir que o óleo se movimente pelo processo. Por exemplo, na etapa de compressão ou esfoliação, a compressão ou esfoliação requer admissão de trabalho e, desse modo, as partes comestíveis de sementes são aquecidas a menos de cerca de 55°C, por admissão de trabalho. As partes comestíveis de sementes não são resfriadas subsequente, pois o calor adicional é vantajoso para o fluxo das sementes pelo processo e facilitar a ruptura dos corpos de óleo das sementes. No entanto, as partes comestíveis de sementes não são aquecidas a uma temperatura suficientemente alta para decompor a proteína.

[0085] Em uma concretização exemplificativa, o óleo bruto é reagido com uma solução aquosa ácida, a uma temperatura de pelo menos cerca de 35°C e na presença de um gás inerte, para minimizar a

concentração de oxigênio, para formar um óleo degomado 27. Ainda mais, a temperatura da etapa de degomagem pode variar de cerca de 35 a cerca de 75°C, de cerca de 45 a de preferência 75°C, ou de cerca de 50 a cerca de 60°C.

[0086] Vantajosamente, o óleo 27 ou 36 é alvejado sob condições e por um tempo que minimiza a taxa de oxidação dos ácidos graxos e minimiza a isomerização dos UFAs. O óleo é alvejado a cerca de 80°C a cerca de 120°C, a uma pressão de cerca de 0,6 a 7 kPa; de preferência, a cerca de 95°C a cerca de 110°C, a uma pressão de cerca de 2,5 a 4,0 kPa. Quando do processamento de óleos, tendo concentrações de SDA superiores a cerca de 10% em peso, de preferência, o alvejamento é conduzido a cerca de 95°C a cerca de 115°C, particularmente, a cerca de 100°C a cerca de 115°C, especialmente, a cerca de 110°C. Quando do processamento de óleos tendo concentrações de ALA inferiores a cerca de 3% em peso, de preferência, o alvejamento é conduzido a cerca de 95°C a cerca de 115°C, particularmente, a cerca de 105°C a cerca de 110°C, especialmente, a cerca de 110°C. O alvejamento é conduzido por cerca de 10 a cerca de 60 minutos, de preferência, por cerca de 20 a cerca de 30 minutos, particularmente, por cerca de 25 a cerca de 30 minutos.

[0087] Outra etapa, na qual a otimização da exposição a calor é importante, é a etapa de desodorização. Como a etapa de desodorização remove muitos componentes de ponto de ebulição mais baixo na mistura de triglicerídeos, a temperatura da etapa é relativamente alta. No entanto, a relação da temperatura e do tempo da desodorização é importante. Por exemplo, os óleos contendo UFAs, que são mais sensíveis à alta degradação térmica, podem ser desodorizados a uma temperatura mais baixa por um tempo mais longo. Um efeito desejável de redução da exposição a calor (por redução da temperatura e/ou por redução do tempo na temperatura) é que uma

maior proporção de tocoferóis no óleo é mantida. Outro efeito desejável de minimização da exposição a calor é que a isomerização de ácidos cis-graxos em ácidos trans-graxos é minimizada; desejavelmente, o teor de ácidos trans-graxos é inferior a cerca de 1% em peso.

[0088] Em uma concretização atualmente preferida, o óleo 39 pode ser desodorizado a uma temperatura de cerca de 160°C a cerca de 260°C, de preferência, de cerca de 180°C a cerca de 240°C, particularmente, a cerca de 210°C a cerca de 230°C. Adicionalmente, a etapa de desodorização é conduzida sob vácuo, a pressões absolutas inferiores a cerca de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2, 1,3 ou 1,4 kPa, de preferência, inferiores a cerca de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 ou 0,5 kPa, particularmente, inferiores a cerca de 0,1 ou 0,2 kPa. O óleo 39 é desodorizado por menos do que cerca de 1, 5, 10, 30, 60, 90, 100, 120 ou 130 minutos. Alternativamente, a desodorização pode ser conduzida a uma temperatura de cerca de 220 a cerca de 270°C, a uma pressão inferior a cerca de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2, 1,3 ou 1,4 kPa, por menos do que cerca de 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50 ou 60 minutos.

[0089] Em outra concretização, os óleos tendo um teor de ALA inferior a cerca de 3% em peso, com base no peso total de ácidos graxos na composição, são desodorizados a uma temperatura de cerca de 245 a cerca de 265°C, particularmente, a uma temperatura de cerca de 255°C. Nessa etapa, devido ao calor relativamente alto, o óleo 39 é desodorizado nas condições indicadas acima, por cerca de 30 a cerca de 60 minutos, de preferência, por cerca de 30 a cerca de 45 minutos, particularmente, por cerca de 30 a cerca de 35 minutos.

[0090] Em várias concretizações preferidas, a desodorização é conduzida como um processo contínuo. Nesse processo, o óleo 39 é desodorizado em um desodorizador contínuo 40, a uma temperatura de cerca de 200°C a cerca de 260°C, particularmente, de cerca de 220°C a cerca de 255°C, particularmente, de cerca de 240°C a cerca de 250°C.

Tipicamente, o tempo de residência do óleo 39, no desodorizador 40, é até cerca de 5, 10, 15, 20, 25, 30 ou mais minutos. De preferência, o tempo de residência do óleo no desodorizador é cerca de 25 a cerca de 30 minutos.

[0091] Em uma concretização exemplificativa, qualquer uma das etapas do processo descritas acima pode ser combinada com a etapa de desodorização, na qual o óleo alvejado, refinado é desodorizado para formar um óleo não animal, tendo um valor de anisidina inferior a cerca de 3 e compreendendo menos de 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados no óleo não animal.

#### 5. Minimizar Exposição a Luz UV

[0092] Como discutido acima, a luz ultravioleta (UV) pode provocar iniciação de oxidação de UFAs. Conseqüentemente, é atualmente preferido minimizar a exposição a luz UV das partes comestíveis de sementes e do óleo, durante processamento e armazenamento. Uma vez que as cascas das sementes são opacas e protegem as partes comestíveis de sementes da exposição a luz UV, de preferência, por quebra das sementes, a exposição a luz UV das partes comestíveis de sementes e do óleo é minimizada. Em uma concretização particular, o sistema transportador e o maquinário para quebra, condicionamento, compressão, esfoliação ou moagem são opacos e protegem as partes comestíveis de sementes da exposição a luz UV. Geralmente, uma vez que as partes comestíveis de sementes entram no sistema de processamento com a etapa de extração 17, os recipientes de processamento são opacos e limitam a exposição do óleo a luz. Uma vez processado, o óleo RDB 42 é armazenado em frascos de cor âmbar ou recipientes opacos, para minimizar a exposição a luz UV.

#### 6. Estabilização

[0093] Uma vez processados, os óleos RDB 42 podem ser estabilizados de vários modos conhecidos na técnica. Um processo de

estabilização é a hidrogenação parcial. A hidrogenação parcial estabiliza o óleo RDB por hidrogenação de uma parte das duplas-ligações nos UFAs, para transformá-los em ligações únicas. Em uma concretização preferida, o óleo RDB da presente invenção é parcialmente hidrogenado, para produzir um óleo que tem um teor de ácido graxo trans inferior a cerca de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9 ou 1% em peso, com base no peso total de ácidos graxos na composição.

[0094] Além disso, os estabilizadores podem ser adicionados aos óleos RDB ou às partes comestíveis de sementes ou ao óleo em outros estágios de processamento. Por exemplo, estabilizadores podem ser adicionados às sementes integrais 2, partes comestíveis de sementes 10, flocos 15, miscela 18, óleo bruto 21, óleo degumizado 27, óleo refinado 36, óleo alvejado 39, óleo desodorizado, óleo refinado e alvejado 39, ou óleo refinado, alvejado e desodorizado 42. Estabilizadores podem ser adicionados aos óleos RDB, que tenham sido parcialmente hidrogenados, ou a óleos que não tenham sido parcialmente hidrogenados.

[0095] Geralmente, os estabilizadores são antioxidantes. Os antioxidantes são substâncias que, quando presentes a uma baixa concentração, comparada com a concentração dos ácidos graxos, retardam ou impedem, significativamente, a oxidação dos ácidos graxos. A eficiência de um estabilizador específico depende dos ácidos graxos, meio ambiente e assemelhados. Usualmente, dados empíricos são usados para selecionar um estabilizador para um óleo. Em alguns casos, mais de um estabilizador é usado, em que os estabilizadores agem conjuntamente para produzir um efeito que é maior do que aquele obtido por uso da mesma proporção de cada um dos estabilizadores.

[0096] Os estabilizadores exemplificativos são anoxômero, ácido ascórbico, palmitato de ascorbila, estearato de ascorbila, hidroanisol butilado (BHA), hidroxitolueno butilado (BHT), t-butil hidroquinona (TBHQ), 3-t-tubil-4-hidroanisol, ascorbato de cálcio, EDTA de cálcio e

dissódico, catalase, galato de cetila, ácido cítrico, extrato de cravo-da-índia, extrato de grão de café, 2,6-di-t-butilfenol, tiodipropionato de dilaúrica, citrato dissódico, EDTA dissódico, galato de dodecila, ácido edético, ácido eritórlico, 6-etóxi-1,2-diidro-2,2,4-trimetilquinolina, galato de etila, etilmaltol, extrato de eucalipto, ácido fumárico, extrato de genciana, glicose oxidase, heptilparaben, hesperetina, 4-hidroximetil-2,6-di-t-butilfenol, ácido N-hidroxissuccínico, citrato de isopropila, lecitina, suco de limão, sólidos de suco de limão, maltol, galato de metila, metilparaben, galato de octila, fosfatidilcolina, ácido fosfórico, extrato de pimenta-da-jamaica, bissulfeto de potássio, lactato de potássio, metabissulfito de potássio, tartarato de sódio e potássio anidro, galato de propila, extrato de farelo de arroz, extrato de alecrim, extrato de salva, ascorbato de sódio, eritorbato de sódio, hipofosfato de sódio, ascorbato de sódio, eritorbato de sódio, hipofosfito de sódio, metabissulfito de sódio, sulfito de sódio, tiosulfato de sódio pentaidratado, farinha de soja, sacarose, ácido L-tartárico,  $\alpha$ -terpineol, tocoferol, D- $\alpha$ -tocoferol, DL- $\alpha$ -tocoferol, acetato de tocoferila, acetato de D- $\alpha$ -tocoferol, 2,4,5-triidroxibutirolfenona, óleo de germe de trigo e assemelhados.

[0097] Em uma concretização, o estabilizador para o óleo é ácido ascórbico, palmitato de ascorbila, tocoferóis, TBHQ, BHT, BHA ou suas misturas. Tipicamente, a concentração do estabilizador ou da mistura de estabilizadores é inferior àquele nível aceitável de composto em alimentos. Particularmente, a concentração do estabilizador ou da mistura de estabilizadores é até cerca de 1.000 ppm, em que uma pessoa versada na técnica pode determinar a concentração correta.

[0098] Em uma concretização, uma composição de óleo tendo um teor de ácidos graxos, tendo quatro ou mais duplas-ligações, de pelo menos cerca de 0,4% em peso, com base no peso total de ácidos graxos na composição, tem um estabilizador de ácido cítrico adicionado de pelo menos cerca de 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 70, 75, 100, 125, 150,



175, 200, 300, 400 ou 500 ppm (medido com base em peso de ácido cítrico por volume de óleo).

[0099] Várias concretizações do processo da invenção são ilustradas abaixo:

Etapa	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	E9
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X								
condicionamento		X							
moagem			X						
esfoliação/compressão				X					
extração					X				
degomagem						X			
refino							X		
alvejamento								X	
desodorização									X

Etapa	E10	E11	E12	E13	E14	E15	E16	E17	E18
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	
condicionamento	X								X
moagem		X							X
esfoliação/compressão			X						
extração				X					
degomagem					X				
refino						X			
alvejamento							X		
desodorização								X	

Etapa	E19	E20	E21	E22	E23	E24	E25	E26	E27
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X			
moagem							X	X	X
esfoliação/ compressão	X						X		
extração		X						X	
degomagem			X						X
refino				X					
alvejamento					X				
desodorização						X			

Etapa	E28	E29	E30	E31	E32	E33	E34	E35	E36
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X						
esfoliação/ compressão				X	X	X	X	X	
extração				X					
degomagem					X				
refino	X					X			
alvejamento		X					X		X
desodorização			X					X	X

Etapa	E37	E38	E39	E40	E41	E42	E43	E44	E45
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão									
extração	X	X	X	X					
degomagem	X				X	X	X		
refino		X			X			X	X
alvejamento			X			X		X	
desodorização				X			X		X

Etapa	E46	E47	E48	E49	E50	E51	E52	E53	E54
tratamento de sementes		X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento		X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento		X							
moagem			X						
esfoliação/ compressão				X					
extração					X				
degomagem	X					X			
refino							X		
alvejamento	X							X	
desodorização	X								X

Etapa	E55	E56	E57	E58	E59	E60	E61	E62	E63
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X		
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X							X	X
esfoliação/ compressão		X						X	
extração			X						X
degomagem				X					
refino					X				
alveijamento						X			
desodorização							X		

Etapa	E64	E65	E66	E67	E68	E69	E70	E71	E72
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X					
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão					X	X	X	X	X
extração					X				
degomagem	X					X			
refino		X					X		
alveijamento			X					X	
desodorização				X					X

Etapa	E73	E74	E75	E76	E77	E78	E79	E80	E81
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X					
extração	X	X	X	X	X	X	X		
degomagem	X				X	X	X	X	X
refino		X			X			X	X
alvejamento			X			X		X	
desodorização				X			X		X

Etapa	E82	E83	E849	E85	E86	E87	E88	E89	E90
tratamento de sementes		X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento		X	X	X	X	X	X	X	
moagem		X							X
esfoliação/ compressão			X						X
extração				X					
degomagem					X				
refino	X					X			
alvejamento	X						X		
desodorização	X							X	

Etapa	E91	E92	E93	E94	E95	E96	E97	E98	E99
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X				
esfoliação/ compressão						X	X	X	X
extração	X					X			
degomagem		X					X		
refino			X					X	
alvejamento				X					X
desodorização					X				

Etapa	E100	E101	E102	E103	E104	E105	E106	E107	E108
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X								
extração		X	X	X	X				
degomagem		X				X	X	X	
refino			X			X			X
alvejamento				X			X		X
desodorização	X				X			X	

Etapa	E109	E110	E111	E112	E113	E114	E115	E116	E117
tratamento de sementes	X	X							
quebra e descascamento			X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem			X	X	X	X	X	X	
esfoliação/ compressão			X						X
extração				X					X
degomagem					X				
refino	X					X			
alvejamento		X					X		
desodorização	X	X						X	

Etapa	E118	E119	E120	E121	E122	E123	E124	E125	E126
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X					
extração					X	X	X	X	
degomagem	X				X				X
refino		X				X			X
alvejamento			X				X		
desodorização				X				X	

Etapa	E127	E128	E129	E130	E131	E132	E133	E134	E135
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X				
condicionamento						X	X	X	X
moagem									
esfoliação/ compressão						X	X	X	X
extração						X			
degomagem	X	X					X		
refino			X	X				X	
alvejamento	X		X		X				X
desodorização		X		X	X				

Etapa	E136	E137	E138	E139	E140	E141	E142	E143	E144
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/ compressão	X								
extração		X	X	X	X				
degomagem		X				X	X	X	
refino			X			X			X
alvejamento				X			X		X
desodorização	X				X			X	



Etapa	E145	E146	E147	E148	E149	E150	E151	E152	E153
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X							
moagem			X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão									
extração			X	X	X	X			
degomagem			X				X	X	X
refino	X			X			X		
alvejamento		X			X			X	
desodorização	X	X				X			X

Etapa	E154	E155	E156	E157	E158	E159	E160	E161	E162
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X						
esfoliação/ compressão				X	X	X	X	X	X
extração									
degomagem				X	X	X			
refino	X	X		X			X	X	
alvejamento	X		X		X		X		X
desodorização		X	X			X		X	X

Etapa	E163	E164	E165	E166	E167	E168	E169	E170	E171
tratamento de sementes					X	X	X	X	X
quebra e descascamento					X	X	X	X	X
condicionamento					X	X	X	X	X
moagem					X				
esfoliação/ compressão						X			
extração	X	X	X				X		
degomagem				X				X	
refino	X	X		X					X
alvejamento	X		X	X					
desodorização		X	X	X					

Etapa	E172	E173	E174	E175	E176	E177	E178	E179	E180
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X							
moagem			X	X	X	X	X	X	
esfoliação/ compressão			X						X
extração				X					X
degomagem					X				
refino						X			
alvejamento	X						X		
desodorização		X						X	

Etapa	E181	E182	E183	E184	E185	E186	E187	E188	E189
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X					
extração					X	X	X	X	
degomagem	X				X				X
refino		X				X			X
alvejamento			X				X		
desodorização				X				X	

Etapa	E190	E191	E192	E193	E194	E195	E196	E197	E198
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X				
condicionamento						X	X	X	X
moagem						X	X	X	X
esfoliação/ compressão						X			
extração							X		
degomagem	X	X						X	
refino			X	X					X
alvejamento	X		X		X				
desodorização		X		X	X				

Etapa	E199	E200	E201	E202	E203	E204	E205	E206	E207
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X							
esfoliação/ compressão			X	X	X	X	X		
extração			X					X	X
degomagem				X				X	
refino					X				X
alvejamento	X					X			
desodorização		X					X		

Etapa	E208	E209	E210	E211	E212	E213	E214	E215	E216
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	
moagem									X
esfoliação/ compressão									X
extração	X	X							X
degomagem			X	X	X				
refino			X			X	X		
alvejamento	X			X		X		X	
desodorização		X			X		X	X	

Etapa	E217	E218	E219	E220	E221	E222	E223	E224	E225
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão	X	X	X	X					
extração					X	X	X	X	
degomagem	X				X				X
refino		X				X			X
alvejamento			X				X		
desodorização				X				X	

Etapa	E226	E227	E228	E229	E230	E231	E232	E233	E234
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X				
esfoliação/ compressão						X	X	X	X
extração						X	X	X	X
degomagem	X	X				X			
refino			X	X			X		
alvejamento	X		X		X			X	
desodorização		X		X	X				X

Etapa	E235	E236	E237	E238	E239	E240	E241	E242	E243
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem									
esfoliação/compressão									
extração	X	X	X	X	X	X			
degomagem	X	X	X				X	X	
refino	X			X	X		X	X	X
alvejamento		X		X		X	X		X
desodorização			X		X	X		X	X

Etapa	E244	E245	E246	E247	E248	E249	E250	E251	E252
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X	X	X	X	X			
esfoliação/compressão	X						X	X	X
extração		X					X		
degomagem			X					X	
refino				X					X
alvejamento					X				
desodorização						X			

Etapa	E253	E254	E255	E256	E257	E258	E259	E260	E261
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/compressão	X	X							
extração			X	X	X	X			
degomagem			X				X	X	X
refino				X			X		
alvejamento	X				X			X	
desodorização		X				X			X

Etapa	E262	E263	E264	E265	E266	E267	E268	E269	E270
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X	X						
moagem				X	X	X	X	X	X
esfoliação/compressão				X	X	X	X	X	
extração				X					X
degomagem					X				X
refino	X	X				X			
alvejamento	X		X				X		
desodorização		X	X					X	

Etapa	E271	E272	E273	E274	E275	E276	E277	E278	E279
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão									
extração	X	X	X						
degomagem				X	X	X			
refino	X			X			X	X	
alvejamento		X			X		X		X
desodorização			X			X		X	X

Etapa	E280	E281	E282	E283	E284	E285	E286	E287	E288
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X	X	X	X
extração	X	X	X	X					
degomagem	X				X	X	X		
refino		X			X			X	X
alvejamento			X			X		X	
desodorização				X			X		X



Etapa	E289	E290	E291	E292	E293	E294	E295	E296	E297
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X								
extração		X	X	X	X	X	X		
degomagem		X	X	X				X	X
refino		X			X	X		X	X
alvejamento	X		X		X		X	X	
desodorização	X			X		X	X		X

Etapa	E298	E299	E300	E301	E302	E303	E304	E305	E306
tratamento de sementes									
quebra e descascamento	X								
condicionamento		X	X	X	X	X	X	X	X
moagem		X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão		X	X	X	X	X			
extração		X					X	X	X
degomagem			X				X		
refino	X			X				X	
alvejamento	X				X				X
desodorização	X					X			

Etapa	E307	E308	E309	E310	E311	E312	E313	E314	E315
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X	X	X	X	X	X		
esfoliação/ compressão								X	X
extração	X							X	X
degomagem		X	X	X				X	
refino		X			X	X			X
alvejamento			X		X		X		
desodorização	X			X		X	X		

Etapa	E316	E317	E318	E319	E320	E321	E322	E323	E324
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X	X	X	
extração	X	X							X
degomagem			X	X	X				X
refino			X			X	X		X
alvejamento	X			X		X		X	
desodorização		X			X		X	X	

Etapa	E325	E326	E327	E328	E329	E330	E331	E332	E333
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/compressão									
extração	X	X	X	X	X				
degomagem	X	X				X	X	X	
refino			X	X		X	X		X
alvejamento	X		X		X	X		X	X
desodorização		X		X	X		X	X	X

Etapa	E334	E335	E336	E337	E338	E339	E340	E341	E342
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/compressão	X	X	X	X	X	X	X	X	X
extração	X	X	X	X					
degomagem	X				X	X	X		
refino		X			X			X	X
alvejamento			X			X		X	
desodorização				X			X		X

Etapa	E343	E344	E345	E346	E347	E348	E349	E350	E351
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão	X								
extração		X	X	X	X	X	X		
degomagem		X	X	X				X	X
refino		X			X	X		X	X
alvejamento	X		X		X		X	X	
desodorização	X			X		X	X		X

Etapa	E352	E353	E354	E355	E356	E357	E358	E359	E360
tratamento de sementes									
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X								
esfoliação/ compressão		X	X	X	X	X	X	X	X
extração		X	X	X	X	X	X		
degomagem		X	X	X				X	X
refino	X	X			X	X		X	X
alvejamento	X		X		X		X	X	
desodorização	X			X		X	X		X

Etapa	E361	E362	E363	E364	E365	E366	E367	E368	E369
tratamento de sementes							X	X	X
quebra e descascamento								X	X
condicionamento								X	X
moagem								X	X
esfoliação/ compressão	X	X						X	
extração			X	X	X	X			X
degomagem	X		X	X		X	X		
refino		X	X	X	X		X		
alvejamento	X	X	X		X	X	X		
desodorização	X	X		X	X	X	X		

Etapa	E370	E371	E372	E373	E374	E375	E376	E377	E378
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X	X	X					
esfoliação/ compressão					X	X	X	X	X
extração					X				
degomagem	X					X			
refino		X					X		
alvejamento			X					X	
desodorização				X					X

Etapa	E379	E380	E381	E382	E383	E384	E385	E386	E387
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/ compressão									
extração	X	X	X	X					
degomagem	X				X	X	X		
refino		X			X			X	X
alvejamento			X			X		X	
desodorização				X			X		X

Etapa	E388	E389	E390	E391	E392	E393	E394	E395	E396
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento	X								
moagem		X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão		X	X	X	X	X			
extração		X					X	X	X
degomagem			X				X		
refino				X				X	
alvejamento	X				X				X
desodorização	X					X			

Etapa	E397	E398	E399	E400	E401	E402	E403	E404	E405
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X		
esfoliação/ compressão								X	X
extração	X							X	X
degomagem		X	X	X				X	
refino		X			X	X			X
alvejamento			X		X		X		
desodorização	X			X		X	X		

Etapa	E406	E407	E408	E409	E410	E411	E412	E413	E414
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X	X	X	
extração	X	X							X
degomagem			X	X	X				X
refino			X			X	X		X
alvejamento	X			X		X		X	
desodorização		X			X		X	X	

Etapa	E415	E416	E417	E418	E419	E420	E421	E422	E423
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento	X	X	X	X	X	X	X	X	
condicionamento									X
moagem									X
esfoliação/ compressão									X
extração	X	X	X	X	X				X
degomagem	X	X				X	X		
refino			X	X		X	X	X	
alvejamento	X		X		X	X		X	
desodorização		X		X	X		X	X	

Etapa	E424	E425	E426	E427	E428	E429	E430	E431	E432
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão	X	X	X	X					
extração					X	X	X	X	
degomagem	X				X				X
refino		X				X			X
alvejamento			X				X		
desodorização				X				X	



Etapa	E433	E434	E435	E436	E437	E438	E439	E440	E441
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem	X	X	X	X	X				
esfoliação/ compressão						X	X	X	X
extração						X	X	X	X
degomagem	X	X				X			
refino			X	X			X		
alvejamento	X		X		X			X	
desodorização		X		X	X				X

Etapa	E442	E443	E444	E445	E446	E447	E448	E449	E450
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X	X	X	X
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X			
extração							X	X	X
degomagem	X	X	X				X	X	X
refino	X			X	X		X		
alvejamento		X		X		X		X	
desodorização			X		X	X			X

Etapa	E451	E452	E453	E454	E455	E456	E457	E458	E459
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento	X	X	X	X	X	X			
moagem							X	X	X
esfoliação/ compressão							X	X	X
extração	X	X	X				X	X	X
degomagem				X	X		X		
refino	X	X		X	X	X		X	
alvejamento	X		X	X		X			X
desodorização		X	X		X	X			

Etapa	E460	E461	E462	E463	E464	E465	E466	E467	E468
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X	X		
extração	X							X	X
degomagem		X	X	X				X	X
refino		X			X	X		X	
alvejamento			X		X		X		X
desodorização	X			X		X	X		

Etapa	E469	E470	E471	E472	E473	E474	E475	E476	E477
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem	X	X	X	X	X	X	X		
esfoliação/ compressão								X	X
extração	X	X	X	X				X	X
degomagem	X				X	X	X	X	X
refino		X	X		X	X		X	
alvejamento		X		X	X		X		X
desodorização	X		X	X		X	X		

Etapa	E478	E479	E480	E481	E482	E483	E484	E485	E486
tratamento de sementes	X	X	X	X	X	X	X	X	X
quebra e descascamento									
condicionamento									
moagem									
esfoliação/ compressão	X	X	X	X	X	X	X		
extração	X	X	X	X				X	X
degomagem	X				X	X	X	X	X
refino		X	X		X	X		X	X
alvejamento		X		X	X		X	X	
desodorização	X		X	X		X	X		X

Etapa	E487	E488
tratamento de sementes	X	X
quebra e descascamento		
Condicionamento		
Moagem		
esfoliação/compressão		
Extração	X	X
Degomagem	X	
Refino		X
Alvejamento	X	X
Desodorização	X	X

[00100] Para cada uma das concretizações mencionadas acima E1 a E488, a combinação de etapas pode ocorrer sob condições que minimizam a oxidação e minimizam a isomerização, como descrito acima na seção II.B. Por exemplo, o processo da invenção pode extrair óleo de semente de alta qualidade, pode ser conduzido sob condições que minimizam a exposição a oxigênio (por exemplo, na presença de um gás inerte, trata as sementes ou o óleo com monóxido de carbono ou nitrogênio, e assemelhados), o processo pode ser conduzido sob condições que minimizam as concentrações de metais de transição, calor e luz UV, e o processo pode ser conduzido com a adição de estabilizadores ou uma combinação desses parâmetros.

[00101] Adicionalmente, para as concretizações E1 - E45, a combinação de etapas que não são marcadas com um "X" (isto é, nas quais as caixas estão em branco) são combinações de oito etapas, nas quais as condições de processo na seção II.B. podem ser otimizadas para obtenção do óleo desejado. Além disso, para as concretizações E46 - E165, a combinação das etapas, que não são marcadas com um "X", são combinações de sete etapas, nas quais as condições de processo na seção II.B. podem ser otimizadas para obtenção do óleo desejado. Igualmente, para as concretizações E166 - E366, a

combinação de etapas, que não são marcadas com um "X", são combinações de seis etapas, nas quais as condições de processo na seção II.B. podem ser otimizadas para obtenção do óleo desejado. Também, para as concretizações E367 - E488, a combinação de etapas, que não são marcadas com um "X", são combinações de cinco etapas, nas quais as condições de processo na seção II.B. podem ser otimizadas para obtenção do óleo desejado.

[00102] Além disso, os parâmetros de processo discutidos acima afetam a taxa de oxidação e a isomerização de ácidos graxos ou de outros componentes contidos nas composições da presente invenção, se durante ou após o processamento. A minimização da oxidação das composições de óleo pode incluir, mas não é limitada a, (a) diminuir a proporção de produtos de oxidação primários, resultantes da reação de oxigênio molecular e qualquer componente da composição de óleo, e, opcionalmente, diminuir a proporção de produtos derivados desses produtos de oxidação primários; (b) diminuir a concentração de aldeídos e/ou cetonas não voláteis na composição, em relação à concentração deles, quando a composição é processada sob condições nas quais a oxidação não é minimizada; e (c) diminuir outros tipos de produtos de decomposição primários e secundários, que podem resultar de polimerização, ciclização e pirólise de ácidos graxos, ou de reações entre ácidos graxos com outros componentes da composição de óleo, tais como estabilizadores ou agentes de complexação. Além disso, a minimização da isomerização reduz a concentração de ácidos trans-graxos na composição, em relação à concentração deles, quando a composição é processada sob condições nas quais a isomerização não é minimizada.

#### Definições

[00103] A menos que indicado de outro modo, o termo "ácido graxo" é usado para descrever ácidos graxos livres e derivados dos mesmos

(por exemplo, ésteres e sais). Por exemplo, como usado em todas as partes, o termo "ácidos graxos" inclui derivados nos quais os ácidos graxos foram esterificados com álcoois, glicerina, triacetina, gliceróis ou poligliceróis, para formar ésteres de ácidos graxos. Os derivados representativos incluem, mas não são limitados a, triglicerídios, diglicerídios e monoglicerídios de ácidos graxos, ésteres alquílicos de ácidos graxos, monoglicerídios de ácidos graxos mono- ou diacetilados, ésteres de ácidos graxos de diglicerol, ésteres de ácidos graxos de tetraglicerol e ésteres de ácidos graxos de decaglicerol.

[00104] A menos que indicado de outro modo, o teor de ácidos graxos específicos é medido em % em peso, com base no peso total dos ácidos graxos na composição. Um processo de medir o teor de ácidos graxos é o Método AOCS Ce 1e-91, usado para medir composições nas quais o teor de ácidos graxos total é superior a cerca de 99,5% em peso do peso total da composição.

[00105] A menos que indicado de outro modo, o termo "gás inerte" descreve qualquer gás que não diminui a estabilidade à oxidação ou a qualidade da composição de óleo. Os gases inertes representativos incluem, mas não são limitados a, nitrogênio, argônio, dióxido de carbono, vapor, monóxido de carbono, hélio, neônio, argônio, criptônio, xenônio e cianeto de hidrogênio.

[00106] A menos que indicado de outro modo, o termo "diminuir degradação por oxidação" inclui, mas não é limitado a, manter a condição de oxidação das sementes, minimizar a degradação por oxidação de sementes, ou retardar a taxa de oxidação dentro das sementes.

[00107] A menos que indicado de outro modo, o termo "estabilidade durante armazenamento", "estável durante guarda" ou "estável durante armazenamento" significa que o odor e o sabor de uma composição de óleo da presente invenção não degradam, após ser armazenada a uma

temperatura específica, tais como temperaturas refrigeradas, temperatura ambiente ou temperaturas nas quais, ou abaixo das quais, a composição de óleo congela. De preferência, o óleo se mantém suave ou manteigoso em sabor e odor. O óleo vai estar degradado se tiver um sabor ou cheira como peixe ou viveiro de peixes, após armazenamento.

[00108] A estabilidade a oxidação foi medida usando um instrumento de índice de estabilidade a oxidação, Omnion, Inc., Rockland, Mass., de acordo com o método oficial AOCS Cd 12b - 92 (revisado em 1993). Esse método é uma substituição automática pelo procedimento do método de oxigênio ativo (AOM), método oficial AOCS Cd 12-57.

[00109] O valor de anisidina foi medido por uso do método oficial AOCS Cd 18 - 90. Os aldeídos gerados, durante fritura, da oxidação do triacilglicerol, são medidos pelo valor de p-anisidina. O valor de p-anisidina é definido por convenção como sendo 100 vezes a densidade ótica, medida a 350 nm em uma cubeta de 1 cm, de uma solução contendo 1,00 g do óleo em 100 mL de uma mistura de solvente e reagente de acordo com o método descrito. O menor desprendimento de aldeídos, durante fritura, é um indicador de estabilidade a oxidação aperfeiçoada do óleo.

[00110] O valor de peróxido foi medido por uso do método oficial AOCS Cd 8 - 53.

[00111] O termo "valor totox" é igual à soma de duas vezes o valor de peróxido e o valor de anisidina [isto é,  $\text{totox} = 2 (\text{PV} + \text{AV})$ ], e é uma medida da toxicidade total de uma composição de óleo.

[00112] A menos que indicado de outro modo, o termo "óleo refinado" é um óleo que foi processado por uso de refino químico ou refino físico, como descrito aqui.

[00113] Os exemplos apresentados a seguir ilustram a invenção.

### Exemplos

#### Exemplos 1 - 14

Procedimentos e equipamento de laboratório gerais:

[00114] Todas as operações foram conduzidas em uma atmosfera inerte (sob uma purga ativa com nitrogênio), utilizando um saco de luvas, uma caixa de luvas ou técnicas de linha de Schlenk de transferência com ausência de ar. As sementes integrais foram colocadas em cápsulas de um megatriturador, sob condições inertes, que foram vedadas com uma tampa à prova de ar. As cápsulas vedadas foram depois removidas da atmosfera inerte e trituradas / moídas na plataforma do megatriturador. As cápsulas foram depois retornadas a uma atmosfera inerte, na qual puderam ser abertas e um processamento adicional foi iniciado. Todos os solventes e soluções foram desgaseificados previamente com uma aspersão subsuperficial de nitrogênio. Todos os recipientes, colocados em câmaras de meio ambiente inerte, foram desgaseificados, de modo que uma purga do recipiente pudesse ocorrer.

[00115] O processamento de procedimento para sojas contendo baixos teores de ácido alfa-linoléico é apresentado a seguir.

[00116] Abreviaturas: balão de fundo redondo (RBF); reator pequeno (SR); aço inoxidável (SS); tubo de centrífuga (CT).

[00117] Procedimento de trituração: A caixa de luvas foi purgada 3 vezes com nitrogênio, e cerca de 20 g de sementes foram pesadas e adicionadas às cápsulas de Teflon para o megatriturador. As cápsulas foram enchidas de modo que o peso total de sementes foi de aproximadamente 200 gramas. Selos de anel em O foram colocados nas cápsulas e fita aplicada nas bordas dos recipientes, para maior proteção à difusão de ar para as cápsulas. As cápsulas seladas foram armazenadas a 4°C por duas horas antes da trituração. As sementes foram trituradas a 1.100 rpm por 45 segundos.

[00118] Procedimento alternativo de quebra, descascamento e trituração: O quebrador e o aspirador foram colocados na caixa de luvas



em uma atmosfera de nitrogênio. As sementes foram quebradas duas vezes no quebrador. As sementes e cascas quebradas foram passadas em uma série de peneiras, para separar os finos. As sementes e cascas foram aspiradas para remover as cascas. Cerca de 20 g de sementes descascadas foram adicionados às cápsulas de Teflon para o megatriturador. As cápsulas foram enchidas de modo que o peso total de sementes foi de aproximadamente 200 gramas. Os anéis em forma de O foram colocados nas cápsulas, e uma fita foi aplicada nas bordas dos recipientes, para maior proteção de difusão de ar para as cápsulas. As cápsulas vedadas foram armazenadas a 4°C por duas horas, antes da trituração. As sementes foram trituradas a 1.100 rpm por 45 segundos.

[00119] Procedimento de extração: As cápsulas foram colocadas no saco de luvas. Este foi purgado três vezes com nitrogênio e as cápsulas foram abertas. O dedal de vidro para o extrator Soxhlet foi cheio com semente moída. O extrator Soxhlet foi removido da caixa de luvas, 750 mL de hexano adicionados a um RBF, e a semente moída extraída por 7 horas.

[00120] Remoção de hexano da micela: A micela foi transferido para um aparelho de destilação de caminho curto, e uma destilação a vácuo foi conduzida para remover o hexano, para produzir o óleo bruto.

[00121] Degomagem e refino: O óleo bruto foi alimentado a um reator encamisado e aquecido a  $50^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . O óleo bruto foi agitado com uma barra de agitação magnética a 350 rpm. Uma vez que a temperatura alcançou  $50^{\circ}\text{C}$ , uma solução de ácido cítrico a 5% foi adicionada a 2,0% em peso (com base em peso / peso de óleo). A mistura foi agitada e aquecida por 15 minutos. Depois, água foi adicionada a 2,0% em peso (com base em peso / peso de óleo), e a mistura foi aquecida a  $50 \pm 3^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos. A temperatura foi então aumentada a  $67 \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Quando essa temperatura foi atingida, o conteúdo foi removido e centrifugado.

A fase de óleo foi removida e colocada de volta no reator encamisado. O reator foi aquecido a  $62 \pm 3^\circ\text{C}$ , Uma solução de ácido fosfórico a 5% foi adicionada a 2,0% em peso (com base em peso / peso de óleo). A mistura foi agitada a 350 rpm por 30 minutos. O teor de ácido total foi determinado, e 1,10 equivalente (com base na medida de ácido total) de uma solução a 11% em peso de NaOH foi adicionado. O conteúdo do reator foi mantido a  $62 \pm 3^\circ\text{C}$  e agitado por 15 minutos a 350 rpm. A temperatura foi aumentada a  $73 \pm 3^\circ\text{C}$ . Uma vez que essa temperatura foi atingida, a mistura foi removida e centrifugada.

[00122] Lavagem com água: O óleo foi retornado ao reator e aquecido a  $73 \pm 3^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm e 15% de água grau de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) (base peso / peso) e agitado por 10 minutos. O conteúdo do reator foi removido e centrifugado.

[00123] Alveamento: O óleo foi transferido para o reator e aquecido a  $60 \pm 3^\circ\text{C}$  e 2,0% (com base em peso / peso) de uma solução de ácido cítrico a 5% foram adicionados e agitados por 15 minutos a 350 rpm. Depois, 0,2 - 0,4% em peso de Trisyl<sup>®</sup>S615, produzido pela Grace Davidson, foi adicionado e agitado por 15 minutos. Depois, 0,75 - 1,25% em peso de argila alvejante Tonsil Grau 105 foi adicionado e a pressão no reator foi reduzida a 3,332,2 MPa (25 mm Hg). O conteúdo foi aquecido a  $110 \pm 2^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm por 30 minutos. A mistura foi resfriada a  $72 \pm 3^\circ\text{C}$  e foi filtrada em um recipiente separado.

[00124] Procedimento de desodorização A: O óleo filtrado foi colocado em um RBF (por uso de semimicrovidraria de Wheaton), equipado com cabeça de Claisen, que continha um tubo de sangria de gás e um adaptador de orifício de vácuo subsuperficiais. O fluxo de nitrogênio foi iniciado e o vácuo foi mantido abaixo de 13,3 Pa (100 militorr), por duas horas a  $255 \pm 5^\circ\text{C}$ . O óleo foi depois resfriado à temperatura ambiente com uma purga ativa de nitrogênio.

[00125] Procedimento de desodorização B: O óleo filtrado foi colocado em um RBF (por uso de semimicrovidraria de Wheaton), equipado com cabeça de Claisen, que continha um tubo de sangria de gás e um adaptador de orifício de vácuo subsuperficiais. O fluxo de nitrogênio foi iniciado e o vácuo foi mantido abaixo de 100 militorr, por 30 minutos a  $255 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . O óleo foi depois resfriado à temperatura ambiente com uma purga ativa de nitrogênio.

[00126] Procedimento de desodorização C: O óleo filtrado foi colocado em um RBF (por uso de semimicrovidraria de Wheaton), equipado com cabeça de Claisen, que continha um tubo de sangria de gás e um adaptador de orifício de vácuo subsuperficiais. O fluxo de nitrogênio foi iniciado e o vácuo foi mantido abaixo de 13,3 Pa (100 militorr), por duas horas a  $220 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . O óleo foi depois resfriado à temperatura ambiente com uma purga ativa de nitrogênio.

Variedade	Soja R.L.			Soja L.L. 23V218109U		
Exemplo	1			2		
Etapas de desodorização	255°C por 2 horas			255°C por 2 horas		
Análises e resultados	Semente	Óleo alvejante	óleo RDB	Semente	Óleo alvejado	óleo RDB
FFA, %		0,34	0,1		0,5	0,5
PV, Meq/kg		<0,1	<0,1		<0,1	<0,1
Palmitico C16:0	11,64	11,01	11,02	11,2	10,54	10,5
C16:1	0	0	0	0,1	0	0,1
C18:0	3,73	3,84	3,96	4,72	4,97	4,86
Oléico C18:1	17,71	18,23	18,5	21,11	22,75	22,62
C18:1 n7		1,4	1,4	1,32	1,37	1,34
C18:2 9_12	56,75	56,23	55,6	57	56,12	55,7
C18:3 ALA	7,88	7,66	5,79	2,65	2,46	1,78
C20:0	0,34	0,36	0,39	0,34	0,34	0,34
C20:1	0,19	0,21	0,17	0,17	0,13	0,13
C22:0	0,4	0,45	0,47	0,35	0,33	0,32
C24:0		0,14	0,2	0,12	0,15	0,14
Tocoferóis (total), ppm	283		1189	288		1054

Variedade	Soja R.L.			Soja L.L. 23V218109U		
Exemplo	1			2		
Etapa de desodorização	255°C por 2 horas			255°C por 2 horas		
Análises e resultados	Semente	Óleo alvejante	óleo RDB	Semente	Óleo alvejado	óleo RDB
alfa, ppm	26,06		117,3	16,7		68,85
gama/beta, ppm	188,4		797,8	193,3		719
delta, ppm	68,57		273,9	78,4		266,6
AV			1,01			0,21
OSI, horas			5,70			6,80

Variedade	Molho de soja R.L.		Molho de soja L.L. 23V218109U		Molho de soja R.L.	Molho de soja L.L. 23V218109U	Molho de soja L.L. 49I218036N	
Exemplo	3		4		5	6	7	
Etapas de desodorização	255°C por 30 min		255°C por 30 min		220°C for 2 h,	220°C for 2 h	255°C for 2 h	
Análises e resultados	Óleo alvejante	óleo RDB	Óleo alvejante	óleo RDB	óleo RDB	óleo RDB	Semente	óleo RDB
FFA, %	0,32	0,25	0,41	0,15		0,21		
PV, Meq/kg	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1		<0,2		
Palmitico C16:0	11,1	11,52	10,79	10,56		9,8	11,25	
C16:1	0	0	0	0,1			0,10	
C18:0	3,96	4,18	5	4,61		4,24	4,62	
Oléico C18:1	18,38	18,86	22,22	21,98		21,01	21,2	
C18:1 n7	1,46	1,47	1,38	1,34			1,30	
C18:2 9_12	55,02	55,76	55,18	57,13		51,87	57,20	
C18:3 ALA	7,45	6,83	2,48	2,37		2,28	2,74	
C20:0	0,36	0,38	0,34	0,3		0,14	0,33	
C20:1	0,2	0,2	0,2	0,16		0,17	0,15	
C22:0	0,44	0,46	0,33	0,26		0,34	0,36	
C24:0	0,25	0,2	0,2	0,13			0,11	

77/157

Variedade	Molho de soja R.L.		Molho de soja L.L. 23V218109U		Molho de soja R.L.	Molho de soja L.L. 23V218109U	Molho de soja L.L. 49I218036N	
Exemplo	3		4		5	6	7	
Etapa de desodorização	255°C por 30 min		255°C por 3 0 min		220°C for 2 h,	220°C for 2 h	255°C for 2 h	
Análises e resultados	Óleo alvejante	óleo RDB	Óleo alvejante	óleo RDB	óleo RDB	óleo RDB	Semente	óleo RDB
Tocoferóis (Total)		1346		1246	1117	1148	238	1169
alfa, ppm		140,8		79,04	115,9	75,69	13,1	71,69
gama/beta, ppm		890,3		843,1	745,9	782,3	163,2	790,8
D-delta, ppm		315,8		324	254,8	289,8	61,6	306,8
Valor de anisidina		0,75		0,16	1,28	0,31	0,16	0,16

Exemplo	8						9				
Variedade	Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2)						Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em ar				
Desodorização	255°C por 30 min						255°C por 30 min				
Análises e resultados	Semente	Óleo antes de alvejamento	Alvejamento, 1,25 %, 110°C	RBD, alvejamento @ 110°C	Alvejamento, 3% @ 95°C	RBD, alvejamento @ 95°C		Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
FFA, %			0,55	0,26	0,24	0,2					
PV, Meq/kg		4	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2					
Palmítico C16:0	11,17	10,36	9,88	10,32	10,17	10,3					
C16:1	0										
C18:0	4,59	4,37	4,26	4,28	4,39	4,52					
Oléico C18:1	22,3	22,44	21,46	22,18	21,79	21,84					
C18:1 n7											
C18:2 9_12	57,61	56,53	53,25	55,36	54,2	53,33					
C18:3 ALA	2,84	2,62	2,43	2,27	2,52	2,21					
C20:0	0,31	0,34	0,38	0,28	0,28	0,33					
C20:1	0,17	0,25	0,48	0,022	0,31	0,26					
C22:0	0,29	0,21	0,37	0,13	0,34	0,22					



Exemplo	8						9				
Variedade	Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2)						Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em ar				
Desodorização	255°C por 30 min						255°C por 30 min				
Análises e resultados	Semente	Óleo antes de alvejamento	Alvejamento, 1,25 %, 110°C	RBD, alvejamento @ 110°C	Alvejamento, 3% @ 95°C	RBD, alvejamento @ 95°C		Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
C24:0											
Tocoferóis (total)	249		1186	1139	1170	1027		1289			888,1
alfa, ppm	13,26		76,89	75,69	74,32	66,11		68,41			54,97
beta/gama, ppm	168,6		776,8	748,5	782,6	676,1		855,1			612,8
D-delta, ppm	67,63		331,8	315,2	340	284,4		365,6			220,3
Valor de anisidina			1,62	1,18	1,07	0,71		2,16	0,69	1,37	1,15

Exemplo	10					11				
Variedade	Descascamento de molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) em nitrogênio					Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em nitrogênio				
Desodorização	255°C por 30 min					255°C por 30 min				
Análises e resultados		Bruto	Lavado	Alvejamento	RBD		Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
FFA, %										
PV, Meq/kg		0,187	0,07	0,457	0,186					
Palmítico C16:0							10,84	10,77	10,76	10,95
C16:1							0,11	0,11	0,11	0,09
C18:0							5,19	5,14	5,16	5,26
Oléico C18:1							23,23	23,41	23,43	23,96
C18:1 n7							1,33	1,31	1,30	1,27
C18:2 9_12							55,98	55,99	55,96	54,58
C18:3 ALA							2,30	2,29	2,29	1,94
C20:0							0,36	0,36	0,36	0,38
C20:1							0,19	0,17	0,17	0,17
C22:0							0,36	0,35	0,35	0,36
C24:0							0,11	0,10	0,11	0,11

Exemplo	10					11				
Variedade	Descascamento de molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) em nitrogênio					Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em nitrogênio				
Desodorização	255°C por 30 min					255°C por 30 min				
Análises e resultados		Bruto	Lavado	Alvejamento	RBD		Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
Tocoferóis (total)					883		1237			
alfa, ppm					54,41		67,73	61,93	71,13	50,29
beta/gama, ppm					613,4		809,9	805,2	772,5	469,4
D-delta, ppm					215,2		359,5	354,1	333,4	170,5
Valor de anisidina		0,28	0,35	3,27	4,12		1,43	0,69	0,52	0,53

Exemplo	12				13			
Variedade	Descascamento de molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) em ar				Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em ar			
Desodorização	255°C por 30 min				255°C por 30 min			
Análises e resultados	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
FFA, %								
PV, Meq/kg								

Exemplo	12				13			
Variedade	Descascamento de molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) em ar				Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em ar			
Desodorização	255°C por 30 min				255°C por 30 min			
Análises e resultados	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
Palmítico C16:0	10,83	10,77	10,76	9,36				
C16:1	0,05	0,09	0,05	0,00				
C18:0	5,20	5,02	5,11	4,59				
Oléico C18:1	23,46	23,29	23,38	23,57				
C18:1 n7	1,34	1,29	1,31	1,53				
C18:2 9_12	56,03	56,20	56,10	57,42				
C18:3 ALA	2,25	2,28	2,26	2,03				
C20:0	0,35	0,34	0,35	0,35				
C20:1	0,19	0,16	0,17	0,15				
C22:0	0,35	0,33	0,34	0,36				
C24:0	0,00	0,09	0,11	0,14				
alfa, ppm	60,27	60,01	62	56,47	59,06	52,6	54,92	51,06
beta/gama, ppm	771,8	753,4	728,4	595,2	764	701,4	641	584,2

Exemplo	12				13			
Variedade	Descascamento de molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) em ar				Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em ar			
Desodorização	255°C por 30 min				255°C por 30 min			
Análises e resultados	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
D-delta, ppm	348,3	343	327,7	257	300,7	291,1	278,5	238,1
Valor de anisidina	2,01	0,82	0,55	0,55	1,61	0,67	0,73	0,62

Exemplo	14			
Variedade	Molho de soja L.L.-Pr (53B218037W2) descascado em nitrogênio			
Desodorização	255°C por 30 min			
	Bruto	Lavado	Alvejado	RBD
Tocoferóis (total)				
alfa, ppm	71,73	10,4	42,39	27,35
beta/gama, ppm	813,5	491,8	466,1	263,6
D-delta, ppm	340,4	267,4	259,7	120,8
Valor de anisidina	1,9	1,95	2,78	1,72

Exemplos 15 - 24: Processamento em laboratório de sementes de canola com alto teor de SDA

[00127] O processo dos Exemplos 1 - 14 foi usado com as seguintes mudanças. Cerca de 18 g de sementes foram pesadas e adicionadas a cápsulas de Teflon para o megatriturador. As cápsulas foram enchidas o suficiente, de modo que o peso total de sementes fosse de aproximadamente 100 gramas. As sementes foram depois trituradas a 1.200 rpm por 60 segundos.

[00128] Degomagem: Usando-se técnicas de linha de Schlenk, o óleo bruto foi transferido para um pequeno reator. O óleo foi depois aquecido a  $55 \pm 5^\circ\text{C}$ . Ácido nítrico a 5% foi adicionado a 20% em peso e agitado por 15 minutos a 350 rpm. A seguir, água grau HPLC a 2% foi adicionada e agitada por 30 minutos a 350 rpm. A mistura foi depois removida e centrifugada.

[00129] Tratamento com ácido fosfórico: O óleo degomado foi transferido para um pequeno reator e aquecido a  $55 \pm 5^\circ\text{C}$ . A seguir, 5% de uma solução de ácido fosfórico a 5% foi adicionada por seringa e misturada por 15 minutos a 350 rpm. O óleo foi depois transferido e centrifugado.

[00130] Neutralização: O óleo tratado com ácido fosfórico foi transferido para um pequeno reator e aquecido a  $55 \pm 5^\circ\text{C}$ . O teor de ácido total do óleo foi determinado, e 1,10 equivalente (com base na medida de ácido total) de uma solução de NaOH a 11% em peso foi adicionado. O conteúdo do reator foi mantido a  $55 \pm 5^\circ\text{C}$ , e agitado por 15 minutos a 350 rpm. O óleo foi depois transferido e centrifugado.

[00131] Tratamento com Trysil: O óleo neutralizado foi transferido para um pequeno reator e aquecido a  $55 \pm 5^\circ\text{C}$  e misturado a 350 rpm. Trysil S615 foi depois adicionada a 1,0% e misturada por 20 minutos. O óleo foi depois transferido e filtrado em um saco de luvas. A lavagem com água foi opcional.

[00132] Alveamento: O óleo foi transferido para o reator e aquecido a  $60 \pm 3^\circ\text{C}$ . A seguir, 3,0% em peso de argila de alveamento Tonsil Grau 167FF, 0,5% em peso de carvão ativado e 0,2% em peso de auxiliar de filtração são adicionados, e a pressão no reator é reduzida a 3.332,2 MPa (25 mm Hg). O conteúdo é aquecido a  $95 \pm 2^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm por 30 minutos. A temperatura foi depois diminuída para  $60 \pm 3^\circ\text{C}$ , e a mistura foi filtrada em um recipiente separado.

[00133] Desodorização: O óleo filtrado foi colocado em um RBF (usando semimicrovidraria de Wheaton), equipado com uma cabeça de Claisen, que continha um tubo de sangria e um adaptador de orifício de vácuo subsuperficiais. Um RBF de três pescoços foi usado como uma opção a esse reator. O fluxo de nitrogênio foi iniciado e o vácuo foi mantido abaixo de 3 torr, por duas horas a  $180 \pm 5^\circ\text{C}$ . O óleo foi depois resfriado a uma temperatura de  $60^\circ\text{C}$  com nitrogênio e transferido, concluindo o processo.

Exemplo	15	16	17	18	19
Variedade	EG154989N3	JH716846H5	NV16847M8	EG26503S8 em ar	KC16848L2
Desodorização	180°C, 2 h	180°C, 2 h	180°C, 2 h	250°C, 2 h	180°C, 2 h
Palmítico C16:0	4,41	5,42	5,38	4,41	5,32
C16:1	0,26	0,32	0,32	0,26	0,31
C18:0	2,29	2,62	2,65	2,17	2,52
Oléico C18:1	64,14	35,3	35,19	63,63	33,87
C18:1 n7	2,92	3,49	3,33	3,01	3,36
C18:2 6_9	0	2,13	2,12	0	2,13
C18:2 9_12	17,78	10,09	10,04	18,12	10,1
C18:3 GLA	0	20,52	20,48	0	21,67
C18:3 ALA	5,68	7,69	7,68	4,37	8,1
C18:4 (SDA)	0	9,33	9,3	0	10,5
C20:0	0,69	0,82	0,81	0,62	0,78
C20:1	0,99	0,73	0,73	0,89	0,78
C22:0	0,29	0,37	0,37	0,28	0,35
C24:0	0,21	0,26	0,27	0,18	0,23
Tocoferóis (total)	696,5	729,58	798,38	232,4	781,24

Exemplo	15	16	17	18	19
Variedade	EG154989N3	JH716846H5	NV16847M8	EG26503S8 em ar	KC16848L2
alfa, ppm	251,6	304,9	349,9	77,51	342,80
beta/gama, ppm	436,2	413,3	438,2	154,9	429,10
D-delta, ppm	8,674	11,38	10,28	0	9,34
Valor de anisidina	0,7	4,4	2,31	1,29	2,04

Exemplo	20	21	22	23	24
Variedade	EG30052X4	PR16241B8	MY16241D7	TE169954Z2	HQ168410DR
Desodorização	180°C, 2 h	250°C, 2 h	250°C, 2 h	180°C, 2 h	180°C, 2 h
FFA, %					
PV, Meq/kg		0,13	0,5	0,14	
Palmitico C16:0	4,43	4,91	5,13	5,3	
C16:1	0,26	0,28	0,32	0,27	
C18:0	2,34	2,53	2,69	2,14	
Oléico C18:1	64,02	61,46	64,86	47,29	
C18:1 n7	2,95	3,3	3,54	3,42	
C18:2 6_9	0				
C18:2 9_12	17,67	3,91	4,11	2,06	
C18:3 GLA	0	3,54	1,08	4,44	
C18:3 ALA	5,51	4,41	1,28	6,1	
C18:4 (SDA)	0	4,16	0,38	16,83	
C20:0	0,7	0,7	0,71	0,72	
C20:1	1,01	0,94	0,95	1,07	
C22:0	0,31	0	0	0,36	
C24:0	0,24	0,17	ND	0,23	
Tocoferóis (total)	729,75	307,2	536	570,032	626,9
alfa, ppm	264,8	117,6	239,6	339,9	271,4
beta/gama, ppm	456,3	189,6	296,4	227,1	348,1
D-delta, ppm	8,65	<4	<4	3,032	7,4
Valor de anisidina	0,66	2,87	0,96	5,56	3,57

**Exemplos 25 - 33:** Processamento em laboratório de sementes de soja com alto teor de SDA

[00134] Os parâmetros de processamento foram iguais aos dos Exemplos 15 - 24, com as variações indicadas a seguir. O quebrador e



o aspirador foram colocados na caixa de luvas, sob uma atmosfera de nitrogênio. As sementes foram depois passadas duas vezes pelo quebrador de sementes. As sementes quebradas e as cascas foram depois passadas por uma série de peneiras, para separar os finos. A seguir, as sementes e as cascas foram aspiradas, separando-se as sementes das cascas. Aproximadamente, 20 g de sementes descascadas foram depois adicionadas às cápsulas de Teflon para o megatriturador. Cápsulas suficientes foram enchidas, de modo que o peso total de semente foi de aproximadamente 350 gramas.

[00135] Procedimento de extração: As cápsulas foram colocadas no saco de luvas. Este foi purgado três vezes com nitrogênio e as cápsulas foram abertas. O dedal de vidro para o extrator Soxhlet foi cheio com semente moída.

Exemplo	25	26	27					
Variedade	JGA38X167	KRA38X293	Semente tratada com nitrogênio com alto teor de SDA					
			Bruta	Degomada	Refinada	Lavada com água	Alvejada	RBD
FFA, %								
PV, Meq/kg	<0,1	<0,1						
Palmitico C16:0	12,42	12,44						
C16:1	0,1	0,1						
C18:0	3,62	3,69						
Oléico C18:1	16,79	18,41						
C18:1 n7	1,42	1,48						
C18:2 6_9								
C18:2 9_12	30,97	30,96						
C18:3 GLA	5,91	5,18						
C18:3 ALA	10,33	9,92						
C18:4 (SDA)	16,89	15,58						
C20:0	0,29	0,29						
C20:1	0,18	0,19						
C22:0	0,22	0,2						

C24:0	0,12	0,1						
Tocoferóis (total)	1225	1345			1668	1611	1505	1405
alfa, ppm	185	201,8			206,1	196,1	195,6	181
beta/gama, ppm	814,7	884,3			1099	1062	978,2	915
D-delta, ppm	225,3	258,6			363,2	353,3	330,9	309
Valor de anisidina	4,47	0,61	1,16	0,81	0,54	1,17	1,64	1,4

Exemplo	28						29			30		
Variedade	Semente tratada com CO com alto teor de SDA						Semente tratada com nitrogênio com alto teor de SDA			Semente tratada com CO com alto teor de SDA		
	Bruta	Degomada	Refinada	Lavada com água	Alvejada	RBD	Bruta	Alvejada	RBD	Bruta	Alvejada	RBD
Tocoferóis (total)		1716	1703	1687,5	1549	1542,8			1394,50			1274
alfa, ppm		210,6	209,5	204,7	200,7	202			184,90			255
beta/gama, ppm		1133	1123	1113	1015	1006			903,80			855
D-delta, ppm		373	370,3	369,8	333,8	334,8			305,80			169
Valor de anisidina	0,99	0,28	0,58	0,92	0,79	0,8	1,32	4,5	3,6	1,95	0,5	0,5

Exemplo	31	32	33
Variedade	20% SDA	20% SDA	20% SDA
FFA, %	0,28	<0,05	<0,05
PV, Meq/kg	0,75	<0,1	3,14
Palmítico C16:0	13,21	13,29	13,82
C16:1	0,08	0,08	0,09
C18:0	4,39	4,41	4,87
Oléico C18:1	16,78	16,82	17,57
18:1 n7	1,54	1,37	1,62
C18:2 6_9	30,19	30,25	30,07
C18:2 9_12			
C18:3 GLA	5,13	5,14	4,92
C18:3 ALA	10,43	10,47	9,97
C18:4 (SDA)	16,62	16,99	15,12
C20:0	0,41	0,29	0,43
C20:1	0,3	0,21	0,38
C22:0	0,41	0,29	0,39
C24:0	0	0	0
Tocoferóis (total)	1341,5	1250	1366
alfa, ppm	160,2	161,6	169,7
beta/gama, ppm	876,9	820,3	896,6
D-delta, ppm	304,4	268,1	299,4
Valor de anisidina	2,23	0,57	0,6

[00136] Uma observação empírica foi feita que liga grandes proporções de formação de espuma, durante a etapa de alveamento, com aumentos significativos no AV. A formação de espuma intensa ocorreu quando a lavagem com água e o alveamento não foram conduzidos no mesmo dia. Quando o óleo foi lavado com água e alveado no mesmo dia, os experimentos mostraram AV, PV e FFA mais baixos. Também, a umidade (água ensaboada) foi reduzida por deixar uma parte do óleo na camada aquosa, após centrifugação. Além disso,

a substituição do tratamento com Trysil para lavagem com água, seguido imediatamente por alvejamento, não afetou os resultados, desde que o óleo fosse lavado com água e alvejado no mesmo dia.

Exemplo 34: Processamento em grande escala de sementes de soja com alto teor de SDA

[00137] Materiais: ~ 30 kg de grãos de soja SDA (07045X47T); ácido cítrico: grau BHD ACS ou equivalente; hidróxido de sódio: grau BHD ACS ou equivalente; água purificada; argila alvejante: Supreme 167 FF; auxiliar de filtração: Manville "Hyflo Super-cel"; ácido fosfórico; e carvão ativado: Daro KB. Equipamento: rolos de esfoliação, aspirador & moinho de trituração em escala piloto; microondas; extrator Soxhlet; evaporador rotativo; placa quente; agitador suspenso; 6 centrífugas Bucket de 1 L; reator Parr de 2 L; desodorizador de vidro de 2 L; e bomba de vácuo.

[00138] Os grãos de soja, com três diferentes concentrações de SDA, foram processados, 30% de SDA (2,4 kg), 20% (19 kg) e 15% (33 kg). O SDA a 20% foi dividido em dois ensaios separados de ~ 10 kg e o SDA a 15% foi dividido em três ensaios. Dois grupos de sementes (um lote de 10 kg de 20% e um lote de 10 kg de 15% de SDA). Quatro ensaios foram conduzidos usando-se as técnicas de Schlenk, transferência em ausência de ar e/ou proteção com nitrogênio. O uso de nitrogênio foi necessário, quando possível, durante quebra, esfoliação, extração, remoção de solvente, destilação e durante todas as etapas de refino.

[00139] Procedimentos e equipamento de laboratório gerais: Todas as operações são conduzidas em uma atmosfera inerte (sob uma purga ativa com nitrogênio) e utilizando um saco de luvas, quando possível. Todos os solventes e soluções são desgaseificados previamente com uma aspersão subsuperficial de nitrogênio. Todos os recipientes, que são colocados em uma câmara de meio ambiente inerte, são abertos, de modo que a purga adequada do recipiente pode ocorrer.

[00140] Trituração: A abertura do moinho foi ajustada no nº9 e os grãos de soja foram alimentados ao moinho de trituração.

[00141] Aspiração: O aspirador foi ajustado para 3 cm (1,2") de coluna de água, e os grãos de soja triturados foram alimentados ao aspirador. Para lotes de sementes maiores, os grãos de soja triturados foram aspirados em lotes de 5 kg.

[00142] Condicionamento: O forno de microondas de laboratório foi usado para aquecer os grãos de soja a 45 - 55°C.

[00143] Esfoliação: As sementes condicionadas foram esfoliadas a 0,30 - 0,35 mm por uso de rolos de esfoliação.

[00144] Extração por solvente: Todos os flocos de grãos de soja foram carregados no extrator Soxhlet em escala piloto, e ~ 16 L de hexano fresco foram adicionados. Os flocos foram extraídos por quatro horas, após as quais o hexano foi removido do bolo por uso de um rotoevaporador.

[00145] Remoção de solvente da parte comestível: A parte comestível foi submetida a uma etapa de remoção de solvente em uma capela de fumos, sob uma bandeja coberta, que foi equipada com uma purga de nitrogênio.

[00146] Degomagem ácida: O óleo foi aquecido a  $50 \pm 3^\circ\text{C}$  e uma solução de ácido cítrico a 0,2% (50%) foi adicionada e agitada por 15 minutos. Depois, 2,0% de água quente foram adicionados e misturados por 30 minutos e aquecidos a  $67 \pm 3^\circ\text{C}$ . Uma vez reagidos, a mistura foi centrifugada.

[00147] Refino: O óleo degomado foi aquecido a  $62 \pm 3^\circ\text{C}$ , adicionou-se 0,1% de ácido fosfórico 85%, que foi misturado por 30 minutos. NaOH foi adicionado para neutralizar os FFAs (+ excesso de 0,05%) e misturado por 15 min. A mistura foi aquecida a  $73 \pm 3^\circ\text{C}$  e centrifugada.

[00148] Lavagem com água: O óleo foi aquecido a  $73 \pm 3^\circ\text{C}$ , 15% de água a 90 - 95°C foram adicionados e misturados por 10 minutos,

seguida por centrifugação.

[00149] Alveamento: O óleo foi aquecido em um reator a  $60 \pm 3^\circ\text{C}$ , 0,2% de uma solução de ácido cítrico a 50%, 3% de Tonsil 167FF, 0,5% de carvão ativado e 0,2% de auxiliar de filtração foram adicionados. Um vácuo foi aplicado, e a mistura foi aquecida a  $95 \pm 2^\circ\text{C}$  e mantida nessa temperatura por 30 min. A mistura foi depois resfriada a  $72 \pm 3^\circ\text{C}$  e filtrada.

[00150] Desodorização: A temperatura de desodorização foi de  $180 \pm 3^\circ\text{C}$ , com um tempo de retenção de 120 minutos. Nitrogênio gasoso foi aspergido / adicionado a 3% em peso/peso de fluxo de óleo. O óleo foi resfriado a  $< 60^\circ\text{C}$ , antes de sair do desodorizador.

[00151] Métodos analíticos: Umidade, AOCS Ba 2a-38; teor de óleo, semente, bolo e farinha, SOP 4.2.7 (tubo sueco); valor de peróxido, AOCS Cd 8-53; valor de p-anisidina, AOCS Cd 18-90, ácidos graxos livre, AOCS, Ca 5a-40; sabões, AOCS Cc 17-79; cor, Auto Tintometer Lovibond Colour, PFX 990; clorofila, Auto Tintometer Chlorophyl, PFX 990; fósforo & metais, ICP (AOCS Ba 13-87, Ca 17-01); composição de ácidos graxos, AOCS Ce 1e-91; tocoferóis e esteróis, Slover, H. et al., JAOCS, vol. 60, pp. 1524 - 1528, 1983, AOCS Ce 8-89.

[00152] A extração de grão de soja SDA ocorreu em lotes de 5 kg, por uso de extrator Soxhlet grande na planta piloto. Durante a adição de flocos ao extrator Soxhlet, a câmara de sifão de vidro foi rompida. Isso forçou o uso de dois extratores Soxhlet no laboratório. O extrator Soxhlet de laboratório retinha ~ 1,5 kg de flocos de grãos de soja. 10 kg de Lote A (15%) já tinham sido quebrados, aspirados e esfoliados. Os flocos desse lote foram extraídos por um período de 2 dias, usando os dois extratores Soxhlet de laboratório. Entre as extrações, os flocos do Lote A (15%) foram purgados com nitrogênio e armazenados em um resfriador. Todos os lotes de 10 kg remanescentes de grãos de soja foram quebrados em 3 extrações de ~ 3,5 kg, para impedir a exposição

prolongada dos flocos ao ar.

[00153] Durante a extração dos flocos de soja SDA, aplicou-se uma purga com nitrogênio na parte de topo de cada condensador do extrator Soxhlet.

[00154] A pressão absoluta durante toda a desodorização foi entre 200,0 - 266,6 MPa (1,5 - 2,0 mm Hg). Tenox 20 (0,05%) foi adicionado a 500 gramas de óleo RDB do Lote B (15%) e do Lote A (20%).

[00155] Não houve qualquer anomalia de processamento observada nas etapas de processamento de quebra, aspiração, condicionamento, esfoliação, degomagem ácida, refino e lavagem com água.

[00156] Os dados analíticos para o processo são apresentados na tabela mostrada a seguir.



	SDA 15% Lote A	SDA 15% Lote B	SDA 15% Lote C (CO)	SDA 20% Lote A	SDA 20% Lote B (CO)	SDA 30%
<b>SEMENTE INTEGRAL – como recebida</b>						
Umidade, %	9,22	9,13	9,11	9,52	9,54	9,04
<b>Teor de óleo, %</b>	20,0	19,6	19,5	19,6	20,1	20,1
Clorofila, ppm	0,01	0,001	0,13	0,01	0,02	0,03
Composição de ácidos graxos, %						
C14 (Mirístico)	0,1	0,1	0,11	0,11	0,11	0,1
C16 ( <i>Palmitico</i> )	12,17	12,26	12,25	12,40	12,46	12,52
C16:1n7 ( <i>Palmitoléico</i> )	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15
C18 (Estérico)	3,94	3,94	3,98	3,98	4,0	4,1
C18:1n9 ( <i>Oléico</i> )	16,3	16,44	15,88	15,78	15,22	15,17
C18:1( <i>Octadecenóico</i> )	1,42	1,38	1,36	1,38	1,43	1,37
C18:2n6 ( <i>Linoléico</i> )	33,7	34,12	34,29	29,68	29,11	18,46
C18:3n6 ( <i>gama-linolênico</i> )	4,38	4,2	4,32	5,42	5,57	4,71
C18:3n3 ( <i>alfa-linolênico</i> )	11,59	11,72	11,62	11,04	11,24	12,78
C18:4n3 ( <i>octadecatetraenóico</i> )	14,73	14,24	14,57	18,54	19,18	28,92
C20 ( <i>Araquídico</i> )	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,38
C20:1n9 ( <i>Eicosenóico</i> )	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22
C22 ( <i>Beênico</i> )	0,32	0,32	0,33	0,32	0,32	0,34

	SDA 15% Lote A	SDA 15% Lote B	SDA 15% Lote C (CO)	SDA 20% Lote A	SDA 20% Lote B (CO)	SDA 30%
C24 (Lignocérico)	0,1	0,1	0,1	0,09	0,09	0,09
Outros	0,6	0,53	0,54	0,6	0,61	0,69
Tocoferóis, mg/100g						
<i>delta</i>	24,2	26,5	24,9	23,3	20,8	21,6
<i>gama</i>	100	103	102	95,7	103	102
<i>alfa</i>	19,4	20,3	19,6	19,1	21,1	21,9
Esteróis, mg/100g						
campesterol	94,3	99,5	95	99,3	99,6	100
estigamasterol	74,2	78,6	73	75,8	75,3	74,2
<i>B-sitosterol</i>	251	263	264	268	292	310
Fósforo, ppm	9,58	79,6	61,5	109	64,1	88,0
Ca, ppm	10,1	2,73	11,5	4,27	6,8	3,09
Mg, ppm	1,08	3,61	3,05	4,65	3,24	3,73
Fe, ppm	0,05	0,15	0,42	0,2	0,16	0,24
Cu, ppm	0,07	<0,05	<0,05	<0,05	0,06	<0,05

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
<b>1. ÓLEO BRUTO</b>						
Valor de peróxido, meq/kg	0,46	0,0	0,0	0,82	0,0	-
Cor, 1"	-	70Y 3,1R	70Y 3,5R	70Y 3,2R	70Y 3,1R	60Y 4,1R
Clorofila, ppm	-	0,085	0,08	0,118	0,109	0,11
Valor de anisidina	0,71	1,02	1,33	0,84	1,37	-
Composição de ácidos graxos, %						
C14 (Mirístico)	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11
C16 (Palmítico)	12,52	12,43	12,46	12,76	12,60	12,85
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,12	0,1	0,1	0,14	0,15
C18 (Estérico)	3,99	3,95	3,97	4,01	3,96	4,08
C18:1n9 (Oléico)	15,8	15,77	15,76	15,28	15,14	14,91
C18:1(Octadecenóico)	1,41	1,40	1,43	1,44	1,38	1,38
C18:2n6 (Linoléico)	34,14	33,96	33,92	29,27	29,21	18,82
C18:3n6 (gama-linolênico)	4,26	4,26	4,28	5,46	5,47	4,70
C18:3n3 (alfa-linolênico)	11,71	11,81	11,80	11,14	11,20	12,72
C18:4n3 (octadecatetraenóico)	14,53	14,76	14,75	18,91	19,24	28,62
C20 (Araquídico)	0,35	0,34	0,34	0,35	0,35	0,37
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22
C22 (Beênico)	0,33	0,33	0,32	0,33	0,33	0,34

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
C24 (Lignocérico)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,09
Outros	0,44	0,45	0,45	0,53	0,55	0,64
Tocoferóis, mg/100g						
<i>delta</i>	28,5	26,5	23,1	25,2	21,4	23,7
<i>gama</i>	116	111	116	132	113	111
<i>alfa</i>	21,4	20,9	21,2	25,7	22,2	23,8
Esteróis, mg/100g						
campesterol	106	105	107	132	109	116
estigamasterol	82,2	81,3	82,3	99,5	82,3	84,0
<i>B-sitosterol</i>	270	266	272	347	289	327
Fósforo, ppm	574	685	664	662	685	746
Ca, ppm	19,0	28,7	27,9	34,4	34,4	30,0
Mg, ppm	28,0	33,0	32,1	33,9	35,5	34,9
Fe, ppm	0,45	0,38	0,36	0,5	0,51	0,51
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
				0,096		

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
<b>2. ÓLEO DEGOMADO COM ÁCIDO</b>						
Ácido graxo livre, %	0,32	0,11	0,17	0,16	0,14	0,34
Fósforo, ppm	1,26	1,79	2,42	2,46	1,08	4,33
Ca, ppm	0,51	0,07	0,12	0,27	0,34	0,24
Mg, ppm	0,42	0,07	<0,04	0,17	0,18	<0,04
Fe, ppm	0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	0,06	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
<b>3. ÓLEO REFINADO / LAVADO</b>						
Ácido graxo livre, %	0,07	0,03	0,03	0,06	0,03	0,11
Valor de peróxido, meq/kg	0,62	0,32	0,32	1,02	0,3	0,32
Valor de anisidina	0,0	0,11	0,21	0,15	0,16	0,58
Sabão, ppm	0,0	0,0	0,0	8,4	0,0	0,0
Fósforo, ppm	1,04	0,94	<0,2	<0,2	0,85	2,16
Ca, ppm	0,31	0,21	0,25	0,15	0,17	0,16
Mg, ppm	0,5	<0,04	<0,04	<0,04	0,08	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
<b>4. ÓLEO ALVEJADO</b>						
Ácido graxo livre, %	0,17	0,07	0,07	0,07	0,05	-
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0	0,0	0,08	0,0	0,0
Cor, 51/4 <sup>'''</sup>	2,5Y 0,2R	2,8Y 0,2R	2,8Y 0,2R	3,0Y 0,2R	3,7Y 0,3R	3,4Y 0,2R
Clorofila, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Valor de anisidina	0,0	0,03	0,07	0,07	0,15	0,27
Sabão, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Composição de ácidos graxos, %						
C14 (Mirístico)	0,11	0,11	0,11	0,1	0,11	0,10
C16 (Palmítico)	12,34	12,32	12,33	12,40	12,53	12,62
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,1	0,13	0,1	0,14	0,14
C18 (Estérico)	3,99	3,98	3,95	4,00	3,98	4,09
C18:1n9 (Oléico)	15,91	15,88	15,84	15,34	15,26	14,91
C18:1(Octadecenóico)	1,34	1,41	1,40	1,41	1,40	1,40
C18:2n6 (Linoléico)	33,99	33,75	33,70	29,10	29,08	18,71
C18:3n6 (gama-linolênico)	4,28	4,28	4,28	5,51	5,50	4,72
C18:3n3 (alfa-linolênico)	11,74	11,78	11,77	11,19	11,16	12,72
C18:4n3 (octadecatetraenóico)	14,76	14,82	14,92	19,30	19,31	28,90

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
C20 (Araquídico)	0,35	0,35	0,34	0,36	0,35	0,37
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22
C22 (Beênico)	0,33	0,32	0,32	0,33	0,33	0,34
C24 (Lignocérico)	0,1	0,1	0,1	0,09	0,09	0,08
Outros	0,45	0,59	0,60	0,56	0,55	0,68
Fósforo ppm	<0,2	0,53	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ca, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
<b>5. ÓLEO RBD</b>						
Ácidos graxos livres, %	0,15	0,11	0,06	0,07	0,05	0,08
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0	0,0	0,0	0,18	0,0
Cor, 51/4"	1,1Y 0,0R	1,3Y 0,1R	1,3Y 0,0R	1,3Y 0,0R	1,7Y 0,1R	1,5Y 0,0R
Clorofila, ppm	0,0	0,0		0,0	0,0	0,0
Valor de anisidina	0,14	0,03	0,32	0,18	5,16	0,0

	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
Composição de ácidos graxos, %						
C14 (Mirístico)	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11
C16 (Palmitico)	12,32	12,34	12,34	12,50	12,54	12,62
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,10	0,1	0,12	0,14	0,14
C18 (Estérico)	3,97	3,97	3,98	4,00	3,98	4,10
C18:1n9 (Oléico)	15,83	15,90	15,97	15,34	15,30	15,00
C18:1(Octadecenóico)	1,39	1,42	1,34	1,40	1,38	1,35
C18:2n6 (Linoléico)	33,98	33,80	33,78	29,11	29,12	18,74
C18:3n6 (gama-linolênico)	4,29	4,28	4,28	5,51	5,50	4,73
C18:3n3 (alfa-linolênico)	11,74	11,78	11,76	11,16	11,16	12,72
C18:4n3 (octadecatetraenóico)	14,79	14,77	14,80	19,22	19,25	28,75
C20 (Araquídico)	0,35	0,35	0,35	0,36	0,35	0,38
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,21	0,21	0,21	0,20	0,21	0,25
C22 (Beênico)	0,33	0,33	0,33	0,32	0,33	0,34
C24 (Lignocérico)	0,1	0,1	0,1	0,09	0,09	0,08
Outros	0,49	0,54	0,55	0,56	0,54	0,69
Tocoferóis, mg/100g						
delta	24,1	24,6	22,6	22,6	24,1	17,1
gama	112	111	127	127,9	130	105
alfa	21,9	21,3	26,7	23,4	26,4	24,4



	SDA 15%	SDA 15%	SDA 15%	SDA 20%	SDA 20%	SDA 30%
	Lote A	Lote B	Lote C (CO)	Lote A	Lote B (CO)	
Esteróis, mg/100g						
campesterol	71,8	50	76,6	65,1	78,9	65,9
estigamasterol	49,3	32,0	51,0	41,8	50,6	38,3
<i>B-sitosterol</i>	222	178	246	237,2	260	236
Fósforo ppm	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ca, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05

Exemplo 35: Processamento em grande escala de sementes de canola com alto teor de SDA

[00157] A menos que indicado de outro modo, o processo do Exemplo 34 foi usado para processar as sementes de canola com alto teor de SDA.

[00158] Aproximadamente 2,5 kg de sementes foram triturados; os dados analíticos para a semente integral são apresentados abaixo. Quatro ensaios foram conduzidos por uso de técnicas de Schlenk, transferência em ausência de ar e/ou atmosfera protetora de nitrogênio. O uso de nitrogênio foi necessário quando possível durante quebra, extração, remoção de solvente, destilação e durante todas as etapas de refino.

[00159] Procedimentos e equipamento de laboratório gerais: Todas as operações são conduzidas em uma atmosfera inerte (sob uma purga ativa com nitrogênio) e utilizando um saco de luvas, quando possível. Todos os solventes e soluções são desgaseificados previamente com uma aspersão subsuperficial de nitrogênio.

[00160] Revenimento / secagem: Dependendo do teor de umidade da semente, a semente era temperada. Se o teor de umidade estiver abaixo de 7,0%, a semente é aspergida com água para obter um teor de umidade de aproximadamente 8%. Após aspersão com água, a semente era colocada em um recipiente e deixada equilibrar por um mínimo de 16 horas. Aproximadamente, 500 g de semente eram carregados no secador de leito fluidizado de laboratório. O secador foi ajustado para ter uma temperatura de entrada de ar de 55 - 60°C e operado por cerca de 10 - 15 minutos, para obter, particularmente, uma semente tendo um teor de umidade de 7,5 - 11%.

[00161] Esfoliação: A semente revenida foi esfoliada por uso de rolos de esfoliação de laboratório.

[00162] Cozimento: Canola (1 L) foi aquecida por cerca de 2 - 3

minutos com potência integral no forno de microondas de laboratório, para obtenção de temperaturas de 80 - 90°C. Depois, as sementes foram transferidas para o forno de convecção, aquecido a 95 - 100°C e mantido assim por 20 - 30 minutos.

[00163] Compressão: A semente esfoliada, cozida foi comprimida no aparelho de laboratório Gusta, a aproximadamente 5 kg/h. O óleo foi centrifugado para remover sólidos.

[00164] Extração com solvente: Cerca de 8 L de hexano fresco foram usados.

[00165] Mistura de óleos brutos: Os óleos brutos submetidos à prensa e os extraídos com solvente foram combinados.

[00166] Degomagem ácida: O óleo foi aquecido a  $53 \pm 2^\circ\text{C}$ .

[00167] Refino: O óleo degomado foi aquecido a  $65 \pm 5^\circ\text{C}$ . A mistura foi aquecida a  $75 \pm 5^\circ\text{C}$  e centrifugada.

[00168] Lavagem com água: O óleo foi aquecido a  $75 \pm 5^\circ\text{C}$ .

[00169] Alvejamento: O óleo foi aquecido em um reator Parr a  $62 \pm 2^\circ\text{C}$ , adicionando-se 1,5% de argila de alvejamento Supreme 167FF. Um vácuo foi aplicado e a mistura foi aquecida a  $110^\circ\text{C}$  e mantida assim por 30 minutos. A mistura foi depois resfriada a  $65^\circ\text{C}$  e filtrada usando auxiliar de filtração.

[00170] Desodorização: O óleo foi alimentado a um desodorizador de vidro de 2 L. O óleo foi aquecido a  $180^\circ\text{C}$ , com um tempo de retenção de 120 minutos. Uma aspensão de vapor foi adicionada a 3% peso/peso de óleo a  $100^\circ\text{C}$ . O óleo foi resfriado com aspensão a  $70^\circ\text{C}$ , antes de sair do desodorizador.

[00171] Os dados analíticos para o processo são apresentados na tabela abaixo.

		Semente N2
<b>1.0 Semente SDA</b>		
Umidade, %	5,92	
Teor de óleo, %	38,96	
<b>2.0 Semente SDA revenida</b>		
Umidade, %	7,68	7,73
<b>3.0 Óleo de prensa</b>		
Valor de peróxido, meq/kg	6,0	-
Ácido graxo livre, %	0,45	-
<b>4.0 Óleo de solvente</b>		
Valor de peróxido, meq/kg	2,46	2,54
valor de p-anisidina		1,97
<b>5.0 Óleo bruto</b>		
Valor de peróxido, meq/kg	4,4	
valor de p-anisidina	3,54	
Composição de ácidos graxos, %	(relativa)	
C14	0,08	0,07
C16	5,59	5,55
C16:1	0,47	0,4
C18	2,64	2,66
C18:1	34,57	35,44
C18:1 (isômero)	3,5	3,21
C18:2 (isômero)	2,21	2,25
C18:2	10,01	9,98
C18:3n6	20,3	20,33
C18:3n3	7,78	7,74
C18:4	9,46	9,29
C20	0,95	0,96
C20:1	0,81	0,79
C20:2	0,09	0,1

C22	0,40	0,4
C22:1n9	0,01	0,01
C24	0,24	0,24
C24:1	0,07	0,07
Outros	0,82	0,52
Clorofila, ppm	128	88,8
Cor, 1"	TDTR	TDTR

<b>6.0 Óleo degomado com ácido</b>		
Ácido graxo livre, %	0,69	0,69
P, ppm	120	301,6
<b>7.0 Óleo + H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>		
Ácido graxo livre, %	1,02	1,046
<b>8.0 Óleo lavado refinado</b>		(tratado com Trysil)
Ácido graxo livre, %	0,023	0,09
Sabão, ppm	24	655
P, ppm	6,78	1,46

<b>9.0 Óleo alvejado</b>		
Valor de peróxido, meq/kg	0,4	0,21
Ácido graxo livre, %	0,11	0,056
Clorofila, ppm (990)	0,282	0,096
Cor, 51/4"	70Y 4,5R	70Y 4,0R
Sabões, ppm	0,0	0,0
P, ppm	<0,2	<0,2
Ca, ppm	0,51	0,18
Na, ppm	<0,2	<0,20
Fe, ppm	0,1	0,03
Mg, ppm	0,1	<0,04
Cu, ppm	<0,05	<0,05
Composição de ácidos graxos, %	(relativa)	
C14	0,08	0,07
C16	5,42	5,36
C16:1	0,46	0,37

C18	2,61	2,61
C18:1	34,51	35,26
C18:1 (isômero)	3,44	3,01
C18:2 (isômero)	2,15	2,17
C18:2	10,08	10,01
C18:3n6	20,68	20,70
C18:3n3	7,87	7,84
C18:4	9,62	9,52
C20	0,96	0,95
C20:1	0,77	0,78
C20:2	0,1	0,1
C22	0,4	0,4
C22:1n9	<0,01	0,01
C24	0,24	0,23
C24:1	0,07	0,07
Outros	0,54	0,54
valor de p-anisidina	5,82	2,33

<b>10.0 Óleo RBD</b>		
Ácido graxo livre, %	0,08	0,056
Clorofila, ppm (990)	0,241	0,079
Cor, 51/4"	70Y 2,7R	70Y 1,2R
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0
Composição de ácidos graxos, %	(relativa)	
C14	0,08	0,07
C16	5,46	5,37
C16:1	0,45	0,38
C18	2,62	2,62
C18:1	34,66	35,24
C18:1 (isômero)	3,36	3,08
C18:2 (isômero)	2,14	2,17
C18:2	10,08	10,02
C18:3n6	20,64	20,66
C18:3n3	7,87	7,83
C18:4	9,58	9,46
C20	0,94	0,95
C20:1	0,78	0,8
C20:2	0,10	0,1

C22	0,41	0,41
C22:1n9	<0,01	<0,01
C24	0,25	0,23
C24:1	0,08	0,07
Outros	0,50	0,53
Valor de p-anisidina	5,10	2,47

Exemplo 36: Processamento de soja com alto teor de SDA em grande escala

[00172] A menos que indicado de outro modo, os grãos de soja foram processados como descrito no Exemplo 34. Nesse ensaio, cada parte de equipamento e solvente em contato com as partes comestíveis de sementes foram desgaseificados por vácuo ou por uma purga ativa de nitrogênio.

[00173] Os resultados analíticos para o processamento são os seguintes.

	Batelada nº 1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
0. SEMENTE INTEGRAL - como recebida									
Umidade, %	10,1	10,3	11,3	11,3	11,0	11,0 18,0	11,2 18,1	11,2 19,9	11,1 19,4
Teor de óleo, % (como tal)	18,0	18,0	17,9	18,0	17,7				
Composição de ácidos graxos, %						0,12	0,13	0,11	0,10
C14 (Mirístico)	0,16	0,12	0,12	0,12	0,12	12,42	12,42	12,40	12,31
C16 (Palmítico)	12,39	12,38	12,37	12,35	12,36	0,15	0,15	0,09	0,09
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	4,27	4,20	4,23	4,28
C18 (Estérico)	4,20	4,22	4,21	4,22	4,22	18,36	18,72	18,50	19,35
C18:1n9 (Oléico)	18,50	18,52	18,68	18,92	18,42	1,23	1,22	1,41	1,44
C18:1 (Octadecenóico)	1,32	1,24	1,26	1,31	1,34	24,11	23,81	24,16	24,34
C18:2n6 (Linoléico)	23,83	24,12	24,06	24,01	24,23	6,23	6,28	6,22	6,12
C18:3n6 (gama-linolênico)	6,23	6,20	6,24	6,16	6,22	10,14	10,17	10,07	10,02
C18:3n3 (alfa-linolênico)	10,10	10,15	10,14	10,12	10,16	21,29	21,20	21,08	20,36
C18:4n3 (Octadecatetraenóico)	21,28	21,11	21,11	20,94	21,01	0,36	0,36	0,36	0,36
C20 (Araquídico)	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,24	0,24	0,20	0,20
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,03	0,03	0,03	0,02
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,30	0,30	0,30	0,30
C22 (Beênico)	0,30	0,31	0,30	0,30	0,31	0,07	0,07	0,06	0,06
C24 (Lignocérico)	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,68	0,70	0,78	0,65
Outros	0,84	0,78	0,66	0,70	0,76				



2. ÓLEO DE SOJA BRUTO	Batelada nº1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,48	0,44	0,50	0,47	0,49	0,48	0,48	0,50	0,46
<i>Cor, 1"</i>	70Y 2,8R	70Y 2,6R	70Y 2,8R	70Y 2,7R	70Y 2,8R	70Y 2,6R	70Y 2,6R	70Y 2,3R	70Y 2,6R
<i>PV, meq/kg</i>	0,49	0,34	0,36	0,38	0,68	0,56	0,20	0,28	0,30
<i>Clorofila, ppm</i>	0,076	0,069	0,075	0,057	0,048	0,025	0,052	0,055	0,056
<i>Valor de anisidina</i>	0,89	0,69	0,70	0,61	0,67	0,73	0,60	0,47	0,85
<i>Fósforo, ppm</i>	1050	1050	1090	1090	1060	1060	1030	1050	962
<i>Ca, ppm</i>	97,6	94,1	114	109	109	103	112	99,3	101
<i>Mg, ppm</i>	74,1	73,6	87,5	86,9	85,3	83,4	88,2	80,7	80,2
<i>Fe, ppm</i>	1,93	0,87	1,84	0,72	0,47	0,43	0,45	0,49	0,64
<i>Cu, ppm</i>	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
<i>Na, ppm</i>	5,93	1,72	5,25	6,7	7,31	2,43	6,33	3,63	6,89
<i>Tocoferóis, mg/100g</i>									
<i>delta</i>	27,6	27,4	26,2	26,8	26,0	25,3	25,9	25,2	24,9
<i>gama</i>	96,5	95,1	94,4	95,9	93,8	92,8	91,5	91,4	90,4
<i>alfa</i>	11,8	11,4	11,6	11,7	11,4	11,3	11,2	11,2	11,1
<i>Esteróis, mg/100g</i>									
<i>campesterol</i>	76,2	74,2	77,5	75,1	73,8	72,9	71,8	71,5	71,0
<i>estigamasterol</i>	63,3	61,4	63,6	62,0	61,2	61,1	59,7	59,4	58,9
<i>B-sitosterol</i>	220,4	214,1	224,4	222,1	217,4	216,9	213,0	213,0	211,1
<i>FAC, %</i>									
<i>C14 (Mirístico)</i>	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,08	0,09
<i>C16 (Palmitico)</i>	12,62	12,55	12,55	12,54	12,56	12,60	12,67	12,60	12,58
<i>C16:1n7 (Palmitoléico)</i>	0,15	0,15	0,14	0,15	0,15	0,15	0,10	0,09	0,09

2. ÓLEO DE SOJA BRUTO	Batelada nº1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
C18 (Estérico)	4,28	4,26	4,25	4,25	4,26	4,28	4,26	4,25	4,25
<i>C18:1n9 (Oléico)</i>	18,70	18,64	18,59	18,52	18,60	18,72	18,50	18,52	18,46
<i>C18:1 (Octadecenóico)</i>	1,31	1,32	1,26	1,34	1,27	1,25	1,48	1,46	1,44
<i>C18:2n6 (Linoléico)</i>	24,46	24,38	24,41	24,44	24,46	24,54	24,53	24,51	24,48
<i>C18:3n6 (gama-linolênico)</i>	6,12	6,13	6,16	6,15	6,14	6,13	6,16	6,18	6,18
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	10,18	10,20	10,20	10,19	10,18	10,17	10,06	10,06	10,10
<i>C18:4n3 (Octadecatetraenóico)</i>	20,48	20,67	20,70	20,73	20,67	20,48	20,52	20,65	20,76
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,35	0,36
<i>C20:1n9 (Eicosenóico)</i>	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,18	0,18	0,18
<i>C20:2n6 (Eicosadienóico)</i>	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02
<i>C22 (Beênico)</i>	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,30	0,30
<i>C24 (Lignocérico)</i>	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,06	0,05	0,06
Outros	0,60	0,60	0,64	0,59	0,61	0,57	0,69	0,70	0,65

<b>3. ÓLEO DEGOMADO COM ÁCIDO</b>	<b>Batelada nº1</b>	<b>Batelada nº2</b>	<b>Batelada nº3</b>	<b>Batelada nº4</b>	<b>Batelada nº5</b>	<b>Batelada nº6</b>	<b>Batelada nº7</b>	<b>Batelada nº8</b>	<b>Batelada nº9</b>
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,83	0,13	0,21	0,47	0,43	0,29	0,27	0,38	0,95
<i>Fósforo, ppm</i>	930	81,7	214	97,8	467	271	277	428	1100
Ca, ppm	90,9	8,4	23,0	10,7	49,6	28,4	30,5	40,1	108
Mg, ppm	72,2	6,21	17,4	8,11	38,3	23,1	23,3	32,8	86,3
Fe, ppm	0,84	0,08	0,31	0,10	0,23	0,14	0,13	0,16	0,72
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Na, ppm	4,87	3,52	2,14	1,09	2,26	0,62	2,41	2,12	4,63

<b>4. ÓLEO REFINADO / LAVADO</b>	<b>Batelada nº1</b>	<b>Batelada nº2</b>	<b>Batelada nº3</b>	<b>Batelada nº4</b>	<b>Batelada nº5</b>	<b>Batelada nº6</b>	<b>Batelada nº7</b>	<b>Batelada nº8</b>	<b>Batelada nº9</b>
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,05	0,05	0,04	0,03	0,06	0,03	0,03	0,05	0,13
Sabões, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
<i>Fósforo, ppm</i>	3,07	0,97	1,12	1,30	0,80	0,89	0,24	0,58	0,72
Ca, ppm	0,21	0,1	0,1	0,11	0,10	0,14	0,05	0,12	0,10
Mg, ppm	0,37	0,06	0,06	0,07	0,07	0,06	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Na, ppm	1,06	<0,02	0,58	0,34	0,44	0,31	<0,20	0,25	<0,200

5.0 ÓLEO ALVEJADO	Batelada nº1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
Ácido graxo livre, %	0,08	0,08	-	-	0,06	-	-	-	0,08
PV, meq/kg	0,0	0,0	0,18	0,10	0,18	0,12	0,12	0,14	0,18
Cor, 51/4"	4,8Y 0,3R	3,8Y 0,3R	6Y 0,2R	6,8Y 0,3R	4,9Y 0,4R	4,0Y 0,3R	3,9Y 0,2R	4,7Y 0,3R	9,9Y 0,3R
Clorofila, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fósforo, ppm	1,32	<0,2	0,22	<0,20	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ca, ppm	<0,04	<0,04	0,08	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Na, ppm	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20
Sabões, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Valor de anisidina	0,05	0,0	0,16	0,01	0,16	0,11	0,31	0,03	0,15
FAC, %									
C14 (Mirístico)	0,09	0,08	0,08	0,10	0,09	0,08	0,08	0,08	0,09
C16 (Palmítico)	12,34	12,31	12,34	12,39	12,33	12,34	12,34	12,36	12,35
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,14	0,14	0,09	0,10	0,09	0,09	0,14	0,14	0,12
C18 (Estérico)	4,25	4,24	4,23	4,24	4,22	4,25	4,25	4,24	4,24
C18:1n9 (Oléico)	18,76	18,80	18,62	18,62	18,53	18,64	18,29	18,34	18,49
C18:1 (Octadecenóico)	1,32	1,30	1,44	1,46	1,46	1,42	1,75	1,72	1,48
C18:2n6 (Linoléico)	24,13	24,06	24,12	24,12	24,10	24,14	24,06	24,02	24,10
C18:3n6 (gama-linolênico)	6,18	6,18	6,25	6,23	6,25	6,23	6,25	6,24	6,24

5.0 ÓLEO ALVEJADO	Batelada nº1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	10,15	10,14	10,02	10,01	10,03	10,04	9,97	9,97	10,03
<i>C18:4n3 (Octadecatetraenóico)</i>	21,10	21,16	21,20	21,14	21,28	21,21	21,20	21,24	21,28
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,37	0,36	0,36	0,36	0,35	0,35	0,34	0,33	0,36
<i>C20:1n9 (Eicosenóico)</i>	0,22	0,21	0,17	0,19	0,17	0,17	0,16	0,16	0,17
<i>C20:2n6 (Eicosadienóico)</i>	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,03	0,03	0,03
<i>C22 (Beênico)</i>	0,30	0,30	0,29	0,30	0,29	0,29	0,28	0,28	0,29
<i>C24 (Lignocérico)</i>	0,07	0,07	0,05	0,06	0,05	0,06	0,04	0,06	0,07
Outros	0,55	0,62	0,71	0,65	0,73	0,67	0,82	0,79	0,66

6. ÓLEO DE SOJA RBD	Batelada nº1	Batelada nº2	Batelada nº3	Batelada nº4	Batelada nº5	Batelada nº6	Batelada nº7	Batelada nº8	Batelada nº9
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,06	0,08	0,04	0,04	0,05	0,06	0,04	0,06	0,08
<i>PV, meq/kg</i>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
<i>Cor, 51/4"</i>	2,3Y 0,0R	1,8Y 0,1R	2,5Y 0,2R	2,9Y 0,2R	2,1Y 0,0R	1,8Y 0,2R	1,8Y 0,1R	2,2Y 0,1R	4,2Y 0,2R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
<i>Valor de anisidina</i>	0,09	0,18	0,0	0,16	0,11	0,25	0,26	0,18	0,28
<i>Tocoferóis, mg/100g</i>									
<i>delta</i>	22,9	22,6	23,5	24,2	23,4	24,1	22,2	24,0	26,4
<i>gama</i>	96,2	94,3	94,8	95,1	93,8	94,4	93,0	94,4	94,9
<i>alfa</i>	12,3	12,3	12,1	12,1	12,0	12,1	12,1	12,1	11,8
<i>Esteróis, mg/100g</i>									
<i>campesterol</i>	62,8	56,9	53,2	53,1	51,5	51,6	52,9	48,4	53,7

estigmasterol	50,7	43,6	40,2	39,9	38,4	38,0	40,0	35,1	41,3
<i>B-sitosterol</i>	199,0	185,9	182,2	181,8	178,6	177,6	180,2	170,4	180,2
FAC, %									
C14 (Mirístico)	0,14	0,09	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
C16 (Palmítico)	12,34	12,34	12,36	12,35	12,36	12,36	12,36	12,41	12,37
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,14	0,09	0,09	0,09	0,09	0,15	0,15	0,12
C18 (Estérico)	4,25	4,25	4,24	4,24	4,24	4,24	4,26	4,26	4,25
C18:1n9 (Oléico)	18,76	18,90	18,66	18,68	18,63	18,64	18,34	18,41	18,53
C18:1 (Octadecenóico)	1,32	1,25	1,46	1,42	1,42	1,41	1,73	1,74	1,48
C18:2n6 (Linoléico)	24,14	24,09	24,16	24,15	24,16	24,15	24,10	24,10	24,14
C18:3n6 (gama-linolênico)	6,22	6,18	6,24	6,24	6,24	6,22	6,24	6,22	6,23
C18:3n3 (alfa-linolênico)	10,16	10,14	10,00	10,02	10,02	10,02	9,98	9,96	10,02
C18:4n3 (Octadecatetraenóico)	21,12	21,06	21,08	21,15	21,15	21,12	21,11	21,07	21,18
C20 (Araquídico)	0,37	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,33	0,33	0,35
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,21	0,23	0,19	0,17	0,17	0,21	0,16	0,16	0,17
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,03	0,03	0,02	0,03
C22 (Beênico)	0,30	0,30	0,29	0,29	0,30	0,30	0,28	0,28	0,30
C24 (Lignocérico)	0,07	0,07	0,04	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05	0,07
Outros	0,47	0,57	0,72	0,68	0,70	0,71	0,80	0,76	0,68

**Exemplo 37:** Processamento de canola com alto teor de SDA em grande

[00174] As sementes de canola com alto teor de SDA foram processadas de acordo com o processo no Exemplo 36. Várias condições do desodorizador foram usadas, como descrito abaixo.

	Canola revenida	Canola esfoliada	Bolo de prensa	Óleo de prensa	Óleo de canola bruto	Óleo alvejado
Composição de ácidos graxos, %						
C12 (Láurico)	0,01		0,01		0,01	
C14 (Mirístico)	0,08		0,08	0,07	0,07	0,07
C16 (Palmítico)	5,23		5,62	5,22	5,26	4,94
C16:1 (Trans-hexadecanóico)	<0,01		<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,45		0,62	0,38	0,41	0,40
C18 (Esteárico)	3,00		3,07	3,06	3,04	2,88
C18:1 (Trans-Octadecenóico)	0,05		0,05	0,06	0,05	0,06
C18:1n9 (Oléico)	53,61		53,62	54,73	54,41	53,59
C18:2(Trans- octadecadienóico)	4,18		4,26	4,61	4,46	4,50
C18:2n6 (Linoléico)	6,7		6,23	5,88	6,12	6,35
C18:3 (Trans- octadecatrienóico)	0,15		0,19	0,13	0,14	0,12
C18:3n6 (gama-linolênico)	7,41		6,35	7,04	7,11	7,54

118/157

	Canola revenida	Canola esfoliada	Bolo de prensa	Óleo de prensa	Óleo de canola bruto	Óleo alvejado
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	6,06		6,08	5,80	5,82	6,07
<i>C18:4n3 (Trans- Octadecatetraenóico)</i>	0,15		0,16	0,16	0,16	0,22
<i>C18:4n3 (octadecatetraenóico)</i>	9,0		9,48	9,18	9,00	9,85
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,88		0,9	0,9	0,90	0,85
C20:1n9 (Eicosenóico)	1,26		1,22	1,21	1,28	1,03
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,06		0,05	0,05	0,05	0,05
C22 (Beênico)	0,46		0,49	0,47	0,47	0,44
C22:1n9 (Erúcico)	0,01		0,02	0,07	0,01	0,06
C24 (Lignocérico)	0,23		0,26	0,22	0,22	0,20
C24:1n9 (Nervônico)	0,09		0,1	0,08	0,09	0,08
Outros	0,93		1,14	0,68	0,92	0,70
Umidade, %	7,72		8,12			
781 Teor de óleo, %	36,5		17,19 (média)			
782 Cinza, %	4,3		5,64			
783 Fibra bruta, %	5,83		7,04			
784 Proteína, %	25,2		33,4			



	Canola revenida	Canola esfoliada	Bolo de prensa	Óleo de prensa	Óleo de canola bruto	Óleo alvejado
valor de p-anisidina			6,96	5,26	4,61	3,84
Valor de peróxido, meq/kg			3,74	1,9	7,27	0,26
Tocoferóis, mg/100g						
<i>delta</i>			0,44		0,75	0,75
gama			24,5		27,2	25,6
alfa			28,2		25,4	26,9
Fósforo, ppm		7168,8	10052,3	595,6	667,1	<0,2
Ca, ppm		4412,0	5705	451,5	288,7	<0,04
Mg, ppm		5893,3	7725,3	147,6	119,6	0,1
Fe, ppm		<0,02	<0,2	3,77	3,7	<0,02
Cu, ppm		3,23	4,76	0,36	0,21	<0,05
Na, ppm		259,7	434,0	34,04	6,4	<0,20

120/157

11. Óleo de canola RDB	Ensaio (18/225)	Ensaio (30/225)	Ensaio (18/245)	Mistura SDA
Ácidos graxos livres, %	0,19	0,17	0,16	0,22
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0	0,0	0,28
valor de p-anisidina	3,01	2,88	2,82	3,02
Clorofila, ppm	0,45	0,46	0,46	0,45
Cor, 51/4"	70Y 4.0R	70Y 3.2R	70Y 3.1R	70 Y 6.6R
Ácido cítrico, ppm	<10	<10	<10	
Esteróis, mg/100g				
brassicasterol	80,6	81,5	78,8	
campesterol	225,2	231	222	
estigmasterol	5,52	5,44	5,16	
B-sitosterol	401	410	400	
Tocoferóis, mg/100g				
delta	1,25	1,20	1,23	
gama	26,5	24,5	26,4	
alfa	24,0	22,8	23,7	
Composição de ácidos graxos, %				
C14 (Mirístico)	0,07	0,07	0,07	0,07
C16 (Palmítico)	4,7	4,7	4,71	4,7

<b>11. Óleo de canola RDB</b>	<b>Ensaio (18/225)</b>	<b>Ensaio (30/225)</b>	<b>Ensaio (18/245)</b>	<b>Mistura SDA</b>
<i>C16:1 (Trans-hexadecanóico)</i>	0,02	0,02	0,02	0,02
<i>C16:1n7 (Palmitoléico)</i>	0,41	0,41	0,41	0,41
<i>C18 (Esteárico)</i>	2,57	2,58	2,58	2,58
<i>C18:1 (Trans-Octadecenóico)</i>	0,06	0,07	0,06	0,06
<i>C18:1n9 (Oléico)</i>	50,91	50,84	51,07	50,96
<i>C18:1 Octadecenóico</i>	3,72	3,73	3,66	3,66
<i>C18:2 (Trans-octadecadienóico)</i>	0,06	0,07	0,06	0,06
<i>C18:2 (Trans-pico único)</i>	3,31	3,31	3,32	3,32
<i>C18:2n6 (Linoléico)</i>	10,25	10,19	10,22	10,18
<i>C18:3 (Trans-octadecatrienóico)</i>	0,68	0,68	0,70	0,64
<i>C18:3n6 (gama-linolênico)</i>	5,50	5,51	5,49	5,55
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	6,84	6,79	6,80	6,84
<i>C18:4n3 (Trans-Octadecatetraenóico)</i>	0,15	0,18	0,18	0,16
<i>C18:4n3 (octadecatetraenóico)</i>	7,18	7,18	7,13	7,31
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,79	0,80	0,80	0,79
<i>C20:1n9 (Eicosenóico)</i>	1,15	1,15	1,16	1,11
<i>C20:2n6 (Eicosadienóico)</i>	0,06	0,06	0,06	0,06
<i>C22 (Beênico)</i>	0,42	0,43	0,42	0,42

<b>11. Óleo de canola RDB</b>	<b>Ensaio (18/225)</b>	<b>Ensaio (30/225)</b>	<b>Ensaio (18/245)</b>	<b>Mistura SDA</b>
C22:1n9 (Erúcico)	0,08	0,06	0,06	0,04
C24 (Lignocérico)	0,20	0,19	0,19	0,19
C24:1n9 (Nervônico)	0,12	0,12	0,12	0,12
Outros	0,74	0,86	0,71	0,75

Exemplo 38: Processamento de soja de baixo teor de ALA em grande escala

[00175] Trituração: Os grãos de soja (~ 15 MT) foram triturados usando um moinho de trituração Ferrell Ross, com os seguintes parâmetros: o ajuste do vão foi de 10, a velocidade do rolo foi de 700 rpm para o rolo grosseiro e de 1.100 rpm para o rolo de passo fino, e a taxa de alimentação foi de  $150 \pm 10$  kg/h. Rolos de trituração: rolos de trituração Ferrell-Ross 30,5 cm x 25,4 cm de diâmetro. O rolo de rpm (rotações por minuto) mais baixas tem 3,15 dentes por centímetro (8 dentes por polegada) e o rolo mais rápido tem 4 dentes por centímetro (10 dentes por polegada).

[00176] Aspiração: Os grãos de soja triturados foram aspirados usando um aspirador Kice, operando a uma condição de vácuo de 3,05 centímetros (1,2 polegada) de água.

[00177] Peneiramento: As cascas foram peneiradas usando uma peneira de 14 malhas, para recuperar os finos. Os finos recuperados foram realimentados lentamente ao condicionador, juntamente com as partes comestíveis aspiradas trituradas. Uma aspersão de nitrogênio foi aplicada aos finos, na medida em que eles saíam da peneira. Peneirador: Peneirador Rotex de plataforma única, modelo nº111, tipo A-MS/Ms, 56 centímetros x 94 centímetros (22 polegadas x 37 polegadas), de plataforma única, totalmente fechado.

[00178] Condicionamento: O cozinhador foi preaquecido antes do início do ensaio. As pressões de vapor foram ajustadas enquanto em operação, para manter a temperatura desejada. As temperaturas nas bandejas foram as seguintes: a temperatura da bandeja de topo era a ambiente (sem aquecimento); o nível da bandeja de topo foi nenhum (orifício deixado aberto); a temperatura da bandeja de fundo foi de  $50 \pm 5^\circ\text{C}$ , e o nível da bandeja de fundo foi de aproximadamente metade de todo. Cozinhador: Cozinhador Simon-Rosedown de duas bandejas.

Cada compartimento era de uma altura de 36 cm (altura operacional de 21 cm), 91 cm em diâmetro e equipado com braço de movimento intenso para agitação do material. O vapor é usado na camisa para aquecimento seco, bem como vapor direto pode ser adicionado ao conteúdo do recipiente. O cozinhador descarrega produto nos rolos de esfoliação.

[00179] Esfoliação: A soja cozida foi esfoliada por uso de rolo com ajuste de vão de 0,2 mm. A espessura de floco dos flocos de soja variou entre 0,17 - 0,30 mm. Uma aspersão de nitrogênio foi aplicada aos flocos, na medida em que deixavam o esfoliador. As caçambas contendo os flocos foram aspergidos com nitrogênio, antes de vedação, e depois transportados para o Inflamável 1. Esfoliador: moinho de esfoliação Lauhoff Flakmaster de 35,6 centímetros (14 polegadas) de diâmetro x 71,1 centímetros (28 polegadas) de largura, modelo S-28, Nº de série 7801, fabricado pela Lauhoff Corporation.

[00180] Extração por solvente: Os flocos de soja foram extraídos com isoexano, usando um tempo de residência total de aproximadamente 37 minutos (do início ao fim de circuito fechado), uma relação de solvente para sólido de aproximadamente 1,5:1 (peso:peso) e a temperatura do bolo de  $52 \pm 3^{\circ}\text{C}$ . (A taxa de alimentação de flocos de soja foi de aproximadamente 135 kg/h, a um tempo de retenção de 37 minutos, e a vazão do solvente foi de  $205 \pm 3$  kg/h). Uma aspersão de nitrogênio foi aplicada aos flocos no alimentador de alimentação do extrator com solvente. O óleo bruto foi submetido a uma etapa de remoção de solvente em um evaporador de filme ascendente e um removedor de vapor. O óleo foi depois seco a vácuo em um reator 2600 L, a  $70 \pm 5^{\circ}\text{C}$  por 3 horas. O óleo seco foi transferido para a planta piloto de óleo e armazenado em tanques de aço inoxidável cobertos, sob uma aspersão de nitrogênio, até processamento do óleo. A remoção de solvente do bagaço (sólidos de hexano) foi feita em uma rosca Schnecken com camisa de vapor e um removedor de solvente - tostador de 2 bandejas.

Uma amostra de ~ 10 kg de flocos brancos foi tirada do DT, antes do ajuste do DT às seguintes condições: Schnecken, < 60°C; vapor de aspersão, 5 kg/h para a bandeja após remoção de solvente; bandeja do removedor de solvente,  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ ; bandeja de tostadura,  $102 \pm 3^\circ\text{C}$ .

[00181] Extrator: Extrator de circuito fechado Crown Iron Works todo em aço inoxidável (tipo II). O leito de extração foi de 20,3 cm de largura x 12,7 cm de profundidade, por 680 cm em comprimento. Além disso, a unidade inclui a remoção de solvente de bolo, por uso de um evaporador de filme ascendente e um extrator de vapor e remoção de solvente de bagaço (sólidos mais solvente), por uso de uma rosca Schnecken com camisa de vapor e um removedor de solvente - tostador de 2 bandejas. O solvente recuperado foi coletado e reciclado. Recipiente de pressão: recipiente de pressão de aço inoxidável DeLaval 2600 L, camisa de vapor ou água de resfriamento, todas as construções em aço inoxidável 316, com propulsores e aletas para mistura.

[00182] Degomagem com água: O óleo bruto foi aquecido a  $50 \pm 3^\circ\text{C}$  e 2,0% de água abrandada aquecida ( $68 \pm 3^\circ\text{C}$ ) foram adicionados por aproximadamente 30 minutos. O óleo foi aquecido a  $67 \pm 3^\circ\text{C}$ , antes da centrifugação. Centrífuga: Westfalia modelo RSC 25-01-006, 1.500 kg/h.

[00183] Pré-tratamento / refino com ácido: O óleo degomado foi aquecido a  $63 \pm 2^\circ\text{C}$  e 0,1% de ácido fosfórico a 85% foi adicionado e recirculado por um misturador em linha estático, por aproximadamente 30 minutos. Após um tempo de retenção de 30 minutos, hidróxido de sódio 12 °Bé foi adicionado para neutralizar os ácidos graxos livres mais um excesso de 0,05% (peso/peso). A substância cáustica e o óleo foram então misturados por aproximadamente 15 minutos em um tanque, antes da centrifugação. O óleo foi aquecido a  $73 \pm 3^\circ\text{C}$ , antes da centrifugação. Misturador estático: misturador estático de 2,54 centímetros (1 polegada) Lightning, configuração turbulenta. Centrífuga:

Westfalia modelo RSC 25-01-006, 1.500 kg/h.

[00184] Lavagem com água: O óleo refinado foi aquecido a  $73 \pm 3^{\circ}\text{C}$  e aproximadamente 10% de água a  $92 \pm 3^{\circ}\text{C}$  adicionados. Após 10 minutos de mistura no tanque, o óleo e a água foram separados por centrifugação. Filtro-prensa: T. Shriver & Co. Ltd., 30,5 centímetros (12 polegadas), capacidade de 28 L, filtro-prensa de aço inoxidável, filtro de papel e suportes de pano foram usados. Centrífuga: Westfalia modelo RSC 25-01-006, 500 kg/h.

[00185] Alveamento: O óleo lavado com água foi aquecido a  $60 \pm 3^{\circ}\text{C}$  e 0,2% (peso/peso) de uma solução de ácido cítrico a 50% foi adicionado. Após 15 minutos de mistura, 0,2% (peso/peso) de TriSyl 615 foi adicionado. Após outros 15 minutos de mistura, adicionou-se 1,0% (peso/peso) de argila alvejante grau 105. A mistura foi depois aquecida a  $110 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , sob vácuo, e mantida assim por aproximadamente 30 minutos. O óleo foi resfriado a  $72 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , o vácuo quebrado com nitrogênio, aproximadamente 0,2% de auxiliar de filtração adicionado e filtrado. Recipiente de pressão: recipiente de pressão de aço inoxidável DeLaval 2600 L, camisa de vapor ou água de resfriamento, toda a construção em aço inoxidável 316 com impulsor e aletas para mistura. Filtro-prensa: Filtro-prensa Sperry de polipropileno de 61 centímetros (24 polegadas), filtro de capacidade de 136 litros (4,8 pés cúbicos), papel e suportes de pano foram usados.

[00186] Desodorização: O óleo foi desodorizado a  $255 \pm 3^{\circ}\text{C}$  com um tempo de retenção de aproximadamente 30 minutos, por uso de um desodorizador de torre recheada Alfa Laval. A taxa de alimentação foi de aproximadamente 200 kg/h, o vapor de extração foi de aproximadamente 2,0 kg/h e a pressão absoluta, na parte de topo da coluna, foi entre 200,0 - 266,6 MPa (1,5 - 2,0 mm Hg). O desodorizador foi aquecido por uso de um óleo de girassol com alto teor de ácido oléico, e aproximadamente 52 kg do óleo de soja foram usados para



limpar o desodorizado (transição), antes de coletar o produto. Os primeiros 5 baldes de óleo, após transição, foram realimentados no desodorizador. O óleo foi resfriado a  $< 45^{\circ}\text{C}$ , antes de sair do desodorizador. Antes da embalagem, 0,1% de Tenox 20 foi adicionado ao óleo. O produto foi embalado, sob nitrogênio, em tambores plásticos e baldes plásticos de 20 L. Desodorizador: desodorizador de coluna recheada com filme fino todo em aço inoxidável de 300 kg/h, produzido pela Alfa Laval.

[00187] Não houve quaisquer anomalias de processamento na extração dos flocos de soja ou nas degomagem, refino, alveamento e desodorização do óleo.

[00188] Na lavagem com água do óleo refinado, tipicamente, 15% de água quente são adicionados ao óleo. Devido à restrição do fluxo de água, apenas  $\sim 10\%$  de água quente puderam ser adicionados ao óleo. Os sabões no óleo lavado estavam  $> 100$  ppm, o que é muito alto. Em vez de lavar novamente o óleo, o óleo foi passado por um filtro-prensa pré-revestido com 8 kg de TriSyl 615 e 2 kg de auxiliar de filtração. Isso reduziu o teor de sabão do óleo a  $< 50$  ppm.

[00189] Os dados analíticos coletados nas amostras podem ser encontrados na tabela apresentada a seguir.

<b>0. SEMENTE INTEGRAL - como recebida</b>	
Umidade, %	6,52
Teor de óleo, % (as is)	21,52
<b>1. FLOCO BRANCO DESENGORDURADO</b>	
Teor de óleo, % (média de 22 amostras)	0,45
<b>2. ÓLEO DE SOJA BRUTO</b>	
Ácido graxo livre, %	0,16
Valor de peróxido, meq/kg	0,0
Cor, 1"	70Y 3.2R

<i>Clorofila, ppm</i>	0,037
Valor de iodo	124,7
Óleo neutro, %	98,61
Valor de anisidina	0,14
P, ppm	305,3
Ca, ppm	7,66
Mg, ppm	17,8
Fe, ppm	0,18
Cu, ppm	<0,05
Na, ppm	0,26
Tocoferóis, mg/100g	
<i>delta</i>	24,4
<i>gama</i>	96,7
<i>alfa</i>	8,5
Esteróis, mg/100g	
campesterol	91,6
estigamasterol	78,9
<i>B-sitosterol</i>	158,6
Composição de ácidos graxos, %	
C14 (Mirístico)	0,07
C16 ( <i>Palmítico</i> )	10,60
C16:1n7 ( <i>Palmitoléico</i> )	0,1
C18 (Estérico)	4,83
C18:1n9 ( <i>Oléico</i> )	22,64
C18:1( <i>Octadecenóico</i> )	1,16
C18:2n6 ( <i>Linoléico</i> )	56,73
C18:3n3 ( <i>alfa-linolênico</i> )	2,60
C20 ( <i>Araquídico</i> )	0,35
C20:1n9 ( <i>Eicosenóico</i> )	0,19
C22 ( <i>Beênico</i> )	0,34
C24 ( <i>Lignocérico</i> )	0,11
Outros	0,28

<b>4. ÓLEO DEGOMADO</b>	
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,04
Valor de peróxido, meq/kg	0,21
<b>Cor, 51/4"</b>	70Y 8.9R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,035
P, ppm	8,3
Ca, ppm	1,59
Mg, ppm	2,29
Fe, ppm	<0,02
Na, ppm	<0,20
<b>Cu, ppm</b>	0,1
Composição de ácidos graxos, %	
C14 (Mirístico)	0,07
C16 (Palmítico)	10,55
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1
C18 (Estérico)	4,81
C18:1n9 (Oléico)	22,69
C18:1(Octadecenóico)	1,15
C18:2n6 (Linoléico)	56,73
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,60
C20 (Araquídico)	0,35
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,19
C22 (Beênico)	0,33
C24 (Lignocérico)	0,11
Outros	0,32

<b>5. REFINADO / LAVADO / TRISYL</b>		
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,03	
<b>Sabões, ppm</b>	9,1	
Composição de ácidos graxos, %		
C14 (Mirístico)	0,07	
C16 (Palmítico)	10,55	

<i>C16:1n7 (Palmitoléico)</i>	0,1	
<i>C18 (Estérico)</i>	4,82	
<i>C18:1n9 (Oléico)</i>	22,72	
<i>C18:1(Octadecenóico)</i>	1,14	
<i>C18:2n6 (Linoléico)</i>	56,74	
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	2,60	
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,35	
<i>C20:1n9 (Eicosenóico)</i>	0,19	
<i>C22 (Beênico)</i>	0,34	
<i>C24 (Lignocérico)</i>	0,10	
Outros	0,28	

<b>6. ÓLEO ALVEJADO</b>	<b>Batelada nº1</b>	<b>Batelada nº2</b>
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,16	0,16
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0
<b>Cor, 51/4"</b>	2.1Y 0.2R	2.1Y 0.1R
<i>Sabões, ppm</i>	0,0	0,0
<i>Valor de anisidina</i>	0,2	0,18
<i>Clorofila, ppm</i>	0,0	0,0
P, ppm	<0,2	<0,2
Ca, ppm	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02
Na, ppm	<0,20	<0,2
<b>Cu, ppm</b>	<0,05	<0,05
Composição de ácidos graxos, %		
<i>C14 (Mirístico)</i>	0,07	
<i>C16 (Palmítico)</i>	10,56	
<i>C16:1n7 (Palmitoléico)</i>	0,1	
<i>C18 (Estérico)</i>	4,83	
<i>C18:1n9 (Oléico)</i>	22,76	
<i>C18:1(Octadecenóico)</i>	1,12	

<i>C18:2n6 (Linoléico)</i>	56,66	
<i>C18:3n3 (alfa-linolênico)</i>	2,59	
<i>C20 (Araquídico)</i>	0,35	
<i>C20:1n9 (Eicosenóico)</i>	0,17	
<i>C22 (Beênico)</i>	0,34	
<i>C24 (Lignocérico)</i>	0,11	
Outros	0,34	
Tocoferóis, mg/100g		
<i>delta</i>	23,4	
<i>gama</i>	89,3	
<i>alfa</i>	8,4	
Esteróis, mg/100g		
<i>campesterol</i>	58,4	
<i>estigamasterol</i>	44,0	
<i><math>\beta</math>-sitosterol</i>	119,2	

<b>7. ÓLEO DE SOJA RDB</b>	<b>P</b>	<b>A</b>
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,03	0,03
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,8
<b>Cor, 51/4"</b>	0.9Y 0.0R	6.7Y 1.1R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,0	0,0
<i>Valor de anisidina</i>	0,41	1,72
Rancimat, h	19,4	17,8
TBHQ, ppm	160	200
Tocoferóis, mg/1000g		
<i>delta</i>	170	104
<i>gama</i>	722	425
<i>alfa</i>	73	43,5
Esteróis, mg/1000g		
<i>campesterol</i>	519	534
<i>estigamasterol</i>	387	435

<i>B-sitosterol</i>	1127	1226
Composição de ácidos graxos, %		
C14 (Mirístico)	0,07	0,08
C16 (Palmítico)	10,55	10,19
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,13
C18 (Estérico)	4,83	4,62
C18:1n9 (Oléico)	22,81	-
C18:1(Octadecenóico)	1,13	26,12
C18:2n6 (Linoléico)	56,65	52,96
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,53	1,89
C20 (Araquídico)	0,35	0,36
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,17	0,19
C22 (Beênico)	0,33	0,34
C24 (Lignocérico)	0,10	0,12
Outros	0,38	-
Ácidos graxos trans, %	0,48	2,22

<b>8. DIVERSOS</b>				
Composição de ácidos graxos, %	<b>Flocos 4216X-T2513</b>	<b>Flocos 2264X-T0552</b>	<b>Flocos 6254X-T0302</b>	<b>Flocos 2546X-T3014</b>
C14 (Mirístico)	0,08	0,07	0,08	0,07
C16 (Palmítico)	10,49	10,52	10,57	10,56
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,1	0,1	0,1
C18 (Estérico)	4,75	4,80	4,82	4,79
C18:1n9 (Oléico)	22,53	22,67	22,63	22,69
C18:1(Octadecenóico)	1,2	1,15	1,2	1,2
C18:2n6 (Linoléico)	56,78	56,66	56,59	56,58
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,8	2,74	2,76	2,72
C20 (Araquídico)	0,35	0,35	0,35	0,35
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,19	0,19	0,19	0,19
C22 (Beênico)	0,33	0,34	0,34	0,34
C24 (Lignocérico)	0,11	0,11	0,11	0,11

Outros	0,29	0,3	0,26	0,30
--------	------	-----	------	------

<b>8. DIVERSOS</b>			
Composição de ácidos graxos, %	Óleo bruto 4621X-T0012	Óleo bruto 2146X-T5512	Óleo bruto 6214X-T1513
C14 (Mirístico)	0,08	0,07	0,07
C16 (Palmítico)	10,58	10,58	10,56
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,1	0,1
C18 (Estérico)	4,89	4,89	4,89
C18:1n9 (Oléico)	22,77	22,79	22,85
C18:1(Octadecenóico)	1,22	1,24	1,16
C18:2n6 (Linoléico)	56,57	56,56	56,58
C18:3n3(alfa-linolênico)	2,52	2,51	2,51
C20 (Araquídico)	0,36	0,36	0,36
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,20	0,19	0,19
C22 (Beênico)	0,34	0,33	0,34
C24 (Lignocérico)	0,10	0,10	0,11
Outros	0,27	0,28	0,28

<b>8. DIVERSOS</b>			
Composição de ácidos graxos, %	Óleo bruto 4624X-T3002	Óleo bruto 2446X-T3014	Óleo bruto 4256X-T0008
C14 (Mirístico)	0,07	0,07	0,07
C16 (Palmítico)	10,63	10,64	10,62
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,1	0,1
C18 (Estérico)	4,83	4,83	4,84
C18:1n9 (Oléico)	22,62	22,64	22,65
C18:1(Octadecenóico)	1,16	1,14	1,17
C18:2n6 (Linoléico)	56,53	56,66	56,72
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,59	2,59	2,59
C20 (Araquídico)	0,35	0,35	0,35
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,19	0,19	0,19
C22 (Beênico)	0,34	0,34	0,34

C24 (Lignocérico)	0,11	0,11	0,11
Outros	0,28	0,34	0,25

<b>9. Ensaios de laboratório</b>	<b>P</b>	<b>C</b>
<b>ÓLEO DEGOMADO</b>		
P, ppm	9,43	
<i>Óleo lavado refinado</i>		
P, ppm	1,17	1,07
Fe, ppm	<0,02	<0,02
Ca, ppm	1,95	0,44
Mg, ppm	0,99	0,78
Na, ppm	0,45	0,46
Cu, ppm	<0,05	0,07
<i>Óleo alvejado</i>		
Valor de anisidina	0,06	0,01
<i>Óleo desodorizado</i>		
P, ppm	<0,2	<0,2
Fe, ppm	<0,02	<0,02
Ca, ppm	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04
Na, ppm	<0,2	<0,2
Cu, ppm	<0,05	<0,05
Valor de anisidina	0,17	0,05
Composição de ácidos graxos, %		
C14 (Mirístico)	0,07	0,07
C16 (Palmítico)	10,56	10,57
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,1
C18 (Estérico)	4,83	4,83
C18:1n9 (Oléico)	22,76	22,78
C18:1(Octadecenóico)	1,19	1,18
C18:2n6 (Linoléico)	56,7	56,63
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,15	2,4



<i>C20 (Araquídico)</i>	0,35	0,35
C20: 1n9 (Eicosenóico)	0,17	0,17
C22 (Beênico)	0,33	0,33
C24 (Lignocérico)	0,11	0,1
Outros	0,68	0,49
<b>9. Ensaios de laboratório</b>	<b>P</b>	<b>C</b>
<i>Óleo desodorizado</i>		
Tocoferóis, mg/1g (HPLC)		
<i>delta</i>	0,204	0,207
<i>gama</i>	0,89	1,009
<i>alfa</i>	0,33	0,393

Exemplo 39: Processamento de material com baixo teor de ácido linoléico em grande escala

[00190] A menos que indicado de outro modo, as condições de processo do Exemplo 36 foram usadas nesse exemplo, e todo o processamento do óleo feito sob aspensão de nitrogênio.

[00191] Trituração: O vão do moinho foi ajustado para nº9. Extração por solvente: O agente de extração e o hexano foram aspergidos com nitrogênio, antes de uso. Os flocos de soja foram carregados no Soxhlet em planta piloto com ~ 16 L de hexano novo. Os flocos de soja foram extraídos por 4 horas, e o bolo foi evaporado usando um Rotovaporador.

[00192] Alvejamento: Trysil 627 (0,2%) foi adicionado e misturado por 15 minutos, seguida por adição de 1,25% de argila alvejante "Grau 105".

[00193] Os seguintes dados foram coletados usando o protocolo de processamento mencionado acima.

Variedade	U1273T1	J1250H4	M1325Y6	X1342W9	G1308F1	V1247R3
Composição de ácidos graxos, %	Óleo bruto					
C14 (Mirístico)	0,11	0,09	0,09	0,09	0,09	0,1
C16 (Palmítico)	11,76	10,48	10,4	10,02	10,72	10,54
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,11	0,08	0,08	0,08	0,08	0,09
C18 (Estérico)	4,11	4,6	4,16	4,24	4,06	3,98
C18:1n9 (Oléico)	21,74	22,7	17,34	17,84	17,61	21,2
C18:1(Octadecenóico)	1,28	0,31	1,13	1,06	1,16	1,21
C18:2n6 (Linoléico)	57,04	57,54	62,66	62,56	62,09	58,74
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,54	2,71	2,75	2,72	2,8	2,72
C20 (Araquídico)	0,32	0,37	0,33	0,33	0,33	0,33
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,24	0,26	0,23	0,23	0,23	0,26
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,04	0,05	0,05	0,05	0,04
C22 (Beênico)	0,33	0,36	0,37	0,35	0,36	0,35
C24 (Lignocérico)	0,14	0,18	0,16	0,16	0,16	0,16
Outros	0,25	0,28	0,25	0,27	0,26	0,28
Valor de peróxido, meq/kg	0,2	0,37	0,37	0,16	0,21	0,3
Valor de anisidina	0,83	0,66	1,12	0,82	0,67	1,02
	Óleo degomado					
Fósforo, ppm	42,59	70,84	31,53	32,2	57,72	33,3
	Óleo refinado / lavado					

Fósforo, ppm	0,09	5,4	0,98	0,83	1,87	0,26
Sabões, ppm	2,4	traços	traços	0	traços	4,9
	Óleo alvejado					
FFA, %	0,08	0,07	0,05	0,07	0,08	0,06
Valor de peróxido, meq/kg	0,2	0,17	0,24	0,27	0,2	0,27
Cor, 51/4"	5.7Y 0.4R	4.2Y 0.3R	5.3Y 0.5R	4.9Y 0.4R	4.0Y 0.3R	5.1Y 0.4R
Clorofila	0	0	0	0	0	0
Fósforo, ppm	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ca, ppm	<0,04	0,04	<0,04	0,06	0,2	0,14
Mg, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	0,05	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Na, ppm	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20
Sabões, ppm	0	0	0	0	0	0
Valor de anisidina	0,25	0,27	0,27	0,26	0,23	0,6
Composição de ácidos graxos, %	Óleo RBD					
C14 (Mirístico)	0,11	0,09	0,09	0,09	0,1	0,09
C16 (Palmítico)	11,58	10,3	10,18	9,81	10,5	10,37
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,11	0,08	0,1	0,1	0,11	0,09
C18 (Estérico)	4,11	4,59	4,12	4,22	4,03	3,97
C18:1n9 (Oléico)	21,9	22,1	17,48	17,98	17,72	21,34
C18:1(Octadecenóico)	1,27	1,08	1,04	1,01	1,12	1,21
C18:2n6 (Linoléico)	57,06	57,55	62,76	62,62	62,14	58,77

C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,44	2,61	2,64	2,61	2,68	2,6
C20 (Araquídico)	0,32	0,37	0,33	0,33	0,33	0,33
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,2	0,21	0,22	0,23	0,23	0,22
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,04	0,05	0,05	0,04	0,04
C22 (Beênico)	0,32	0,36	0,36	0,35	0,36	0,34
C24 (Lignocérico)	0,13	0,17	0,16	0,16	0,16	0,16
Outros	-	0,45	0,47	0,44	0,48	0,47
Tocoferóis (total), ppm						
Delta, ppm	185	158	171	164	174	172
Gama, ppm	925	1100	1190	1140	1140	1080
Alfa, ppm	256	291	274	285	267	252
Valor de peróxido (meq/kg)	0	0	0	0	0	0
Valor de anisidina	0,28	0,11	0,24	0,1	0,23	0,34

139/157

[00194] O protocolo de processamento mencionado acima foi usado para outro conjunto de experimentos, exceto que a aspersão com nitrogênio em cada um dos estágios não foi usado. Esses resultados são apresentados a seguir.

Variedade	U1273T1	J1250H4	M1325Y6	X1342W9	G1308F1	V1247R3
Composição de ácidos graxos, %	Óleo bruto					
C14 (Mirístico)	0,11	0,09	0,09	0,1	0,12	0,1
C16 (Palmítico)	11,76	10,46	10,4	10,02	10,71	10,64
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,11	0,08	0,08	0,08	0,09	0,11
C18 (Estérico)	4,12	4,63	4,16	4,25	4,05	4,01
C18:1n9 (Oléico)	21,87	22,23	17,38	18,18	17,63	21,31
C18:1(Octadecenóico)	1,24	1,06	1,12	1,06	1,21	1,26
C18:2n6 (Linoléico)	56,96	57,34	62,61	62,26	62,01	58,49
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,51	2,62	2,72	2,62	2,77	2,65
C20 (Araquídico)	0,32	0,37	0,33	0,34	0,33	0,33
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,22	0,23	0,22	0,23	0,23	0,24
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,04	0,05	0,05	0,04	0,04
C22 (Beênico)	0,33	0,36	0,37	0,36	0,36	0,35
C24 (Lignocérico)	0,14	0,18	0,16	0,17	0,16	0,16
Outros	0,27	0,31	0,31	0,28	0,29	0,31
Valor de peróxido (meq/kg)	0,3	0,69	0,32	0,32	0,41	0,38
Valor de anisidina	0,74	0,76	1,26	0,71	0,73	1,17
	Óleo degomado					
Fósforo, ppm	54,33	44,78	44,69	39,58	53,11	30,44
	Óleo lavado, refinado					
Fósforo, ppm	2,28	<0,2	0,35	0,33	0,93	0,6
Sabões, ppm	1	3	0	1	1	29
	Óleo alvejado					
FFA, %	0,08	0,1	0,08	0,08	0,05	0,08
Valor de peróxido, meq/kg	0,15	0,25	0,24	0,21	0,26	0,12

Variedade	U1273T1	J1250H4	M1325Y6	X1342W9	G1308F1	V1247R3
Cor, 51/4"	4.4Y 0.5R	6.1Y 0.4R	5.6Y 0.3R	5.3Y 0.4R	5.5Y 0.4R	6.3Y 0.4R
Clorofila	0	0	0	0	0	0
Fósforo, ppm	3,16	0,41	<0,2	0,68	1,58	<0,2
Pb, ppm	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ca, ppm	0,26	<0,04	<0,04	0,62	0,3	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04	<0,04
Fe, ppm	0,04	0,04	<0,02	0,18	0,08	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Na, ppm	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,20	<0,2
Sabões, ppm	0	0	0	0	0	0
Valor de anisidina	0,23	2,11	0,44	0,37	0,43	0,54
Composição de ácidos graxos, %	Óleo rbd					
C14 (Mirístico)	0,11	0,1	0,09	0,08	0,09	0,1
C16 (Palmítico)	11,61	10,3	10,2	9,83	10,53	10,42
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,12	0,09	0,08	0,08	0,08	0,09
C18 (Estérico)	4,11	4,61	4,15	4,23	4,04	3,99
C18:1n9 (Oléico)	21,92	22,34	17,52	18,26	17,76	21,4
C18:1(Octadecenóico)	1,27	1,06	1,08	1,06	1,17	1,23
C18:2n6 (Linoléico)	56,94	57,39	62,7	62,36	62,08	58,63
C18:3n3 (alfa-linolênico)	2,38	2,52	2,61	2,51	2,68	2,53
C20 (Araquídico)	0,33	0,37	0,33	0,34	0,33	0,33
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,22	0,21	0,23	0,23	0,24	0,23
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,03	0,04	0,05	0,05	0,04	0,04
C22 (Beênico)	0,33	0,36	0,36	0,35	0,36	0,35
C24 (Lignocérico)	0,13	0,17	0,16	0,16	0,16	0,16
Outros	0,5	0,44	0,44	0,46	0,44	0,5
Valor de peróxido (meq/kg)	0	0	0	0	0	0
Valor de anisidina	0,29	1,36	0,35	0,37	0,45	0,39

**Exemplo 40:** Processamento de material com baixo teor de ácido linoléico em grande escala

[00195] Sementes de soja com baixo teor de ácido linoléico 25.401,2

quilogramas (56.000 libras) foram trituradas. As sementes foram transportadas do silo para o triturador e enviadas para o cozinhador de chaminé. As sementes trituradas foram depois aquecidas a 71°C no cozinhador de chaminé e enviadas para a pré-prensa, na qual o óleo e o bolo de óleo foram separados. O bolo de óleo foi transportado para a planta de solvente, por transportador, para um extrator Crown. O extrator foi operado a 2.721,5 quilogramas/hora (6.000 libras/hora), com uma altura de leito de aproximadamente 45,7 centímetros (18 polegadas). A temperatura do extrator foi mantida a 55°C. Vácuo no extrator e no aparelho removedor de solvente, tostador, secador e resfriador (DTDC) foi mantido a 1,27 centímetro (0,5 polegada) de água (Consultar a Tabela 1 para detalhes em temperaturas no DTDC). Aproximadamente, 4.082,3 quilogramas (9.000 libras) de óleo foram recuperados (Consultar a tabela para os dados de composição de PV e ácidos graxos).

[00196] As temperaturas de destilação do bolo e do DTDC foram mantidas como apresentado a seguir. Para destilação do bolo, o primeiro evaporador foi operado a 71°C e 1.066,3 MPa (8 mm Hg), o segundo evaporador foi operado a 88°C e 1.066,3 MPa (8 mm Hg) e o extrator foi operado a 115°C. Para o DTDC, a cúpula foi operada a 99°C, a bandeja 2 foi operada a 104°C, o secador foi operado a 121°C e o resfriador foi operado a 38°C.

Tabela. Composição de ácidos graxos de óleo bruto prensado e submetido a remoção de solvente.

	Óleo bruto sem solvente Carga nº 1	Óleo bruto sem solvente Carga nº 2	Óleo bruto sem solvente Carga nº 3	Óleo bruto prensado Carga nº 1	Óleo bruto prensado Carga nº 2
Valor de peróxido, Meq/Kg	1,02	1,02	0,58	0,41	0,48
FFA%	0,65	0,26	0,32	0,37	0,34
C16:0	10,34	10,71	10,69	10,5	10,65
C18:0	4,21	4,55	4,48	4,57	4,58
C18:1	26,93(28,1)	23,45(24,0 3)	23,10(24,0 5)	24,31(24,5)	23,43(24,8 9)
C18:2 9_12	55,21	57,82	57,88	56,94	57,27
C18:3 ALA	2,62(2,45)	2,75(2,66)	2,75(2,57)	2,51(2,26)	2,54(2,53)
C20:0	0,29	0,29	0,28	0,29	0,29
C20:1	0,13	0,16	0,10	0,15	0,1
C22:0	0,26	0,27	0,26	0,27	0,26

Resultados em parênteses são de análise em duplicata.

[00197] Etapa de degomagem e refino: Todo o óleo bruto foi combinado em um reator de tanque agitado (aproximadamente 3.946,2 quilogramas - 8.700 libras). Ácido fosfórico (75%) foi adicionado a um nível de 800 ppm (0,08%) e a temperatura elevada a 57°C, e a mistura foi agitada e bombeada em um circuito fechado de recirculação, por uma hora. Verificou-se que uma amostra do óleo continha um teor de ácido graxo (FFA) de 1,8%. Hidróxido de sódio (12%) foi adicionado a um nível de 15% acima do resultado de FFA, além de 94,8 quilogramas (209 libras) de água. O óleo foi circulado e agitado por 30 minutos e aquecido a 80°C. A mistura resultante foi enviada a uma centrífuga contínua, a uma vazão de 3.175,1 quilogramas/hora (7.000 libras/hora).

[00198] Alvejamento: Óleo natural foi enviado para um recipiente de alvejamento aberto (agitado e bombeado continuamente para um



circuito fechado de filtro) e Select-350 (sílica ativa) foi adicionada para reduzir o sabão residual. Um saco de Dicalite (terra diatomácea) foi adicionado para pré-revestir o filtro, e dois sacos de Tonsil 150FF (argila) foram adicionados. O óleo foi circulado por um filtro-prensa de quadro e placa. O óleo do filtro foi enviado para um segundo recipiente de alvejamento de óleo, no qual adicionou-se mais 1% em peso de Tonsil 150FF. Nenhum calor foi empregado durante essa parte do processo. O óleo foi depois enviado para o trocador de calor de placas, no qual o óleo foi aquecido a 100°C e aspergido em um secador de aspersão, a um vácuo de 71,12 centímetros (28 polegadas), para remover umidade e aperfeiçoar a capacidade de filtração. A cor do óleo alvejado resultante não foi suficiente, de modo que o óleo foi filtrado pelo filtro-prensa e enviado de volta para o segundo recipiente, novamente para secagem por aspersão. A temperatura foi elevada a 105°C, e o óleo retornado para o secador de aspersão. O óleo foi recirculado pelo secador de aspersão, até que a cor do óleo fosse suficiente. O óleo foi depois resfriado a 65°C e enviado para o tanque de armazenamento de óleo alvejado.

[00199] Desodorização: Óleo alvejado foi enviado para um desodorizador em batelada. Vapor aspergido foi utilizado no desodorizador, que foi operado a um vácuo de 400,0 a 533,2 MPa (3 a 4 mm Hg). Em um período de 90 minutos, a temperatura foi aumentada a 245°C. A temperatura do desodorizador foi mantida entre 240 e 245°C, por uma hora e meia. Enquanto ainda sob vácuo e vapor ativo, a temperatura foi diminuída a 65°C, por um período de uma hora. O fluxo de vapor aspergido foi descontinuado e ácido cítrico sólido (113,5 gramas) foi dissolvido em água (2 L) e adicionado ao desodorizador e recirculado por 45 minutos. O óleo foi circulado por uma hora sob vácuo e deixado resfriar a 45°C. O óleo foi analisado para FFA, PV, Cor, odor ou sabor. Não se encontrou qualquer odor ou sabor no óleo.

[00200] Antes de degomagem sob nitrogênio, 1.000 ppm de Tenox-20 foram adicionados. Um total de 2.948,3 quilogramas (6.500 libras) de óleo RBD foi recuperado. A tabela apresentada a seguir contém uma análise detalhada do óleo RBD.

**Tabela**

FFA, %	0,04
PV, Meq/kg	0,00
Palmítico C16:0	10,11
C16:1	0,11
C18:0	4,08
Oléico C18:1	23,93
C18:1 n7	1,31
C18:2 9_12	54,3
C18:3 ALA	2,04
C18:trans	0,40
C18:3 isômero	0,46
C20.0&C20;1	0,41
C22:0	0,25
<b>Metais, ppm</b>	
Cd	<1
Co	<1
Cr	<1
Cu	<0,5
Fe	<0,5
Mg	1,3
Mn	<1
Mo	<1
Ni	<1
Zn	<1
P	<2
Tocoferóis	334,24
alfa, ppm	45,77
gama/beta, ppm	244

D-delta, ppm	44,47
Valor de anisidina	1,14
% Dienos conjugados	0,33
TBHQ	223,6
OSI, h a 110°C	22-24
OSI, óleo puro, h a 110°C	6,15
Cor	5/0.5(amarela / vermelha)
Análise do espaço aéreo	****
Hexanal, ppm	0,00
2-hexenal, ppm	0,00
2-heptenal, ppm	0,00
2,4-heptadienal, ppm	0,00
2,4-heptadienal B, ppm	0,00
2,4-hexadienal, ppm	0,00
2-nonenal, ppm	0,00
nonadienal, ppm	0,00
2,4 decadienal ppm	0,00
Hexanal, ng	0,00
2-hexenal, ng	0,00
2-heptenal, ng	0,00
2,4-hexadienal, ng	0,00
2,4-heptadienal, ng	0,00
2,4-heptadienal B, ng	0,00
2-nonenal, ng	0,00
nonadienal, ng	0,00
2,4-decadienal, ng	0,00
0=< 0,050 ppm	

**[00201]** O óleo RBD processado sob essas condições sofreu reversão de cor, sabor e odor em um período de 1 - 2 semanas, após o processamento.

Exemplo 41: Processamento de óleo sob refino físico 1

[00202] As sementes são trituradas, moídas e descascadas, extraídas e submetidas a remoção de solvente, como descrito acima.

[00203] Degomagem: Uma vez que o óleo bruto é degomado, o óleo bruto é alimentado a um reator encamisado e aquecido a  $50 \pm 3^\circ\text{C}$ . O óleo bruto é agitado com uma barra de agitação magnética a 350 rpm. Uma vez que a temperatura do óleo esteja a  $50^\circ\text{C}$ , uma solução de ácido cítrico a 5% é adicionada a 2,0% em peso (baseado em peso/peso de óleo de base). A mistura é agitada e aquecida por 15 minutos. Depois, água é adicionada a 2% em peso (baseado em peso/peso de óleo de base) e a mistura é aquecida a  $50 \pm 3^\circ\text{C}$ , por 30 a 60 minutos. A temperatura é depois aumentada a  $67 \pm 3^\circ\text{C}$ . Quando essa temperatura é atingida, o conteúdo é removido e centrifugado. A fase oleosa é removida e recolocada no reator encamisado. O reator é aquecido a  $62 \pm 3^\circ\text{C}$ . Uma solução de ácido fosfórico a 5% é adicionada a 2,0 - 4,0% em peso (baseado em peso/peso de óleo de base). A mistura é agitada a 350 rpm por 30 minutos. A mistura é removida e centrifugada.

[00204] Alveamento: O óleo é transferido para o reator e aquecido a  $60 \pm 3^\circ\text{C}$  e 2% (base peso/peso) de uma solução de ácido cítrico a 5% é adicionada e agitada por 15 minutos a 350 rpm. Depois, até 0,4% em peso de Trysil S615 é adicionado e agitado por 15 minutos. Depois, 0,75 - 2,5% em peso de argila alvejante Tonsil Grau 105 são adicionados, e a pressão no reator é reduzida a 3.332,2 MPa (25 mm Hg). O conteúdo é aquecido a  $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm por 30 minutos. A mistura é resfriada a  $72 \pm 3^\circ\text{C}$  e filtrada a um recipiente separado.

[00205] Desodorização: O óleo filtrado é colocado em uma coluna de Claisen equipada com RBF (semimicrovidraria Wheaton), que continha um tubo de sangria de gás subsuperficial e um adaptador de orifício de vácuo. O fluxo de nitrogênio é iniciado e o vácuo é mantido a 6,7 a 133,3 MPa (0,05 a 1 mm Hg) por 30 a 60 minutos, a  $240 - 280 \pm 5^\circ\text{C}$ . O óleo

é depois resfriado à temperatura ambiente com uma purga ativa de nitrogênio.

Exemplo 42: Processamento de óleo usando refino físico 2

[00206] As sementes são trituradas, moídas e descascadas, depois extraídas e submetidas a remoção de solvente, como descrito acima. O óleo bruto é depois degomado, como descrito no Exemplo 41.

[00207] Alvejamento: O óleo é transferido para o reator e aquecido a  $60 \pm 3^\circ\text{C}$ , e 2% (peso/peso de óleo de base) de uma solução de ácido cítrico a 5% são adicionados e agitados por 15 minutos a 350 rpm. Depois, até 0,4% em peso de Trysil S615 é adicionado e agitado por 15 minutos. Depois, 0,75 - 2,5% em peso de argila alvejante Tonsil Grau 105 são adicionados, e a pressão no reator é reduzida para 3.332,2 MPa (25 mm Hg). O conteúdo é aquecido a  $95 \pm 2^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm por 30 minutos. O conteúdo é aquecido a  $95 \pm 2^\circ\text{C}$  e agitado a 350 rpm por 30 minutos. A mistura é resfriada a  $72 \pm 3^\circ\text{C}$  e filtrada a um recipiente separado.

[00208] Desodorização: O óleo filtrado é colocado em uma coluna de Claisen equipada com RBF (semimicrovidraria Wheaton), que continha um tubo de sangria de gás subsuperficial e um adaptador de orifício de vácuo. Um RBF de três pescoços é usado como uma opção a esse reator. O fluxo de nitrogênio é iniciado e o vácuo é mantido a 6,7 - 133,3 MPa (0,05 - 1 mm Hg), por duas a quatro horas, a  $165 - 205 \pm 5^\circ\text{C}$ . O óleo é depois resfriado a uma temperatura de  $60^\circ\text{C}$  com nitrogênio e transferido, concluindo o processo.

Exemplo 43: Condições de alvejamento e estabilidade do óleo

[00209] O óleo lavado com água, processado como indicado acima, foi dividido em quatro partes iguais para conduzir os seguintes quatro experimentos de alvejamento. Em uma caixa de luva, o óleo foi aquecido a  $60^\circ\text{C}$  em um reator de alvejamento, e ácido cítrico 0,2% (concentração de 50%) foi adicionado e agitado por 15 minutos a  $60^\circ\text{C}$ ,

sob nitrogênio. Trisyl S615 (0,2% em peso) foi adicionado e agitado por 15 minutos. Depois, argila alvejante (Tonsil-167FF) (0,5% em peso) foi adicionada e um vácuo de 25 torr aplicado, enquanto o óleo era aquecido a 110°C, e a temperatura foi mantida por 30 minutos. O óleo foi resfriado a 60°C e filtrado. As amostras de óleo alvejado foram enviadas para análise (FFA, AV, PV, tocoferóis CD e FAC). Dois outros conjuntos de experimentos com 1,0% e 1,5% de argila foram conduzidos com as mesmas condições de alvejamento mencionadas acima.

[00210] Um quarto experimento foi conduzido usando 3,0% de argila e 0,5% de carbono. A temperatura de alvejamento foi mantida a 95°C por 30 minutos. O óleo alvejado desses experimentos foi desodorizado a 180°C por duas horas sob vácuo (1.000 mtorr). O óleo foi resfriado sob vácuo a 60°C. Amostras de óleo desodorizado foram analisadas para FFA, AV, PV, tocoferóis CD e FAC. De um modo geral, esses dados mostraram que mais material de alvejamento resultou em um AV mais baixo. Em geral, óleos com valores de AV mais baixos têm concentrações mais baixas de aldeídos e cetonas não voláteis; a concentração de aldeídos e cetonas não voláteis é indicativa de tensão pós-oxidação aplicada a um óleo particular.

[00211] Esses quatro óleos do estudo receberam cerca de 50 ppm de ácido cítrico, para normalizar quaisquer efeitos que podem resultar de metais, e colocados em um estudo de envelhecimento acelerado a 55°C. O AV foi mais baixo para o óleo alvejado com 3% em peso de terra e 0,5% em peso de carbono, a sua estabilidade é notavelmente pior do que dos outros três, quando da comparação de PV e AV (consultar as tabelas abaixo e as Figuras 3A e 3B).

Tempo em horas	PV (0.5 % em peso de argila)	PV (1 % em peso de argila)	PV (1.5 % em peso de argila)	PV (3 % em peso de argila + 0.5 % em peso de carbono)
0	0	0	0	0
27	0,68	0,65	0,56	0,65
48,5	1,12	1,09	0,96	1,13
74	1,43	1,39	1,38	3,85
95,5	2,42	4,62	4,1	37,2
120,5	55,34	70,41	59,52	164,53
148	194,68	197,68	214,93	340,2
170,5	328,54	340,43	357,29	538,79
0	1,67	0,82	0,56	0,24
27	1,73	1,01	0,63	0,36
48,5	1,74	0,92	0,68	0,33
74	2,06	1,2	0,78	0,57
95,5	2,74	1,38	1,03	5,46
120,5	5,79	7,84	6,26	24,62
148	30,7	32,9	27,3	72,7
170,5	71,17	85,49	63,69	161,32

**Exemplo 44: Condições de desodorização**

[00212] Uma representação gráfica superficial, definindo condições aceitáveis de tempo e temperatura, enquanto minimizando a perda de SDA, é ilustrado na Figura 2. Essa representação gráfica foi preparada para entender, mais inteiramente, as melhores condições operacionais para desodorização de SDA. Ilustra tempos / temperaturas na superfície objetivada para minimizar a perda de SDA (por meio de isomerização que pode incluir, mas não é limitada à isomerização de cis a trans e de duplas-ligações conjugadas, bem como polimerização). A Figura 2 é uma representação gráfica bidimensional para uma identificação visual das áreas operacionais para a retenção bem-sucedida de SDA em um óleo específico sob condições em batelada. Esses experimentos permitiram que se usasse uma zona operacional em temperaturas de

cerca de 215°C por 120 minutos a cerca de 235°C por cerca de 5 minutos.

Exemplo 45: Processamento de grãos de soja com alto teor de SDA em grande escala

[00213] Grãos de soja foram processados por uso do procedimento do Exemplo 34, exceto que durante a etapa de alvejamento, o óleo foi resfriado a  $50 \pm 3^\circ\text{C}$ , e o vácuo foi quebrado com nitrogênio. Além da variação do procedimento de alvejamento, as condições de desodorização foram variadas como se segue. Os óleo negativo a SDA (RB) alvejado, refinado e o positivo a SDA RB foi desodorizado por uso de uma miniunidade de desodorização RBD. Houve um total de cinco ensaios de desodorização executados nos óleo negativo a SDA e no positivo a SDA. O desodorizador foi limpo com Vergatol 80, antes dos ensaios de desodorização 1, 3 e 5. Os ensaios são listados a seguir.

Ensaio nº	Tipo de óleo	Peso, kg	N <sub>2</sub>	Vapor	Temp., °C	Tempo de retenção, h
1	neg	18,960	sim	não	180	2
2	pos	10,447	sim	não	180	2
3	pos	10,269	não	1%	180	2
4	pos	7,376	não	1%	225	0,5
5	neg	10,918	não	1%	225	0,5

[00214] O desodorizador foi modificado de modo que o ácido cítrico pôde ser adicionado ao óleo, após a desodorização. Por meio de seringa, cerca de 50 ppm de ácido cítrico foram adicionados ao óleo a 120°C. O antioxidante Dadex<sup>□</sup> CA (40% de ácido cítrico em glicol propilênico, disponível da Acatris) foi usado para a adição de ácido cítrico.

[00215] Os resultados desse processamento foram similares àqueles dos exemplos mencionados acima, até a etapa de desodorização. Os dados analíticos para os óleos alvejado e RBD são apresentados a seguir.



<b>ÓLEO ALVEJADO</b>	<b>SDA Neg</b>	<b>SDA Pos</b>
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,065	0,095
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0
<b>Cor, 51/4"</b>	2.2Y 0.0R	4.1Y 0.2R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,0	0,0
Fósforo, ppm	<0,02	<0,2
Ca, ppm	<0,04	<0,04
Mg, ppm	<0,04	<0,04
Fe, ppm	<0,02	<0,02
Cu, ppm	<0,05	<0,05
Na, ppm	<0,2	<0,02
Sabões, ppm	0,0	0,0
<i>Valor de anisidina</i>	0,08	0,12
<i>Ácido cítrico, ppm</i>	<10	<10
Tocoferóis, mg/100g		
<i>delta</i>	32,1	29,0
<i>gama</i>	83,5	86,4
Esteróis, mg/100g		
campesterol	48,3	62,6
estigmasterol	37,6	48,6
B-sitosterol	133,0	180
Composição de ácidos graxos, %		
C14 (Mirístico)	0,08	0,08
C16 (Palmítico)	11,46	12,04
C16:1 (Trans)	0,02	0,03
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,12	0,14
C18 (Estérico)	4,15	4,21
C18:1 (Trans)	0,09	0,07
C18:1n9 (Oléico)	18,51	16,27
C18:1(Octadecenóico)	1,56	1,53
C18:2 (Trans)	0,06	0,08
C18:2n6 (Linoléico)	53,41	28,43
C18:3 (Trans)	0,12	0,23
C18:3n6(gama-linolênico)	-	5,18
C18:3n3 (alfa-linolênico)	8,8	11,61
C18:4 (Trans)	0,07	0,16
C18:4n3(Octadecatetraenóico)	0,15	18,63
C20 (Araquídico)	0,31	0,35
C20:1n9 (Eicosenóico)	0,17	0,19

ÓLEO ALVEJADO	SDA Neg	SDA Pos
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,04	0,03
C22 (Beênico)	0,31	0,29
C24 (Lignocérico)	0,12	0,08
Outros	0,45	0,37

ÓLEO DE SOJA RBD	SDA Pos 180/N2	SDA Pos 180/H2O	SDA Neg 180/N2	SDA Pos 225/H2O	SDA Neg 225/H2O
Ácido graxo livre, %	0,08	0,07	0,05	0,04	0,02
Valor de peróxido, meq/kg	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Cor, 1"</b>	2.4Y 0.1R	2.3Y 0.0R	1.5Y 0.1R	1.3Y 0.0R	0.9Y 0.0R
Clorofila, ppm	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Valor de anisidina	0,33	0,38	0,28	0,33	0,4
Ácido cítrico, ppm	<10	<10	<10	<10	<10
Tocoferóis, mg/100g					
delta	28,0	28,2	31,9	27,8	29,7
gama	80,9	85,2	83,2	82,8	79,4
alfa	11,8	11,9	10,2	11,4	10,0
Esteróis, mg/100g					
campesterol	62,9	61,3	47,3	61,6	45,7
estigamasterol	49,0	47,6	36,8	47,7	36,2
B-sitosterol	182	176,2	131	178	128
Composição de ácidos graxos, mg/g					
C14 (Mirístico)	0,8	0,8	1,0	0,8	0,8
C16 (Palmítico)	114,2	113,1	109,3	114,1	108,6
C16:1 (Trans)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
C16:1n7 (Palmitoléico)	1,1	1,1	1,0	1,1	1,0
C18 (Estérico)	38,8	38,6	38,4	38,8	38,3
C18:1 (Trans)	0,7	0,7	0,8	0,7	0,8
C18:1n9 (Oléico)	154,3	155,2	177,9	154,0	178,1
C18:1(Octadecenóico)	14,6	14,4	14,4	14,5	14,4
C18:2 (Trans)	0,8	0,8	0,8	1,0	1,2
C18:2n6 (Linoléico)	270,6	267,2	509,6	269,1	505,7
C18:3 (Trans)	1,8	1,8	0,9	3,6	2,1
C18:3n6(gama- linolênico)	49,1	48,7	-	48,6	-
C18:3n3 (alfa- linolênico)	109,5	108,3	83,1	107,3	80,8
C18:4 (Trans)	1,5	1,4	0,4	3,7	0,3
C18:4n3(Octadecatetra enóico)	171,2	169,4	1,1	165,6	1,0
C20 (Araquídico)	3,3	3,3	3,4	3,2	3,3
C20:1n9 (Eicosenóico)	1,8	1,8	1,8	1,7	1,9

ÓLEO DE SOJA RBD	SDA Pos 180/N2	SDA Pos 180/H2O	SDA Neg 180/N2	SDA Pos 225/H2O	SDA Neg 225/H2O
C20:2n6 (Eicosadienóico)	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4
C22 (Beênico)	2,8	2,8	2,8	2,9	2,8
C24 (Lignocérico)	0,8	0,8	1,0	0,8	1,0
Outros	3,6	2,8	3,2	4,5	3,2

**Exemplo 46:** Processo de artigo em teste com 20% de SDA

[00216] As sementes nulas (não tendo SDA) e sementes com 20% de SDA foram processadas sob as condições do Exemplo 45. Os dados analíticos para o óleo bruto, 20, óleo refinado / lavado, óleo alvejado e óleo refinado, alvejado e desodorizado (RDB) são apresentados abaixo.

ÓLEO DE SOJA BRUTO	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,24	0,42
Valor de peróxido, meq/kg	0,46	0,06
<b>Cor, 1"</b>	70Y 3.2R	70Y 3.8R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,007	0,011
Valor de iodo	128,5	175
Valor de anisidina	0,43	0,22
Fósforo, ppm	473,6	58,5
Ca, ppm	18,45	10,6
Mg, ppm	30,98	6,98
Fe, ppm	1,41	0,09
Cu, ppm	<0,05	<0,05
Na, ppm	1,75	<0,20
Tocoferóis, mg/100g		
<i>delta</i>	30,5	28,6
<i>gama</i>	94,0	83,4
<i>alfa</i>	9,85	10,1
Esteróis, mg/100g		
campesterol	76,1	67,7
estigamasterol	72,2	55,6
<i>B-sitosterol</i>	184,9	192,0
Composição de ácidos graxos, %		
C14 (Mirístico)	0,09	0,08
C16 (Palmítico)	11,68	12,00
C16:1n7 (Palmitoléico)	0,1	0,14
C18 (Estérico)	4,26	4,24
C18:1n9 (Oléico)	20,88	18,6
C18:1(Octadecenóico)	1,46	1,46
C18:2n6 (Linoléico)	52,14	24,06
C18:3n6(gama-linolênico)		6,15
C18:3n3 (alfa-linolênico)	8,22	10,03

ÓLEO DE SOJA BRUTO	Nulas	Artigo de teste com SDA
		21,16
C20 ( <i>Araquídico</i> )	0,32	0,36
C20:1n9 ( <i>Eicosenóico</i> )	0,15	0,24
C20:2n6 ( <i>Eicosadienóico</i> )	0,03	0,03
C22 ( <i>Beênico</i> )	0,32	0,31
C24 ( <i>Lignocérico</i> )	0,1	0,07
Outros	0,25	1,07
ÓLEO DEGOMADO	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,07	0,07
<i>Fósforo, ppm</i>	11,7	11,9
<i>Valor de anisidina</i>	0,44	0,34
ÓLEO REFINADO / LAVADO	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>Fósforo, ppm</i>	-	0.77
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0.03	0.03
<i>Valor de anisidina</i>	0.31	1.09
<i>Sabões, ppm</i>	7	38
ÓLEO ALVEJADO	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,05	0,06
<i>Valor de peróxido, meq/kg</i>	0,1	0,22
<i>Cor, 51/4""</i>	6.5Y 0.5R	8.1Y 0.3R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,001	0,0
<i>Fósforo, ppm</i>	<0,20	<0,2
<i>Ca, ppm</i>	0,05	<0,04
<i>Mg, ppm</i>	<0,04	<0,04
<i>Fe, ppm</i>	<0,02	<0,02
<i>Cu, ppm</i>	<0,05	<0,05
<i>Na, ppm</i>	<0,20	<0,02
<i>Sabões, ppm</i>	0,0	0,0
<i>Valor de anisidina</i>	0,2	1,18
ÓLEO DE SOJA RBD	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>Ácido graxo livre, %</i>	0,05	0,05
<i>Valor de peróxido, meq/kg</i>	0,0	0,0
<b>Cor, 51/4"</b>	2.8Y 0.1R	3.3Y 0.0R
<i>Clorofila, ppm</i>	0,022	0,013
<i>Valor de anisidina</i>	0,3	0,83
<i>Rancimat @ 110°C, h</i>	4,6	1,85
<i>Tocoferóis, mg/100g</i>		

ÓLEO DE SOJA BRUTO	Nulas	Artigo de teste com SDA
<i>delta</i>	29,3	23,5
<i>gama</i>	91,4	76,5
<i>alfa</i>	9,94	9,53
Esteróis, mg/100g		
<i>campesterol</i>	31,8	58,8
<i>estigmasterol</i>	24,0	44,4
<i>B-sitosterol</i>	107,1	174,7
Composição de ácidos graxos, %		
C14 ( <i>Mirístico</i> )	0,09	0,08
C16 ( <i>Palmítico</i> )	11,57	12,23
C16:1n7 ( <i>Palmitoléico</i> )	0,1	0,14
C18 ( <i>Estérico</i> )	4,24	4,26
C18:1n9 ( <i>Oléico</i> )	21,16	18,74
C18:1( <i>Octadecenóico</i> )	1,46	1,44
C18:2n6 ( <i>Linoléico</i> )	51,88	24,10
C18:3n6( <i>gama-linolênico</i> )	-	6,21
C18:3n3 ( <i>alfa-linolênico</i> )	8,23	10,15
C18:4n3 ( <i>Octadecatetraenóico</i> )	-	21,10
C20 ( <i>Araquídico</i> )	0,32	0,37
C20:1n9 ( <i>Eicosenóico</i> )	0,15	0,22
C20:2n6 ( <i>Eicosadienóico</i> )	0,03	0,03
C22 ( <i>Beênico</i> )	0,32	0,30
C24 ( <i>Lignocérico</i> )	0,1	0,07
Outros	0,35	0,56

**Exemplo 47:** Adição de ácido cítrico antes e depois de desodorização

[00217] Conduziu-se uma série de experimentos para determinar a eficiência do ácido cítrico, antes e depois da desodorização. Para testar essa hipótese, dois níveis de ácido cítrico foram adicionados em uma solução aquosa e em um solvente miscível em óleo (glicol propilênico), que agiu como um veículo. Uma amostra de óleo alvejado, preparado pelo processo descrito acima, foi obtida antes da etapa de desodorização. Essa amostra recebeu CA, como descrito na Figura 4. Uma vez que a adição de ácido cítrico estava completa para três das quatro amostras, cada uma dessas amostras foi desodorizada a 180 em uma atmosfera inerte de nitrogênio gasoso. Depois, cada uma das quatro amostras foi dividida em duas, em que uma dessas amostras tinha 50 ppm de ácido cítrico em glicol propilênico adicionado a foi

depois foi submetida a um envelhecimento acelerado a 55°C. Os resultados dos estudos de envelhecimento acelerado para todas as oito amostras são apresentados nas Figuras 5A e 5B. A representação gráfica intitulada W50/N tinha 50 ppm de CA em uma solução aquosa adicionada antes da desodorização e nenhum CA adicionado após a desodorização. A representação gráfica intitulada W50/CA tinha 50 ppm de CA em uma solução aquosa adicionada antes da desodorização e 50 ppm de CA em glicol propilênico, adicionados após a desodorização. A representação gráfica intitulada W100/N tinha 100 ppm de CA em uma solução aquosa adicionada antes da desodorização e nenhum CA adicionado após a desodorização. A representação gráfica intitulada W100/CA tinha 100 ppm de CA em uma solução aquosa adicionada antes da desodorização e 50 ppm de uma solução de CA em glicol propilênico, adicionados após a desodorização. A representação gráfica intitulada sem CA/N não tinha qualquer CA adicionado antes da desodorização e nenhum CA adicionado após a desodorização. A representação gráfica intitulada sem CA/CA não tinha qualquer CA adicionado antes da desodorização e 50 ppm de uma solução de CA em glicol propilênico, adicionados após a desodorização. A representação gráfica intitulada PG50/N tinha 50 ppm de CA em glicol propilênico, adicionados antes da desodorização, e nenhum CA adicionado após a desodorização. A representação gráfica intitulada PG50/CA tinha 50 ppm de CA em glicol propilênico, adicionados antes da desodorização, e 50 ppm de CA em glicol propilênico, adicionados antes da desodorização, e 50 ppm de solução de CA em glicol propilênico, adicionados após a desodorização.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparação de uma composição de óleo, caracterizado pelo fato de que compreende:

degomar um óleo bruto por meio da reação do óleo bruto com uma solução aquosa ácida, a uma temperatura de pelo menos 35°C e na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um óleo degomado;

alvejar o óleo degomado por meio do contato do óleo degomado com um material alvejante a uma temperatura de 80°C a 120°C a uma pressão de 0,6 a 7 kPa para formar o óleo alvejado; e

desodorizar o óleo alvejado a uma temperatura de 220°C a 270°C a uma pressão de não mais do que 1,4 kPa por não mais do que 50 minutos para formar a composição de óleo tendo um valor de anisidina inferior a 3 e compreendendo menos do que 1% em peso de ácido graxo trans, com base no peso total de ácidos graxos ou seus derivados na composição de óleo.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende ainda romper e descascar sementes integrais, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar partes comestíveis de sementes ou cascas de sementes, ou moer, triturar, ou esfoliar um material contendo óleo, na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio, para formar um material contendo óleo tendo maior área superficial, e contatar as partes comestíveis de sementes ou sementes, cascas de sementes, ou o material contendo óleo possuindo maior área superficial com um fluido de extração para extrair um óleo bruto a partir das partes comestíveis de sementes, das cascas de sementes ou do material contendo óleo.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o óleo degomado foi alvejado a uma

temperatura de 95°C a 110°C e a uma pressão de 2,5 a 4,0 kPa.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o óleo degomado e o material alvejante foram purgados de oxigênio antes da etapa de alvejamento.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o óleo alvejado foi desodorizado na presença de um gás inerte.

6. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o óleo degomado e a solução aquosa ácida são purgados de oxigênio após a etapa de degomagem.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que compreende ainda a etapa de armazenamento do material contendo óleo na presença de um gás inerte para minimizar a concentração de oxigênio.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que pelo menos um estabilizador é adicionado às partes comestíveis de sementes ou ao óleo, em uma ou mais etapas do processo.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a exposição das sementes, partes comestíveis de sementes, cascas de sementes, ou óleo, à luz é minimizada em uma ou mais etapas do processo.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que a composição de óleo tem um valor de peróxido de menos de 1,0 meq/kg.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o óleo bruto tem um valor de peróxido de 0 meq/kg.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o óleo bruto é de



alga, amêndoa, abacate, babaçu, borragem, semente de grosselheira negra, canola, óleo de mamona, coco, milho, semente de algodão, Echium, onagra, semente de fibra de linho, grosselheira, semente de uva, tubérculos, avelã, linhaça, mostarda, oliveira, palma, grão de palma, amendoim, semente de pinheiro, semente de papoula, semente de moranga, semente de colza, grosselheira vermelha, farelo de arroz, açafroa, semente de sésamo, soja, girassol, chá, noz, ou germe de trigo.

FIG. 1

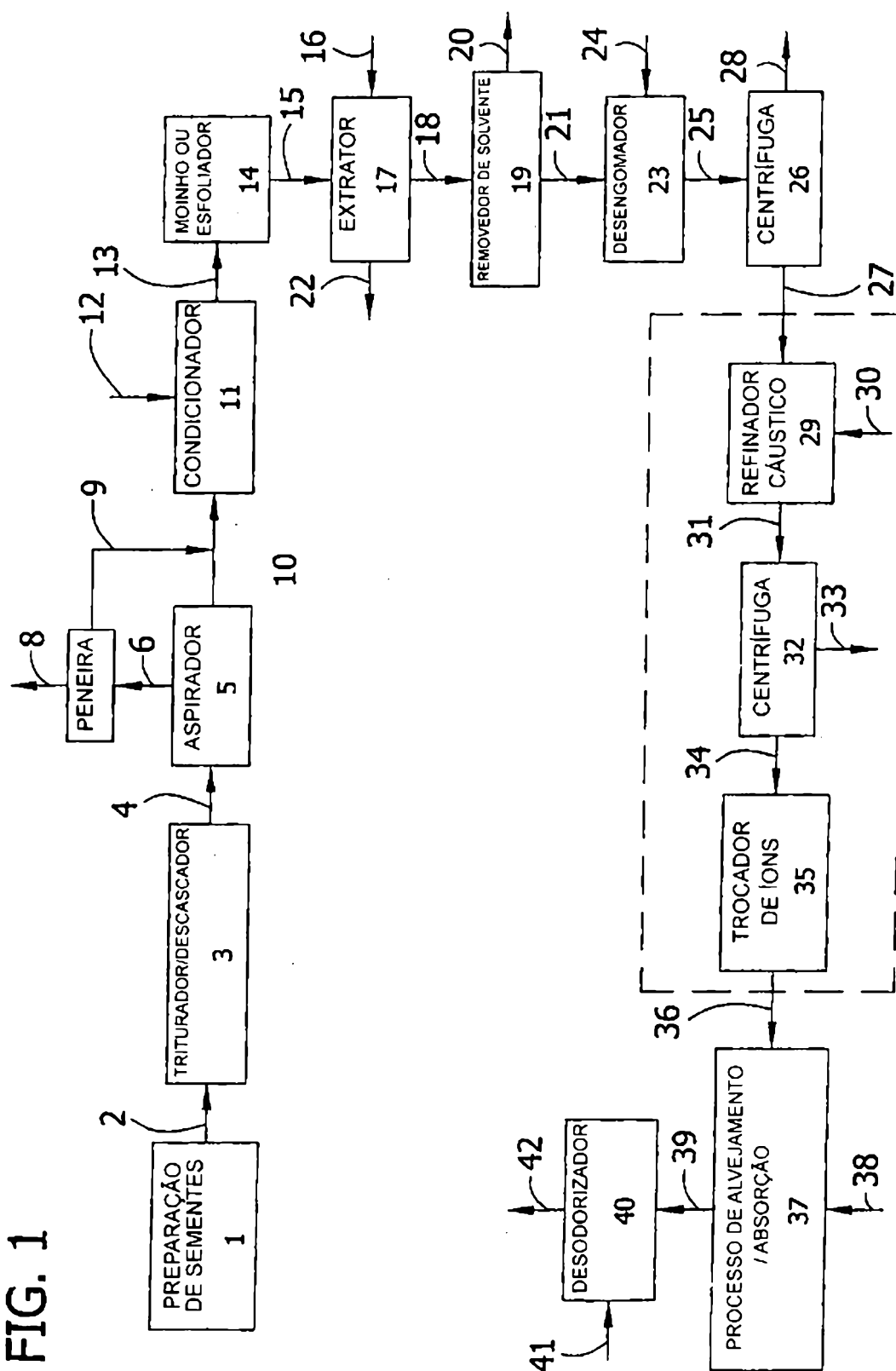


FIG. 2

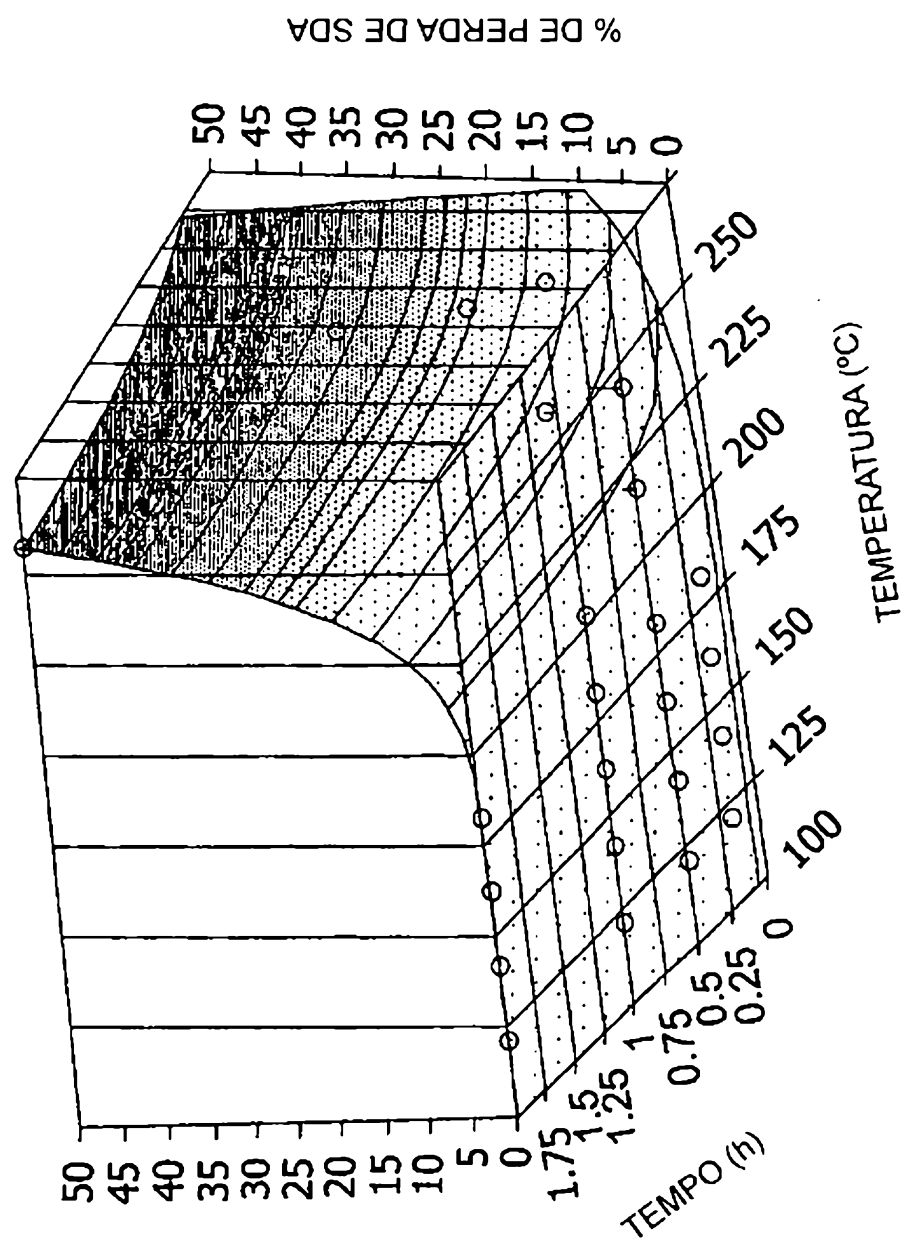


FIG. 3A

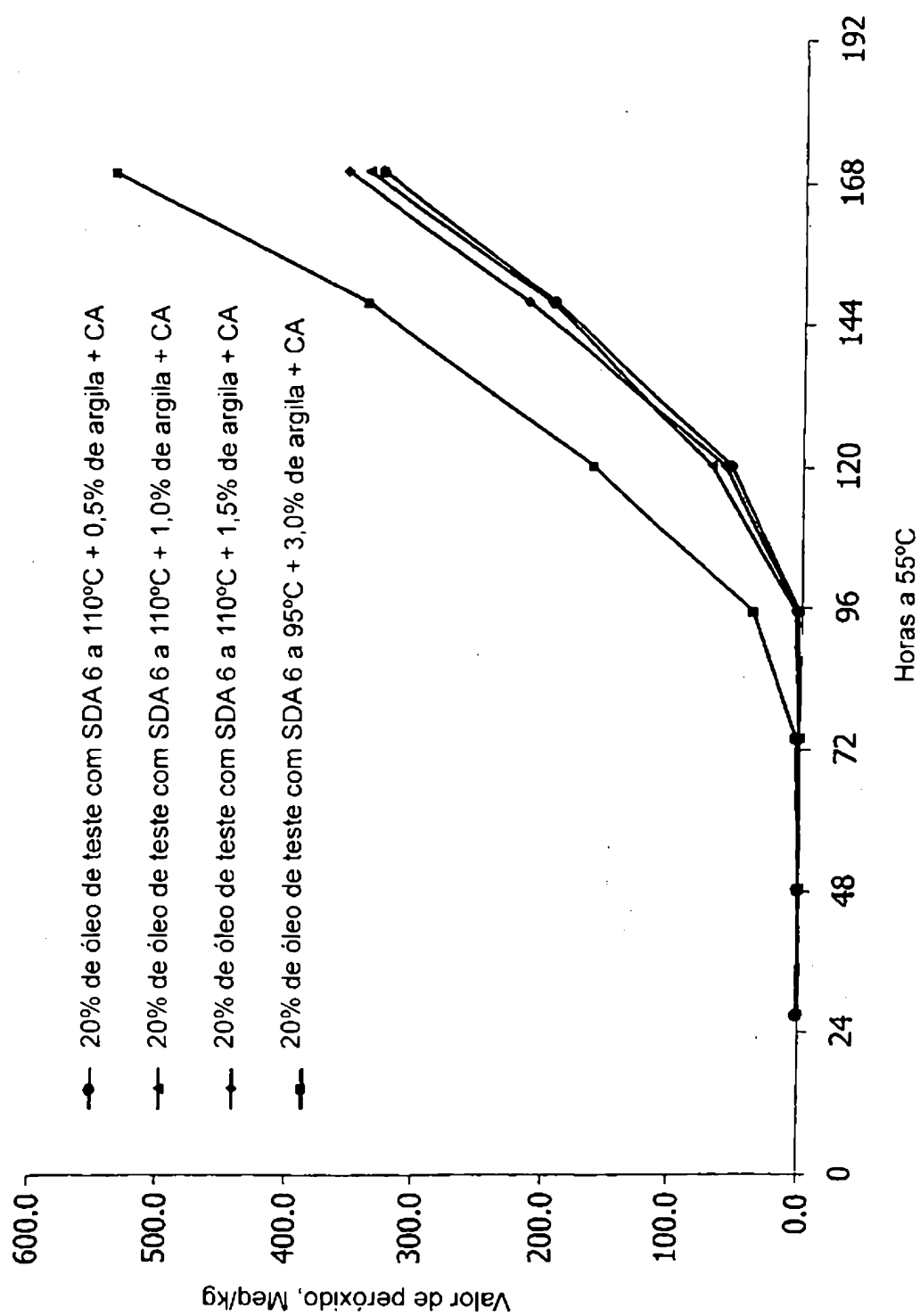


FIG. 3B

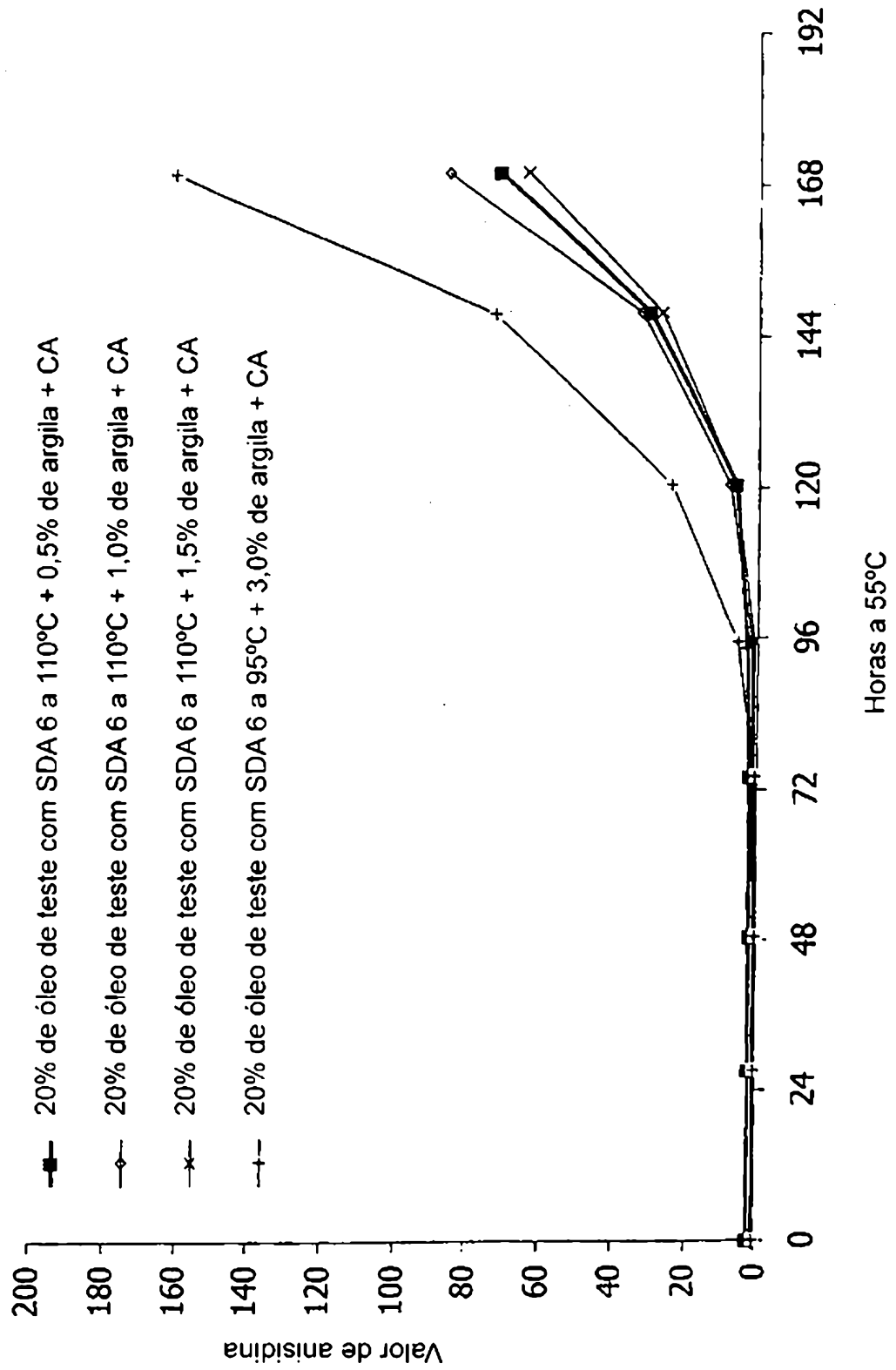
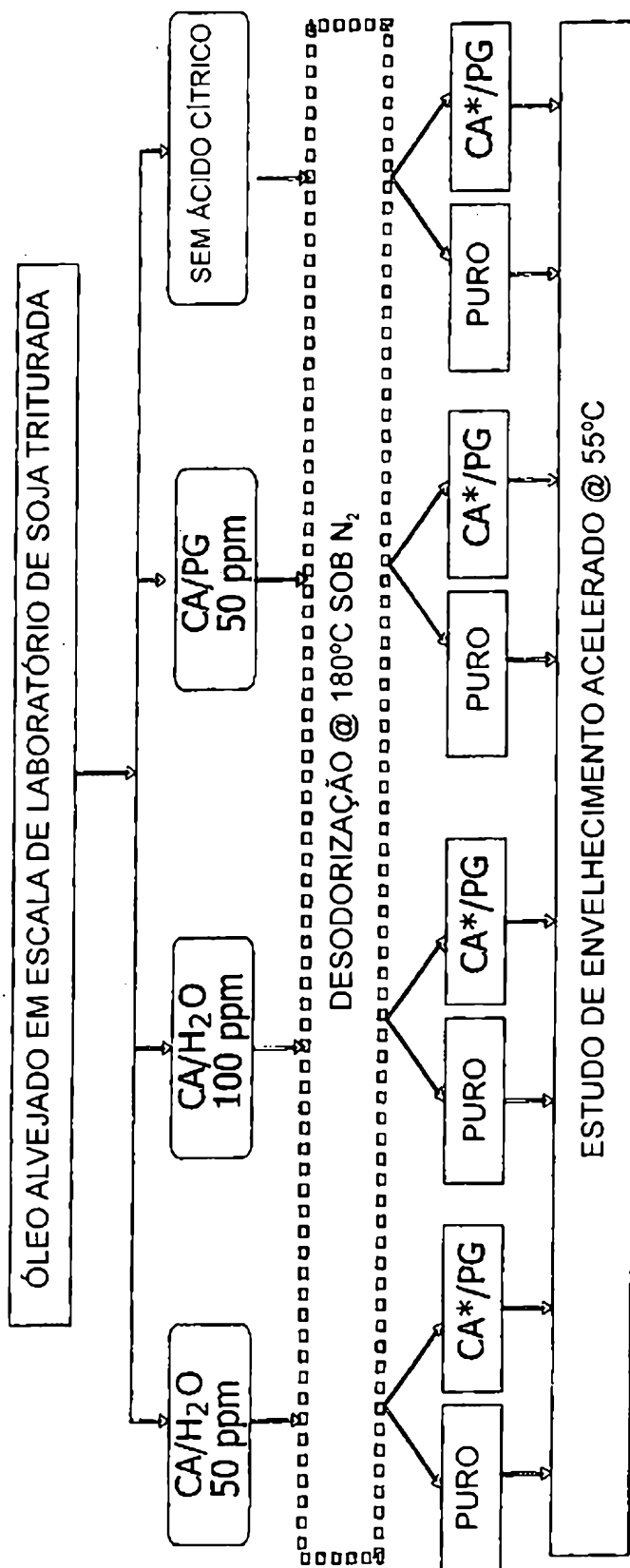


FIG. 4



\* 50 ppm de ácido cítrico em glicol propilênico

FIG. 5A

